

第3章
フィルタによる微小粒子状物質（ $PM_{2.5}$ ）
質量濃度測定方法暫定マニュアル
（改定版）

第3章
フィルタによる微小粒子状物質 (PM_{2.5})
質量濃度測定方法暫定マニュアル
(改定版)

目 次

1. はじめに	1
2. 測定の概要	1
3. 用語の定義	1
4. 採取装置 (PM _{2.5} ローボリウムエアサンプラ) の構成	2
4.1 各部の構造	3
5. フィルタ	11
5.1 PM _{2.5} の質量濃度測定に用いるフィルタに要求される性能	11
6. フィルタの秤量及び PM _{2.5} の採取	11
6.1 装置及び器具	11
6.2 採取前のフィルタの準備	11
6.3 PM _{2.5} の採取	12
6.4 試料採取後のフィルタの秤量	13
7. 質量濃度の算出	14
7.1 質量濃度算出方法	14
7.2 トラベルブランクの扱い	14
8. 流量校正	15
9. 標準作業手順 (SOPs)	15
9.1 SOPs の作成	15
9.2 SOPs の内容	15
10. 報告	16
10.1 測定操作の記録	16
10.2 精度管理に関する報告	16
10.3 測定結果の報告書に記載する事項	16

第3章 フィルタによる微小粒子状物質 (PM_{2.5}) 質量濃度測定方法暫定マニュアル (改定版)

本マニュアルは、大気中の微小粒子状物質(PM_{2.5}) 濃度に関して調査を行う場合の参考として活用されることを目的として、現段階で標準的と考えられる技術手法を示したものである。微小粒子状物質(PM_{2.5}) 濃度の測定方法については未解明な部分も多いが、ここでは 1997 年 6 月 18 日に米国で公示された標準測定法(Federal Register Vol. 62, No. 138 / Appendix L) をベースに、PM_{2.5} ロウボリウムエアサンプラによる質量濃度測定方法を示した。測定に当たっては本マニュアルに示す手法を参考に標準作業手順書(SOPs)を作成し、実施することが望ましい。また、今後科学的知見の集積等によって、必要に応じ本マニュアルの改定があり得るものとする。

1. はじめに

環境大気中に浮遊する粒子状物質のうち PM_{2.5} (空気動力学的特性が粒径 2.5 μm で 50% のカット特性をもつ分粒装置により分粒された粒子状物質) の質量濃度を PM_{2.5} ロウボリウムエアサンプラを用いて、フィルタ上に採取し測定する方法について記述する。

一般環境大気中の PM_{2.5} は水分、半揮発性物質による影響が大きく、採取中に生じるフィルタやフィルタ上に捕集された粒子へのガス状物質の吸着や、一旦フィルタ上に捕集された粒子状物質のうち揮発性の高い成分の再揮散など、PM_{2.5} 質量濃度の測定には様々な妨害要因や不確定要素を含んでおり、厳密な意味での PM_{2.5} 質量濃度の測定は困難である。このため本マニュアルでは測定方法を詳述することにより、これら妨害要因によるデータの質の差異を極力取り除くことを目的としている。測定値の誤差は、本マニュアルに示した方法による測定値を標準として、相対的に定義される。

フィルタ上に捕集された試料は、精密天秤による質量測定後、引き続き物理的または化学的分析に供することができるが、化学種によっては採取中に何らかの変質を受けているおそれのある成分も存在していることから、測定あるいは測定値の評価にあたっては十分な注意が必要である。

PM_{2.5} 中の化学成分測定方法については別途マニュアルに記述することとする。

2. 測定の概要

環境大気中に浮遊する粒子状物質を、導入口から一定の実流量で吸引し、分粒装置を用いて微小粒子状物質(PM_{2.5})の粒子を分粒してフィルタ上に捕集し、その質量濃度を測定する方法である。採取装置には PM_{2.5} ロウボリウムエアサンプラを用い、分粒装置の設計流量にて採取を行う。採取時間は 24±1 時間とする。採取した PM_{2.5} の質量濃度は恒温、恒湿の下でフィルタを恒量化(以降コンディショニングと表記)し、採取前後の重量差を求め、その値を試料大気吸引量で除することにより求める。

本法では、米国 FRM に規定(PM_{2.5})されている分粒装置もしくはこれと同等の分粒特性を持つ分粒装置を装着した PM_{2.5} ロウボリウムエアサンプラを用いて大気採取を行い、感度 1 μg の精密天秤を使用して秤量を行った場合の定量下限値を 2 μg/m³(±0.2 μg/m³)とする。定量の上限に関しては試料採取時のフィルタの圧力損失の増大等による流量制御の維持範囲内となるが、少なくとも 200 μg/m³ の測定ができる必要がある。

3. 用語の定義

(1) 粒径

粒子の大きさを、空気動力学的挙動が等価な比重 1.0 の球形粒子の直径で表したものを。

(2) 分粒

粒子を所定の粒径を境にして大きな粒子と小さな粒子とに分離すること。

(3)分粒径

分粒装置を通過する粒子の割合で表す粒径。例えば、同一粒径の粒子状物質が80%通過する場合、80%分粒径という。

(4)PM₁₀

大気中に浮遊する粒子状物質の内、粒径10 μm で50%分粒された小粒径側の粒子状物質をいう。

(5)PM_{2.5}

大気中に浮遊する粒子状物質の内、粒径2.5 μm で50%分粒された小粒径側の粒子状物質をいう(図4.1-1に示した空気動力的分粒特性を持つもの。)

(6)分粒装置

粒子を所定の分粒径に分離する装置

①インパクト方式(慣性衝突型)

鉛直下方に向けた試料空気の噴出ノズルと、これに直角に配置した衝突板からなる構造で、噴出ノズルよりの鉛直方向の気流が、衝突板にあたることによって水平方向に曲がる際に、慣性力により衝突板に衝突する粗大粒子と気流に乗って水平方向に曲がる微小粒子に分離する装置(図4.1-2参照)。

②サイクロン方式(遠心分離型)

円筒部、円すい部、粒子溜めからなる構造で空気流が本体内部で(螺)旋状に回転する構造で、この旋回流による遠心力により粗大粒子は壁面に押しつけられ、粒子溜めに捕集され、微小粒子は気流に乗って通過するもの(図4.1-3参照)。

③バーチャルインパクト方式(仮想慣性衝突型)

インパクト方式における衝突板を取り去り、代わりに対向ノズルを設け、噴出ノズルから加速された粒子の中で粗大粒子は対向ノズル内を通して捕捉され、微小粒子と分離されるもの(図4.1-4参照)。

(7)実流量

採取場所で実際に吸引される大気の体積流量で、大気を採取している時の大気温度及び大気圧での体積流量。

(8)積算実流量

大気の採取を開始したときから終了までに採取した実流量の合計。

(9)質量濃度

積算実流量における、単位体積中に浮遊する粒子状物質の質量。単位は $\mu\text{g}/\text{m}^3$ で表す。

(10)清浄空気

粒子状物質をろ過材等で除去した空気。

4. 採取装置(PM_{2.5}ロウボリウムエアサンプラ)の構成

採取装置の基本構成は、図4.1-5に示すように試料大気導入口、導入管、分粒装置、フィルタ保持具、流量制御器、吸引ポンプ、表示部、記録部等からなる。その他機械的、電気的な制御系を含んでいる。また採取に当たっては大気温度、大気圧の測定が必要である。採取装置がこれら大気温度、大気圧の計測器を装備していない場合は、採取場所における大気温度、大気圧等の気象観測データを利用すること(連続記録されていることが望ましい)。

また採取装置は通常装置全体を屋外で使用することから、外気環境からの影響を取り除くための装置保護用筐体が必要となる。なお、微小粒子状物質中には揮散しやすい成分も含まれていることから保護用筐体は、フィルタ部の温度が外気温に比べて $\pm 5^{\circ}\text{C}$ 程度の差に収まるような構造(ファンなどにより外気を筐体内部に導入～循環～排気する構造など)とする。

試料大気導入口より粒子捕集部までは鉛直線状に構成されるものとし、試料大気導入管に屈曲部があってはならない。また各部の材質は測定値に影響を及ぼす物質を発生させない材質が望ましい。サンプラの性能規格として下記に示す機能と同等の性能が必要である。

- (1)吸引量及びその他必要な運転パラメータ(採取開始及び終了時刻、大気温度、大気圧など)を表示できること。
- (2)採取中の瞬時大気流量及び積算大気流量値(実流量表示ができることが望ましい)、気温等の測定値を表示及び保護用筐体内の温度を制御できること。

4.1 各部の構造

(1) 試料大気導入口

大気中に浮遊する粒子状物質を分粒装置へ導く際の粒子損失が少ない構造のものとする。また風雨等の環境条件の影響を受けず、かつ虫等の異物が入らないような構造であり、ステンレス鋼、アルミニウム合金、または陽極酸化処理アルミニウム等の耐候性の材質で作製されたもの。侵入した雨滴などが分粒装置に到達しないように雨滴捕集器を付けることが望ましい。

(2) 分粒装置

①分粒方式及び分粒特性

分粒装置は、インパクト方式、サイクロン方式またはバーチャルインパクト方式で、PM_{2.5}分粒装置については図 4.1-1 に示した空気動学的分粒特性と同等の性能を持つもの(注 1)。

例として米国 EPA で連邦標準法(Federal Reference Method (FRM))に指定されているインパクト方式分粒装置を図 4.1-2 に、連邦等価法(Federal Equivalent Method (FEM))に認定されているサイクロン方式分粒装置を図 4.1-3 に、また前二者と共に代表的な分粒装置であるバーチャルインパクト方式の例を図 4.1-4 に示した。

(注 1) PM_{2.5}分粒装置は図 4.1-1 に示した空気動学的分粒特性と同等の性能を持ち、24 時間採取において、PM_{2.5} 質量濃度が定量可能となる吸引流量であればよく、分粒特性の同等性が確認できれば例に示した装置以外のものを用いて良い。ここで同等とは、50%分粒径が 2.5 μm ± 0.2 μm, 80%分粒径に対する 20%分粒径の比で規定する傾きが 1.5 以下の性能を持つものをいう。

②材質

分粒装置は内面が滑らかなものであって、測定値に影響を及ぼす物質を発生させない材質が望ましく、ステンレス鋼、アルミニウム合金、または陽極酸化処理アルミニウム製などとする。

③インパクト方式を用いる場合の消耗品

インパクト方式分粒装置を使用する際には、一旦分離された粗大粒子の再飛散を防止するためにインパクト部にオイルをしみ込ませたフィルタを装着する必要がある。このインパクト用フィルタ及びオイルは、以下に示す規格のものを用いる。

＜インパクト用フィルタの規格＞

- サイズ : 直径 35～37mm の円形(WINS インパクトを用いる場合)
- 材質 : ホウケイ酸ガラス繊維製で他の成分を含まないこと
- ポアサイズ : 1～1.5 μm
- 厚さ : 300～500 μm

＜インパクト用オイルの規格＞

成分	テトラメチルテトラフェニルト リシロキサ*	セバシン酸ジオクチル(DOS)
蒸気圧(25℃)	2×10 ⁻⁸ mmHg 以下	1×10 ⁻⁷ mmHg 以下
粘度(40℃)	24 cSt	27 cSt
密度	1.1 g/cm ³	0.92 g/cm ³
添加量	1 ±0.1ml (WINSインパクトを用いる場合)	

*測定環境が低温高湿度であると、テトラメチルテトラフェニルトリシロキサを用いた場合、凝結もしくは結晶化がみられる場合がある。測定に際してはどちらのオイルを使用したかを記録する。

④分粒装置の清掃

分粒装置は、採取時間と共に分粒特性が変化したり、また粗大粒子捕集部の粒子が再飛散して測定値に影響を及ぼす恐れがあることから、1～2週間に1回程度分粒装置内部の清掃を行う。インパクト方式を用いている場合は、オイル含浸フィルタも交換する。なお清掃は、柔らかい布、紙、またこれらに純水を染み込ませたもの等で内面の汚れを落とす。この際、内面を傷付けないように注意する。インパクトのオイルや純水では取り除けない汚れにはエタノール、アセトン等を用いるが、これら溶剤がパッキン等と接触しないように注意する。清掃後は十分に乾燥させてから組み立てる。インパクト方式では、インパクト用フィルタをセットしてからスポイト等でインパクト用オイルを規定量滴下する。

(3) 試料大気導入管

分粒装置よりフィルタ保持部までの間をつなぐ管。試料大気導入管は鉛直の直管を用いること。微小粒子(PM_{2.5})の物理的、化学的性状を変化させることなく粒子捕集部まで導入できることが必要である。

①材質

試料大気導入管は内面が滑らかなものであって測定値に影響を及ぼす物質を発生させない材質が望ましく、ステンレス鋼、アルミニウム合金、または陽極酸化処理アルミニウム製などとする。

②試料大気導入管の清掃

管の内側の汚れの進行は粒子状物質の管壁への付着率を高め、測定精度を低下させるため定期的に清掃する。管の汚れ具合はその地域の粒子状物質の濃度によっても異なるため清掃頻度は一律には決められないが、通常は年に1～2回の清掃が必要である。

清掃は、純水を染み込ませた柔らかい布、紙等で内面の汚れを落とすが、内壁を傷つけないように注意する。純水では汚れが十分に取り除けない場合はエタノール、アセトン等を用いるが、これら溶剤がパッキン等と接触しないように注意する。清掃後は十分に乾燥させてから組み立てる。

(4) フィルタ保持部

①フィルタホルダ

フィルタホルダは、フィルタを容易に交換でき、かつフィルタの破損及び空気漏れを生じさせない構造とする。

(a)フレーム：材質は、耐蝕性のものとし、フィルタの捕集有効面積がフィルタ面積の7割程度確保されるものが望ましい。

(b)ネット：フィルタに通気した際、気流によってフィルタが破損しないように保持できる強度を有し、かつフィルタに不純物を付与しないよう耐食性の素材で作られている必要がある。

(c)パッキン：空気漏れを生じさせないため必要に応じて用いる。フィルタに直接接触することから、フィルタに不純物を付与しない素材で作られている必要がある。通常ポリテトラフルオロエチレン(以降「PTFE」と表記)製のものを用いる。

②締め付け具

フィルタホルダを装着した際、破損及び空気漏れを生じない構造で、耐食性の素材で作られている必要がある。

フィルタ保持部の例を図4.1-6に示す。

(5) 流量制御器

PM_{2.5}の測定に当たっては、試料大気中の粒子状物質に対する分粒特性が常に一定に保たれている必要があり、フィルタの圧力損失の変化に関わらず、常に分粒装置に導入される大気流量は、分粒装置の設計流量に対して24時間の流量変動で±4%以内に保つよう制御できなければならない。流量の制御には一般に質量流量計(マスフローメーター)を用いた質量流量制

御器(マスフローコントローラ)が使用されているが、流量制御も実流量で行われるべきものであり、採取時の大気温度、大気圧を用いたフィードバック制御による実流量制御が実行できることが望ましい。マスフローコントローラ単体による制御を行う機種の場合、質量流量値の出力設定条件(20℃,1気圧又は0℃,1気圧が多く用いられている)が、使用する分粒装置の設計条件(20℃,1気圧が一般的)と一致していることが必要であり、特に分粒装置を交換する時などには確認する必要がある。

マスフローコントローラ単体による流量制御を行う機種は、分粒装置がその分粒特性を保つために必要な各大気温度における流量に対して、数%の誤差を生じる場合がある。採取に用いる分粒装置が各大気温度において要求する実流量を求め、マスフローコントローラ単体の実流量(マスフローコントローラの出力値(設定条件による値)を採取時の大気温度、大気圧を用いて実流量に換算した値)との差の割合を含んだ変動幅が、分粒装置の設計流量の±5%以下となるように注意すること。例としてWINSインパクトの各温度における許容誤差を表4.1-1に示した。

表 4.1-1 WINS インパクトの各温度における許容誤差

大気温度(℃)	25℃,1atmにて 16.7L/minに設定され たマスフローコントロー ラの実吸引流量	吸引流量の許 容誤差
-20	14.2	-2%~+8%
-15	14.4	-2%~+8%
-10	14.7	-2%~+8%
-5	15.0	-3%~+7%
0	15.3	-3%~+7%
5	15.6	-4%~+6%
10	15.8	-4%~+6%
15	16.1	-4%~+6%
20	16.4	±5%
25	16.7	±5%
30	16.9	±5%
35	17.2	-6%~+4%
40	17.5	-6%~+4%

*マスフローコントローラの出力信号(現状の制御流量表示)は実際の大気温度には無関係に16.7(L/min)を中心にした値を示すが、その変動幅の割合から可否を判断する。
気圧は1気圧にて変化しないものとした。

また、流量制御器は規定どおりに動作させたとき、-30kPaの圧力においても制御できる必要がある。

(6) 吸引ポンプ

吸引ポンプは偏心ロータリーポンプ、ダイヤフラムポンプなど測定条件に対して十分に真空度及び流量が大きいもの(分粒装置の設計流量の1.5倍以上を目安とし、-30kPa程度の吸引圧力をもつもの)でかつ脈動が少ないことが必要である。長期間の測定に十分耐な耐久性を持ち、また測定周辺の環境を考慮し騒音レベルの低いものを装備する。

(7) 表示部・記録部

採取開始及び終了日時と採取時間、採取中の瞬時流量及び積算流量(瞬時実流量及び積算実流量が表示できることが望ましい)、温度などを表示、記録または外部出力する機能を有する必要がある(記録は一定間隔毎でも良い)。また、サンプリングの中断などの異常が生じた場合の表示、記録ができるものとする。

(8) 温度計

大気吸引時の温度(℃)を測定できかつ採取中に測定値を表示、記録できるものを使用する。

(9) その他

採取開始及び終了の自動ON/OFF機能を備えていると便利である。ただし待機状態あるいは採取終了後であっても、フィルタ部の温度が外気温度に対して±5℃以内に保てる機能を有する必要がある。

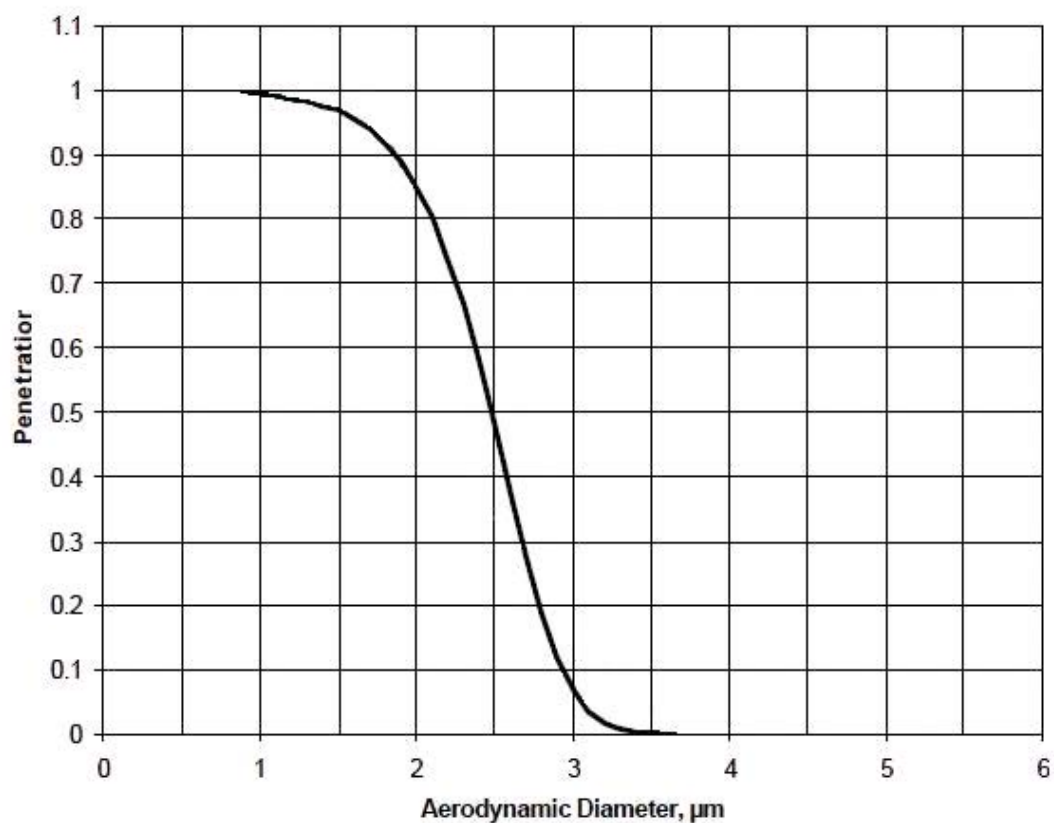


図 4.1-1 PM_{2.5}分粒装置の通過率特性
 米国 EPA 連邦標準法 (FRM :Federal Reference Method)
 WINS (Well Impactor Ninety-Six) インパクトタ

Evaluation of PM_{2.5} Chemical Speciation Samplers for Use in the EPA
 National PM_{2.5} Chemical Speciation Network Volume I – Introduction,
 Results, and Conclusions Final Report 15 July 2000 より転載

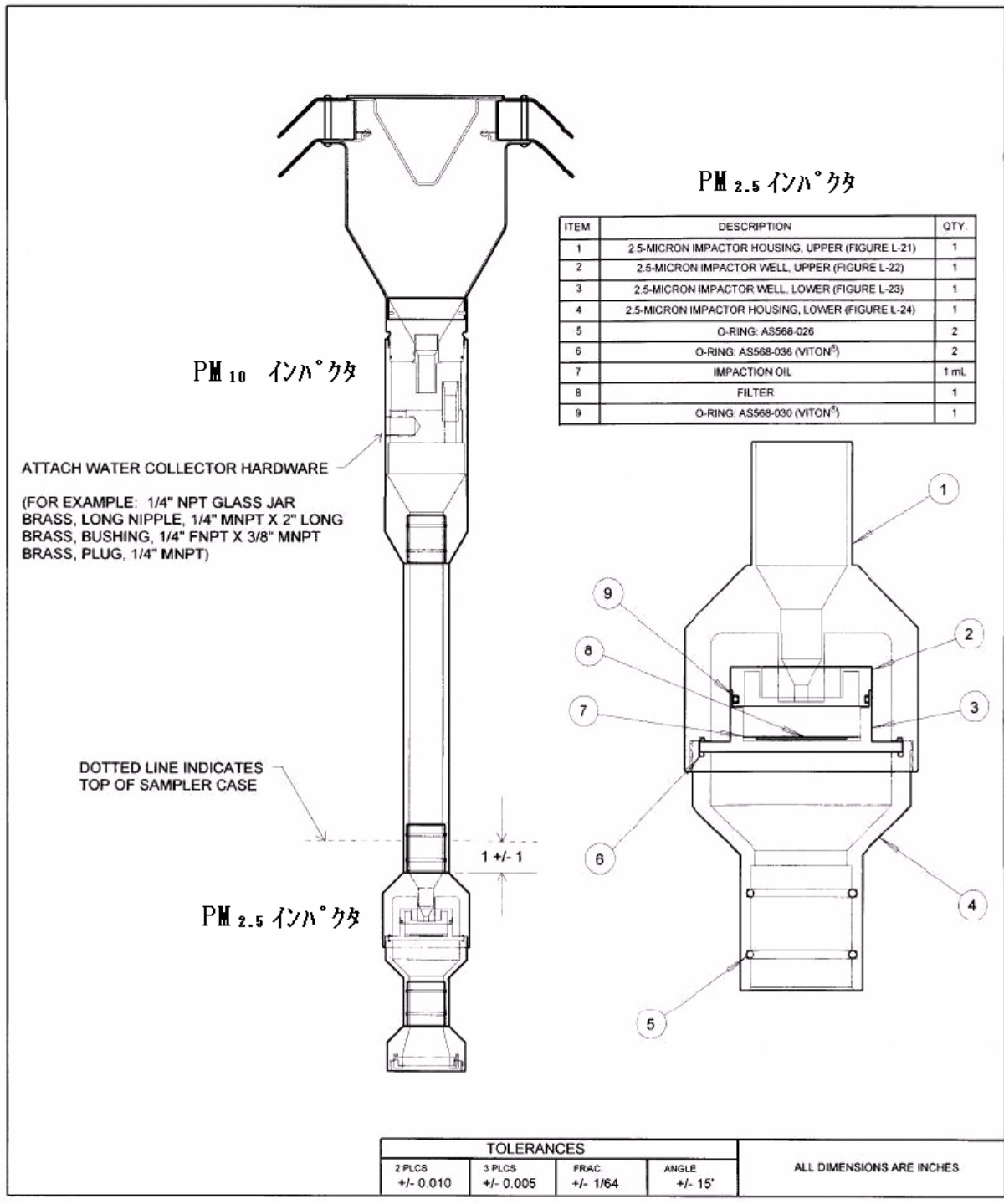


図 4.1-2 米国 EPA 連邦標準法 (FRM) に指定されている
PM_{2.5} 分粒装置 (WINS インパクト 設定流量: 16.7L/min)

Federal Register Vol. 62, No. 138/ Appendix L より転載

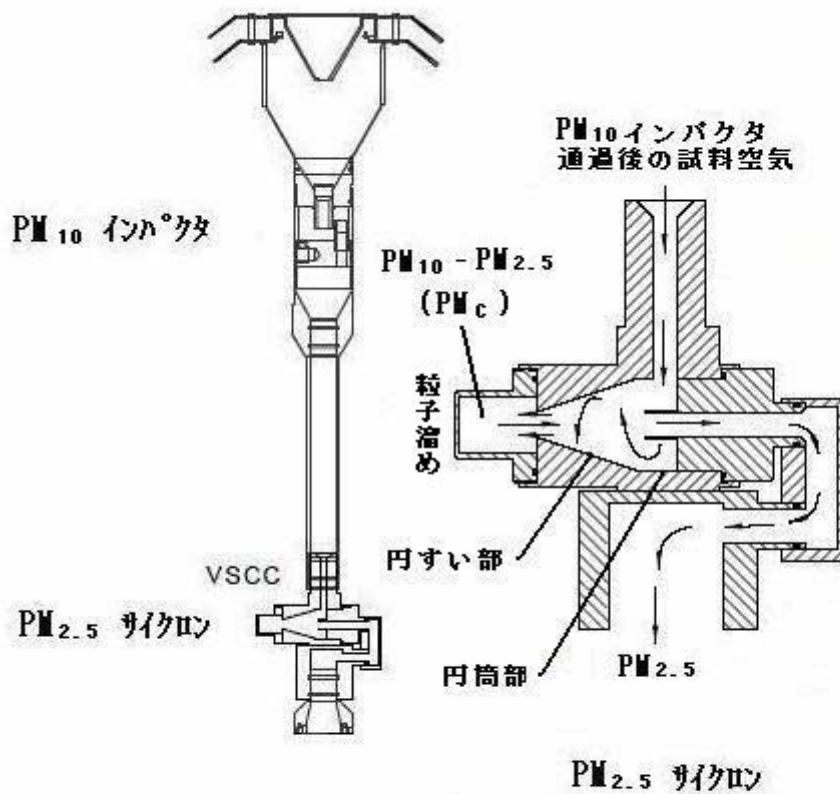


図 4.1-3 米国 EPA 連邦等価法 (FEM) に認定されている
 $PM_{2.5}$ 分粒装置 (VSCC: Very Sharp Cut Cyclone、設定流量: 16.7L/min)

VERY SHARP CUT CYCLONE™ VSCC™
 INSTRUCTIONS FOR USE AND MAINTENANCE
 BGI, INC. © April 2002 Version 1.3 より転載

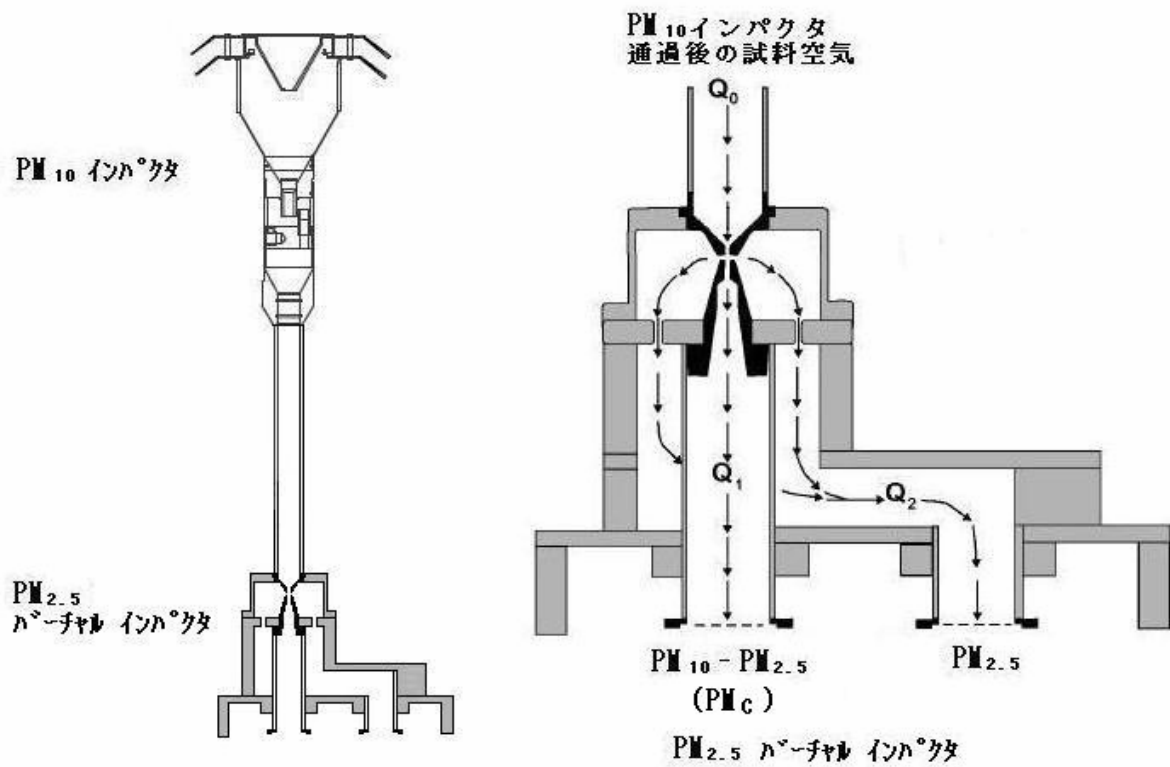


図 4.1-4 バーチャルインパクタの概要図
 設定流量例 Q_0 : 16.7 L/min, Q_1 : 1.7 L/min, Q_2 : 15.0 L/min

Air Quality Criteria for Particulate Matter Volume I of II,
 October 2004 EPA/600/P-99/002Af より転載

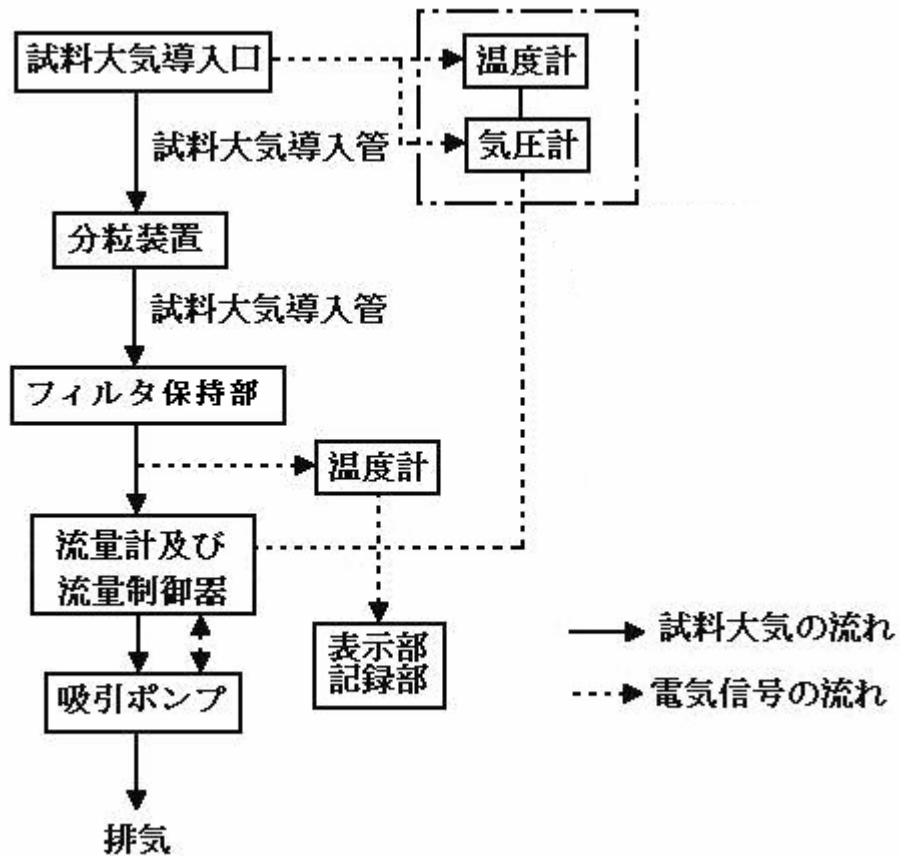


図 4.1-5 採取装置 (PM_{2.5} ロウポリウムエアサンプラ) の基本構成

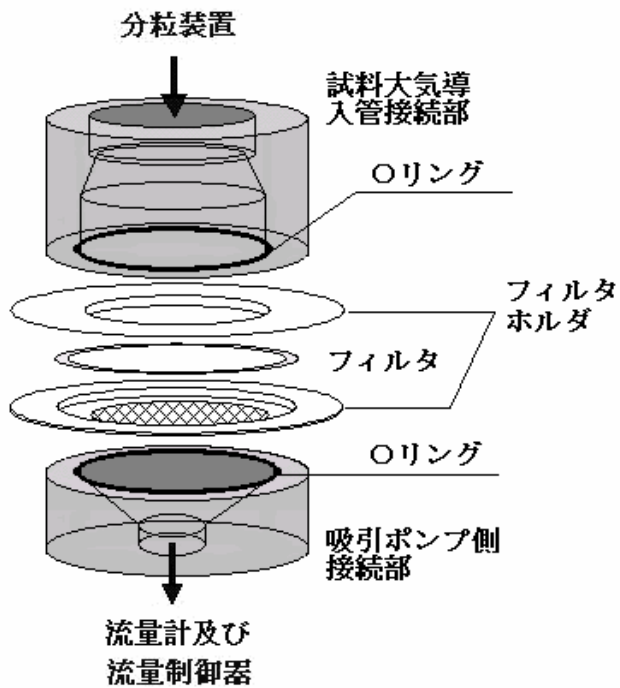


図 4.1-6 フィルタ保持部の例

5. フィルタ

5.1 PM_{2.5}の質量濃度測定に用いるフィルタに要求される性能

- (1) 粒径 0.3 μm の空気動学的粒子に対して 99.7%以上の捕集効率を有すること。
- (2) (1)の条件を満たすもののなかで、できるだけ圧力損失が少ないこと。吸引流量 16.7L/minにて清浄空気を流したときの圧力損失は 30cmAq 以内が望ましい。
- (3) 吸湿性が低いこと。
- (4) 帯電性が低く、試料捕集時や秤量に対する静電気の影響が少ないこと。
- (5) 化学的な反応性が少ないこと。
- (6) 取扱上十分な強度を持つこと。
- (7) 質量安定性が良いこと。

米国では Federal Register 40 CFR Part 50 Appendix L において円形のサポートリングを有する PTFE 製フィルタの使用が規定されている。

PTFE 製フィルタは帯電性が高いため静電気の除去が必要であり、また酸性ガスの吸着も無視できないが、石英繊維製フィルタ等と比較してフィルタ質量は少なく吸湿性が低いなどの点から用いられている。なお現在市販されているサポートリング付き PTFE 製フィルタには、サポートリングに吸湿性の高い材質が使用されているものもあるので留意すること(但し本マニュアルに示す秤量操作に従う限りにおいては、問題は生じない)。

6. フィルタの秤量及び PM_{2.5}の採取

6.1 装置及び器具

(1) 精密天秤

±1 μg の読み取りが可能な精密天秤 (注 2)。設置時及び使用前には必ずトレーサビリティの取れている標準分銅を用いて校正を行うこと。

(2) フィルタの恒量室及び秤量室

温度 21.5±1.5°C、相対湿度 50±5%(注 3) に保たれた恒温、恒湿の部屋(恒量室：以降コンディショニングルームと表記)であること。測定用天秤及びフィルタは同一の環境条件下にあること。

(3) 採取装置 (PM_{2.5} ロウポリウムエアサンプラ)

4 節を参照

(4) フィルタ

5 節を参照

6.2 採取前のフィルタの準備

(1) フィルタのナンバリング

スタンプ用のインク等が秤量や成分分析に影響を及ぼさない場合には、ナンバリングスタンプ等を用いてフィルタの粉じん捕集面の裏側に番号を記入する。また、ブランク用のフィルタにも同様に番号を記入する。試料採取や秤量に影響を及ぼすものと考えられる場合には、フィルタ収納用容器に番号等を記入する (注 4)。

(2) ブランク用フィルタの準備

① ラボブランク

フィルタの秤量値は、微妙な環境の変動により変化するおそれがある。このため、実験室内には必ず同一ロットの参照用フィルタとしてラボブランク用フィルタを 3 枚以上保管しておき、試料フィルタと同時にラボブランク用フィルタの秤量を行い、秤量値の補正を行う。詳細は 6.4 に示す。

② トラベルブランク

トラベルブランクは輸送や保管等による汚染の確認に用いる。詳細は 7.2 に示す。

試料採取場所におけるトラベルブランクの取り扱い、以下のとおりとする。

トラベルブランクは試料フィルタとまったく同様に輸送する。用意したトラベルブランクフィルタは採取に用いるフィルタの装着作業の間、すべて開封すること。フィルタの装着作業が終了したら、トラベルブランクフィルタは再び密封する。またフィルタの回収作業においても同様の操作を行う。すなわちフィルタの回収作業の間は、用意したすべてのトラベルブランクフィルタを再び開封し、フィルタの回収作業が終了したら、再度密封すること。フィルタが静電気を帯びていると開封時に汚染されやすいため、フィルタの取扱いはできるだけ清浄雰囲気で行うことが望ましい。また近年は携帯型の除電器も市販されているので適宜活用されたい。

トラベルブランク用フィルタは一定の割合で確保する必要がある。調査地域、時期、輸送方法などについて同等と見なせる一連の試料採取において、準備するフィルタの10%程度の頻度で、少なくとも3枚以上を確保する。トラベルブランク用フィルタは採取用と同一ロットのものをを用いること。

(3) フィルタの秤量（採取前秤量）

フィルタは温度 $21.5 \pm 1.5^\circ\text{C}$ 、相対湿度 $50 \pm 5\%$ に保たれたコンディショニングルームに24時間以上放置した後、トレーサビリティの取れている標準分銅を用いて校正を行った感度 $1 \mu\text{g}$ を有する精密天秤を用いて秤量する（注3,5）。

秤量に際しては、天秤の窓を閉めた状態で天秤が安定していることを確認後（フィルタを置かない状態で、指示値が0で安定していること。）、フィルタを置いて窓を閉め、指示値が安定するまで待って $1 \mu\text{g}$ の単位まで秤量する。秤量値を記録後フィルタを取り除き窓を閉め、指示値が0になることを確認する。指示値が0に戻らない場合その秤量値は破棄し、再度同様な操作をくり返し、秤量後の指示値が0に戻ったときの値を1回目の秤量値として記録する。上記操作を再度行い、2回の秤量値の差が $\pm 3 \mu\text{g}$ 以内（感度 $10 \mu\text{g}$ 天秤を用いている場合は $20 \mu\text{g}$ 以内）になるまで秤量を繰り返す。秤量値は2回の秤量の算術平均値とする。

秤量の順番は、ラボブランク用フィルタ、サンプルフィルタ、トラベルブランク用フィルタ（確保している場合）の順番で秤量する。この際、秤量開始時間、終了時間、室温、湿度を記録する。秤量の終了したフィルタはフィルタ収納用容器に入れ、さらにチャック付きのポリ袋等に入れた状態にて使用（輸送開始）までコンディショニングルームにて保管する。

ラボブランク用フィルタ、トラベルブランク用フィルタについても、全く同様に取り扱うこと。ラボブランク用フィルタは、採取後のフィルタのコンディショニングの開始まで、そのままコンディショニングルームに保管しておく。

採取前秤量は、採取実施予定日の1ヶ月前以内に実施することが望ましい。

(4) フィルタホルダへのフィルタの装着

フィルタの装着の前に、フィルタホルダのフィルタと接触する部分や、大気が通過する部分の周辺をエタノールを湿らせたガーゼ等で洗浄し、汚れがないことを確認する。次に洗浄に用いたエタノールを完全に除去した後、フィルタを装着しフィルタ番号を記録する（注4）。

6.3 $\text{PM}_{2.5}$ の採取

(1) 採取装置の設置にあたっては、試料大気導入口が設置面等から舞い上がる粉じんの影響を受けないように注意し、水平な状態に設置する。試料大気導入口の高さは、地上3m以上10m以下とする。但し地上より10m以下では地域代表性が得られないと判断される場合は、30mを超えない範囲で実態に応じた適切な高さを設定する。また試料大気導入口より粒子捕集部までの最大長さは5m以下とし、 $\text{PM}_{2.5}$ 分粒装置出口より粒子捕集部までの最大長さは1.5m未満とする。周辺に他の試料空気導入口や採取装置その他設置物等がある場合は、それら設置物より1m以上離して設置することが望ましい。

(2) 試料採取口（又は分粒装置）から吸引ポンプまでの流量制御回路（バイパス回路）を含む試料採取系について漏れ試験を実施する。漏れ試験の実施方法については使用する採取装置により異なることから、使用する装置のマニュアルに従って実施する。一連の試料採取の初め

には必ず実施すること。1ヶ月毎に確認することが望ましい。

(3)前秤量済みのフィルタを装着したフィルタホルダを、空気漏れが生じないように固定する。装着したフィルタの番号を記録する。

(4)大気吸引流量を分粒装置の設計流量に設定し、その他必要な測定条件パラメータの設定、確認及び記録を行う。また、試料採取地点の気象要素（気温、湿度、大気圧、天候等(周辺にて風向風速の観測が行われている場合は参考として記録を入手すると良い)、周辺の状況等の必要事項を記録する。

(5)試料大気の採取を開始し、採取開始時刻を記録する。採取時間は 24 ± 1 時間を原則とする。稼働が安定した段階で採取装置の作動状況についての確認を行う。なお、作動状況についての各種パラメータ（吸引実流量、フィルタ部温度など）について記録を行い、試料採取中の状態が把握できるようにする。

(6)採取終了後、終了時刻を記録し、積算流量(積算実流量) ($V \cdot m^3$) 及び各種パラメータについて記録する。実流量、積算実流量等の表示能力を持たない機器にあつては、分粒装置の設計条件(温度、気圧)における積算流量として記録すると共に、採取期間中の気象観測機器の記録(気温、気圧の毎正時値)を入手する。

(7)フィルタホルダから採取済みのフィルタを取り外し、フィルタ用収納容器に入れる。この時フィルタの表と裏を観察し、試料空気の漏れがないことを確認する。フィルタ用収納容器を遮光し、さらにチャック付きのポリ袋等に入れ、冷暗状態が保てる方法で、できるだけ速やかに運搬する（注4）。

運搬後は、採取後のフィルタのコンディショニングの開始まで、 $4^{\circ}C$ 以下で冷暗保管する。フィルタホルダはフィルタの装着時と同様にエタノールを湿らせたガーゼ等で洗浄する。

6.4 試料採取後のフィルタの秤量

採取後のフィルタは、6.1 装置及び器具、6.2(3)フィルタの秤量（採取前秤量）と同一条件、操作にて実施する。コンディショニングルームにて保管していたラボブランク用フィルタ、トラベルブランク用フィルタについても、同時に秤量操作を開始する。採取前後の秤量は同一の天秤を用いる。また可能な限り同一測定者が秤量する（注6）。

ラボブランク用フィルタ(3枚以上)について、採取後秤量値と採取前秤量値の差の算術平均値を求める。次に個々の試料について採取後秤量値と採取前秤量値の差を求め、先に求めたラボブランク用フィルタの算術平均値の割合(%)を算出する。

$$\frac{WL}{(W_e - W_b)} \times 100$$

W_e : 採取後のフィルタの質量 (μg)

W_b : 採取前のフィルタの質量 (μg)

WL : ラボブランク用フィルタ(3枚以上)の(採取後秤量値—採取前秤量値)の算術平均値。

この割合が $\pm 10\%$ を上回っている場合、以後の操作を中断し原因を調査し処置を行う。

(注2) 感度 $1 \mu g$ の天秤を備えていない場合の過渡的な措置として、感度 $10 \mu g$ を有する天秤を用いて秤量してもよい。ただし、この場合使用した天秤の性能について明記しなければならない。

(注3) 秤量（質量濃度）結果には秤量条件を必ず記載すること。温度 $21.5 \pm 1.5^{\circ}C$ 、相対湿度 $35 \pm 5\%$ の条件におけるフィルタのコンディショニング及び秤量を実施しても良い。

(注4) フィルタの取り扱いにおいては、手袋やピンセットなどを使用して直接手で触れないよう注意する。

(注5) PTFE製フィルタは、静電気を帯びることがあるので、質量測定に際してフィルタの静電気を放電させる。例えば、フィルタ秤量用天秤に $3.7MBq$ 以下の密封線源(^{210}Po あるいは ^{241}Am 等)を置くか、またはイオナイザ搭載型の精密天秤を用いることにより静電気の除去が可能となる。

(注 6) 試料採取後のフィルタの秤量は、原則として採取後 10 日以内に行う。10 日以内に秤量ができない場合においては、採取後 30 日以内には秤量を行わなければならない。

7. 質量濃度の算出

7.1 質量濃度算出方法

試料採取前後のフィルタの質量及び積算実流量から、次式により PM_{2.5}の質量濃度 C (μg/m³) を算出する (注 3,7)。

ただし、試料採取中に分粒装置の設計流量より±10%以上超過した場合には欠測扱いとする。また、規定流量より±5%以上超過が 5 分以上続いた場合には、測定結果は参考値として扱い、その理由を明示しなければならない。

$$C = \frac{(W_e - W_b - W_L)}{V}$$

C : PM_{2.5}の質量濃度 (μg/m³)

W_e : 採取後のフィルタの質量 (μg)

W_b : 採取前のフィルタの質量 (μg)

W_L : ラボブランク用フィルタ(3枚以上)の(採取後秤量値—採取前秤量値)の算術平均値。

V : 積算実流量 (m³)

7.2 トラベルブランクの扱い

トラベルブランク用フィルタのそれぞれについて(W_e—W_b—W_L)を算出し、それらの算術平均値を求める。個々の試料濃度 C に対してトラベルブランク濃度 C (算出に用いる吸引大気量 V は個々の試料の実流量とする)を求めたとき、トラベルブランク濃度 C が正の値であり、試料濃度の値の 10%を上回っている場合、その試料については、採取操作、輸送等において汚染されたものとして原則として欠測扱いとすると共に原因の調査、改善を行う。必要に応じてこれらの測定値を用いる場合は参考値扱いとし、備考等に理由を記載する。

$$\frac{\overline{LB_c}}{S_c} \times 100$$

$\overline{LB_c}$: トラベルブランクフィルタ(3枚以上)の平均濃度 (μg/m³)

S_c : 個々の試料濃度 (μg/m³)

*濃度の算出に用いる吸引大気量 V (m³) は個々の試料の実流量とする

(注 7) 積算実流量等の表示能力を持たない機器にあつては、採取期間中の直近の気象観測の記録(気温、気圧の毎正時の値)から採取期間中の平均値を算出し、実流量への換算を行う。

「積算実流量」と「分粒装置設計条件の積算流量」の関係は次式で表される。

$$V = V' * \frac{(273 + T)}{(273 + T')} * \frac{P'}{P}$$

V : 積算実流量 (m³)

V' : 設計条件における積算流量 (m³)

T : 採取場所の採取期間平均温度(°C)

T' : 設計条件における気温(°C)

P : 採取場所の採取期間平均気圧(hPa)

P' : 設計条件における気圧(hPa)

8. 流量校正

PM_{2.5}の測定に当たっては、試料大気中の粒子状物質に対する分粒特性が常に一定に保たれている必要があり、フィルタの圧力損失の変化に関わらず、常に分粒装置に導入される大気流量は、分粒装置の設計流量に対して24時間の流量変動で±4%以内に保つよう制御できなければならない。採取装置の流量計及び流量制御器には様々なタイプがあるため、具体的手順はそれぞれの操作マニュアルにしたがうものとするが、以下の内容を基本として実施する必要がある。

(1) 流量計の清掃と校正

流量計は定期的に指示値の点検、調整を行う。流量指示値は基準流量計に対して±2%以内でなければならない。これを超えている場合には、校正済み流量計との交換、もしくは清掃、調整(校正)、修理等を実施する。またこれ以前に点検を実施した時点からのデータについて検証を行い、個々のデータの採用の可否を判断すること。補正式による修正値、または参考値としてデータを用いる場合は必ず注釈を付け、データの信頼性について明示すること。

流量計の管内壁の汚れ、詰まりが流量の測定誤差の主原因となるため清掃は定期的を実施し、清掃、修理の他、機器の移動を実施したときも、流量校正を実施することが望ましい。流量計の校正作業、校正に用いる基準流量計については「環境大気常時監視マニュアル」を参照のこと。

(2) 実流量の確認と流量制御器の調整

試料大気導入口に校正済み流量計を接続し、実流量を測定する。実流量の表示能力を持つ機器にあっては、表示値が測定値の±5%以内であることを確認する。実流量の表示能力を持たない機器にあっては、この値を分粒装置の設計条件(気温、気圧)にて換算した流量に対して、表示流量が±5%以内であることを確認する。

この範囲を超えている場合には、流量制御器の調整、修理を行う。またこれ以前に点検を実施した時点からのデータについて検証を行い、個々のデータの採用の可否を判断すること。

補正式による修正値、または参考値としてデータを用いる場合は必ず注釈を付け、データの信頼性について明示すること。実流量の確認は1ヶ月毎の頻度で行うことが望ましい。

9. 標準作業手順(SOP_s)

9.1 SOP_sの作成

試験機関においては以下の項目について作業手順を設定しておく必要がある。この作業手順は具体的で分かりやすく、また関係者に周知徹底しておくことが必要である。

- (1) 試料採取用フィルタ等の準備、保管及び取り扱い方法
- (2) 試料採取用フィルタのコンディショニング及び秤量方法
- (3) 試料採取装置の組み立てや、機器、器具の校正、操作方法
- (4) 秤量機器の測定条件の設定、調整、校正、操作手順
- (5) 秤量室の点検及び調整
- (6) 測定操作の全工程の記録(使用するコンピュータのハード及びソフトを含む)

9.2 SOP_sの内容

測定施設の活動は、すべてSOP_sに記載された方法に従って行われることが必要である。

SOP_sは測定機関が実施する測定品質の管理と測定結果に対する保証を与えることであり、機器メーカーの性能保証とは異なることを理解した上で作成する。

SOP_sとは、誰でも、何時でも、手順が正しく行われるためのものであり、ある手順をSOP_sとするかどうかは次の2点で決まり、2点のいずれもが該当する場合には作成する。

- (1) その手順がデータの品質(精度)に重要な影響を及ぼすか。
- (2) その手順のトレーサビリティがとれているか。

SOP_sのレベルは、原則として作業者の能力レベルに合わせて作成する。

SOP_sは測定の目的、基準、測定方法、装置操作及び試験方法をカバーし、運営管理者の承

認を受けたものでなければならない。

SOPsの内容は各測定機関の実態に合わせて具体的に規定しておく必要がある。規定の具体的な内容等はマニュアルの各節に記載されている。

作成されたSOPsはできるだけ具体的に記述しておく。手順を変更するときは、その都度SOPsを改定する。

10. 報告

10.1 測定操作の記録

試料採取、秤量等測定に関する全ての操作、情報を記録し、整理・保管する。記録、管理の対象とすべき主な操作、情報の一例を表10-1に示す。

なおSOPs記載事項については、対応した記録・管理が望ましい。

表10-1 記録・管理の対象とすべき操作・情報

-
- (1)試料採取に使用する装置や器具の調整、校正及び操作
 - (2)採取用フィルタ等の準備、取り扱い及び保管の状況
 - (3)試料採取条件（採取方法、採取地点、周囲の状況、採取日時、天候、温度、湿度、気圧、等調査地点に関する詳細な各種情報）
 - (4)採取装置の校正及び操作
 - (5)秤量機器の校正及び操作
 - (6)秤量室の点検及び調整
 - (7)測定値を得るまでの各種の数値
-

10.2 精度管理に関する報告

精度管理に関する以下の情報を記録し、データと共に報告する。

- (1)SOPsに規定されていること
 - ①日常的点検、調整の記録（装置の校正等）
 - ②採取機器の測定条件の設定と結果
- (2)測定の信頼性の評価に関すること
 - ①採取機器の流量変動
 - ②秤量機器のゼロ点、感度の変動
 - ③秤量室の温度、相対湿度の変動
- (3)測定操作記録（前処理、試料採取、後処理、及び保管に関する記録）

10.3 測定結果の報告書に記載する事項

測定結果の報告書に記載する事項の一例を以下に示す。

- (1)試料採取場所
- (2)試料採取日時
- (3)試料採取時の気象条件（温度、湿度、気圧、天候）
- (4)試料採取時のフィルタ温度
- (5)実吸引流量（最大、最小、平均、変動係数）、積算実流量
- (6)試料採取装置の性能評価
- (7)測定条件（フィルタのコンディショニング条件等）
- (8)検出下限値，定量下限値
- (9)天秤の校正記録
- (10)秤量室の点検記録

(11)定量結果

(12)品質管理（QC）、品質保証（QA）の記録