

### 【3】大気中PM<sub>2.5</sub>濃度測定・分析方法に関する調査

#### (1) 調査目的

PM<sub>2.5</sub>の採取、測定に関しては未だ研究段階にある部分があり、国内外において活発な調査研究が行われている。現在米国及び欧州連合において標準測定法とされているフィルタによる質量濃度測定法についても、今後更なる改定が必要となる可能性もある。また自動測定機については、諸外国においてもいまだ標準測定法と等価な方法として認定された方法はなく研究開発段階にあるが、測定機メーカーから新たな手法による自動測定機が次々と発表されており、自動測定機の技術進展は着実に進んでいる状況にある。

本調査においては、これら国内外におけるPM<sub>2.5</sub>に関する技術動向及び規格制定動向等の情報を収集整理し、わが国において広く普及しうる標準的な計測方法とすることを前提に、平成12年度暫定マニュアル記述内容の再検討及び「大気中微小粒子状物質 (PM<sub>2.5</sub>) 成分測定暫定マニュアル」策定について検討することを目的とした。

#### (2) 測定方法マニュアルの構成・項目及び改定のポイント

PM<sub>2.5</sub>の採取や測定に用いる手法それ自体が研究途上にある現状においては、確定的な採取法や測定法は存在しない。しかしながら、わが国におけるPM<sub>2.5</sub>調査研究を促進するためには、各調査機関が現有する設備や機材、一般に流通している機器類を用いることにより比較的容易に実施でき、且つ相互の調査結果の比較評価が可能となる標準的な手法を示すことは有用である。

このような状況の中、平成12年度に作成した「自動測定機による微小粒子状物質 (PM<sub>2.5</sub>) 質量濃度測定方法暫定マニュアル」及び「フィルタによる微小粒子状物質 (PM<sub>2.5</sub>) 質量濃度測定方法暫定マニュアル」について、作成時以降に集積した知見をもとに改定の検討を行うとともに、「大気中微小粒子状物質 (PM<sub>2.5</sub>) 成分測定マニュアル」についても併せて検討を行った。

暫定マニュアルの改定・策定の検討にあたっては、PM<sub>2.5</sub>に関する国内外の調査研究成果、採取装置や自動測定機の開発状況、わが国の調査研究機関の状況等を考慮し、比較的容易に実施可能と推察され、わが国において広く普及しうると考えられる手法を記述した。

PM<sub>2.5</sub>調査研究においては、採用する採取方法や検出原理が異なれば、結果に差異を生じることが当然である。そこで、今回の改定・策定に際しては、マニュアルに記載する測定法に関する周辺情報(策定までの経緯や内包する問題点、課題、その他測定法の概要等)について整理し、測定法と合わせて提供・周知することは有効であるものと考えられる。

これらを踏まえ、今回作成するマニュアルは、一般的な測定法に関する採取・測定に関わる実操作を記述したマニュアル本体と、測定法をとりまく各種周辺情報を取りまとめた解説の2部形式とした。

##### (2. 1) 自動測定機による微小粒子状物質 (PM<sub>2.5</sub>) 質量濃度測定方法

自動測定機による微小粒子状物質 (PM<sub>2.5</sub>) 質量濃度測定方法マニュアルについては、原則として平成12年度に作成された「自動測定機による微小粒子状物質 (PM<sub>2.5</sub>) 質量濃度測定方法暫定マニュアル」を基にして修正を加えるものとし、構成及び項目についても原則として暫定マニュアルを踏襲することとした。

自動測定機によるPM<sub>2.5</sub>測定はいまだ開発途上のものであり、現段階での最新情報、今後の動向などマニュアル使用者にとって規定に関する記述以外の付属情報も重要である。このため、マニュアル本文では、マニュアルの使用者が実際に測定する際に必要な手順・方法に関する規定のみを記述し、マニュアルの各項目に対応する改定の背景や周辺情報は解説書(別冊)にまとめて記載することとした。

今回の暫定マニュアル改定の主要点について、以下に示す。

**①質量濃度算出に用いる大気流量の表示条件**

マニュアル本体の記載を標準状態積算流量(気温:20℃,気圧:1atm)より積算実流量に変更した。また変更に至る経緯、標準状態を用いた濃度表示との関係等について解説に記述した。

**②試料大気導入口の設置高さ**

平成12年度暫定マニュアルでは試料大気導入口の設置高さについての具体的な記載は行っていないが、改定において常時監視マニュアル(第4版)及び諸外国規定をもとに記述内容を改めた。

**③測定範囲**

平成12年度暫定マニュアルでは「低濃度(2 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ )から高濃度(数100 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ )」としているが、改定にあたり策定までの経緯(近年のわが国におけるPM<sub>2.5</sub>質量濃度の傾向、自動測定機における測定範囲と分解能の関係など)を解説に記述した。またフィルタ法とは採取方法や検出原理が異なるため、一般環境中での同時測定において両者の日平均値は必ずしも一致しないこと、検出原理の違いから各種自動測定機間においても差異を生じること等についてマニュアル本体及び解説に記述した。

**④校正、点検の項目と頻度、判断基準と異常時のデータ取り扱い**

平成12年度暫定マニュアルでは各種測定機の記載項目が統一されていなかったため、改定にあたり記載項目の統一を図ると共に、常時監視マニュアル(第4版)を参考に内容の見直しを行った。

マニュアルの構成及び改定ポイントについて以下に示す。

自動測定機マニュアル 構成

平成12年度 暫定マニュアル	改定版	
	マニュアル本体	マニュアル(解説)
1. はじめに	1. はじめに	1. PM <sub>2.5</sub> 自動測定機マニュアル作成の趣旨及び経緯
2. 用語の定義	2. 用語の定義	2. 用語の定義
3. 測定機の設置 3.1 試料大気の捕集系	3. 測定機の設置 3.1 試料大気の捕集系	3. 測定機の設置
4. $\beta$ 線吸収式自動測定器 4.1 測定原理 4.2 測定機の構成 4.3 各部の構造 4.4 測定機の校正 4.4.1 静的校正 4.4.2 動的試験 4.4.3 動的校正 4.4.4 空試験 4.5 測定上の注意事項 4.5.1 試料大気採取系の管理 4.6 測定上の問題点	3.2 設置 4. $\beta$ 線吸収法自動測定機 4.1 測定原理 4.2 測定機の構成 4.3 各部の構造 4.4 測定機の校正 4.4.1 静的校正 4.4.2 動的校正 4.4.3 空試験 4.5 測定上の注意事項	4. $\beta$ 線吸収法
5. TEOM (Tapered Element Oscillating Microbalance) 5.1 測定原理 5.2 測定機の構成 5.3 各部の構造 5.3.1 サンプルインレット 5.3.2 PM <sub>2.5</sub> 捕集・検出機構センサー部 5.3.3 演算・制御部 5.4 測定機の校正 5.5 測定上の注意事項 5.6 測定上の問題点	5. TEOM(Tapered Element Oscillating Microbalance) 5.1 測定原理 5.2 測定機の構成 5.3 各部の構造 5.4 測定機の校正 5.4.1 静的校正及び調整 5.4.2 動的校正 5.4.3 空試験 5.5 測定上の注意事項	5. TEOM(Tapered Element Oscillating Microbalance)法について
6. 光散乱法 6.1 測定原理 6.2 測定機の構成 6.3 各部の構造 6.4 測定機の校正 6.4.1 静的校正 6.4.2 動的校正 6.4.3 空試験 6.5 F値 6.6 測定上の注意事項 6.7 測定上の問題点	6. 光散乱法 6.1 測定原理 6.2 測定機の構成 6.3 各部の構造 6.4 測定器の校正 6.4.1 静的校正 6.4.2 動的校正 6.4.3 空試験 6.5 測定上の注意事項	6. 光散乱法について
7. 標準作業手順書 (SOPs) 7.1 SOPsの作成 7.2 SOPsの内容	7. 標準作業手順書(SOPs) 7.1 SOPsの作成 7.2 SOPsの内容	7. その他自動測定機の動向
8. 報告 8.1 測定操作の記録 8.2 精度管理に関する報告 8.3 測定結果の報告書に記載する事項	8. 報告 8.1 測定操作の記録 8.2 精度管理に関する報告 8.3 測定結果の報告書に記載する事項	8. まとめ
		9. 参考資料

## 改定のポイント

### 本体全体について

- ① 現行常時監視マニュアル等との用語の統一
- ② 図の明瞭化
- ③  $\beta$ 線、TEOM、光散乱の各項の構成の統一
- ④ 校正、点検の項目、頻度及び判断基準、異常時のデータ取り扱い等について記載

### 1. はじめに

- ① 経緯について概略を記載
- ② 積算実流量による質量濃度表示
- ③ 測定範囲の規定理由
- ④ 自動測定機とフィルタ法による24時間平均濃度には測定原理による差違を生じる可能性があることを記載

### 2. 用語の定義

- ① 用語の統一。

### 3. 測定機の設置、3.1 試料大気の捕集系

- ① 米国標準方法以外の分粒装置の記載
- ② 米国標準方法との同等性の規定
- ③ DOSオイル(インパクタオイル)の記載
- ④ 導入口の設置高さ(諸外国規定、常時監視マニュアル参考)

### 4. $\beta$ 線吸収式自動測定機

- ① テフロン製ろ紙使用時の注意事項
- ② 機器の校正法(常時監視マニュアル参考)
- ③ 流量制御の詳細記述

### 5. TEOM

- ① SES/TEOMについて補助的に記載。
- ② 機器の校正法(常時監視マニュアル参考)

### 6. 光散乱法

- ① F値の記述を動校正の項へ移動(構成を統一するため)
- ② 機器の校正法(常時監視マニュアル参考)

### 7. 標準作業手順書(SOP)

- ① 用語の変更
- ② 対象項目の追加
- ③ 作成条件②をトレーサビリティの要求に変更

### 8. 報告

- ① 報告項目の追加

## 解説書について

### 1. PM<sub>2.5</sub>自動測定器マニュアル作成の趣旨及び経緯

- ① 経緯について概略を記載
- ② 定量下限値、定量範囲設定の経緯を記載

### 2. 用語の定義について

- ① マニュアル本体記載外のもの参考として記載

### 3. 測定器の設置について

- ① 最近の諸外国の動向について記載。
- ② EU分粒装置を参考に記載。
- ③ 導入口の設置高さ、長さ、設置状態等について記載
- ④ 実流量としている経緯について記載

### 4. $\beta$ 線吸収法について

- ① 現状と課題について記載

### 5. TEOMについて

- ① 現状と課題について記載

### 6. 光散乱法について

- ① 現状と課題について記載

### 7. その他自動測定器の動向について

- ① パーチャルインパクタ機器などについて短く記述

### 8. まとめ

- ① 自動測定機器全般の課題など
- ② 比較試験結果、機器仕様比較表など掲載

### 9. 参考資料

- ① Differential TEOM, FDMS/TEOMの概略を記載

## (2. 2) フィルタによる微小粒子状物質 (PM<sub>2.5</sub>) 質量濃度測定方法

大気中微小粒子状物質 (PM<sub>2.5</sub>) 質量濃度測定方法マニュアル(フィルタ法)については、原則として平成12年度に作成された「大気中微小粒子状物質 (PM<sub>2.5</sub>) 質量濃度測定方法暫定マニュアル」を基にして修正を加えるものとし、構成及び項目についても原則として暫定マニュアルを踏襲することとした。

PM<sub>2.5</sub>測定についてはいまだ未解明な部分も多く、現段階での最新情報、今後の動向などマニュアル使用者にとって規定に関する記述以外の付属情報も重要である。このため、マニュアル本文では、マニュアルの使用者が実際に測定する際に必要な手順・方法に関する規定のみを記述し、マニュアルの各項目に対応する改定の背景や周辺情報は解説書(別冊)にまとめて記載することとした。今回の暫定マニュアル改定の主要点について、以下に示す。

### ①質量濃度算出に用いる大気流量の表示条件

マニュアル本体の記載を標準状態積算流量(気温:20℃,気圧:1atm)より積算実流量に変更した。また変更に至る経緯、標準状態を用いた濃度表示との関係等について解説に記述した。

### ②秤量条件(温度21.5±1.5℃、相対湿度50±5%)

秤量条件は平成12年度暫定マニュアルのままであるが、策定までの経緯や問題点、課題などについて解説に記述した。

### ③試料大気導入口の設置高さ

平成12年度暫定マニュアルでは設置面より試料大気導入口までの高さを2.2m以下とする記述のみであったが、改定において常時監視マニュアル(第4版)及び諸外国規定をもとに記述内容を改めた。

### ④ラボブランク、トラベルブランクの取り扱い

平成12年度暫定マニュアルではラボブランク及びトラベルブランクの取り扱いについての具体的な記載は行っていないが、改定にあたりこれらの具体的な操作法を記述した。また質量濃度算出式にラボブランク項を追加した。

### ⑤マスクロージャーモデルを用いた質量濃度結果の地域代表性検証に関する検討

測定結果についての地域代表性の検証及び異常値の判断のための一手法としてマスクロージャーモデルを用いた「質量濃度の代表性検証法」について解説に記述した。

### ⑥測定範囲

測定範囲は平成12年度暫定マニュアルのままであるが、策定までの経緯(近年のわが国におけるPM<sub>2.5</sub>質量濃度の傾向、自動測定機との整合など)を解説に記述した。また新たに許容誤差も示した。マニュアルの構成及び改定ポイントを以下に示す。

フィルタ法マニュアル 構成

平成12年度 暫定マニュアル	改定版	
	マニュアル本体	マニュアル(解説)
1. はじめに	1. はじめに	1. フィルタによるPM <sub>2.5</sub> 質量濃度測定方法マニュアル作成の趣旨及び経緯
2. 測定の概要	2. 測定の概要	
3. 用語の定義	3. 用語の定義	2. 用語の定義
4. 測定機の構成	4. 採取装置(PM <sub>2.5</sub> 採り用エアサンプラ)の構成	3. 採取装置の構成(分粒装置)
4.1 各部の構造	4.1 各部の構造	
5. フィルタ	5. フィルタ	4. フィルタ
5.1 PM <sub>2.5</sub> の質量濃度測定に用いるフィルタに要求される性能	5.1 PM <sub>2.5</sub> の質量濃度測定に用いるフィルタに要求される性能	
5.2 フィルタの規格		
6. PM <sub>2.5</sub> の捕集操作	6. フィルタの秤量及びPM <sub>2.5</sub> の採取	5. 採取操作(フィルタの秤量)
6.1 装置および器具	6.1 装置および器具	
6.2 捕集前のフィルタの準備	6.2 採取前のフィルタの準備	
6.3 PM <sub>2.5</sub> の捕集	6.3 PM <sub>2.5</sub> の採取	
6.4 捕集後のフィルタの秤量	6.4 試料採取後のフィルタの秤量	
7. 質量濃度の算出	7. 質量濃度の算出	6. 質量濃度算出に用いる大気流量と流量制御
7.1 質量濃度算出方法	7.1 質量濃度算出方法	
7.2 トラベルブランクの扱い	7.2 トラベルブランクの扱い	
8. 流量校正	8. 流量校正	7. ブランクフィルタの取り扱い
9. 標準作業手順(SOPs)	9. 標準作業手順(SOPs)	8. マスクロージャーモデルを用いた質量濃度結果の地域代表性検証に関する検討
9.1 SOPsの作成	9.1 SOPsの作成	
9.2 SOPsの内容	9.2 SOPsの内容	
10. 報告	10. 報告	9. まとめ
10.1 測定操作の記録	10.1 測定操作の記録	
10.2 精度管理に関する報告	10.2 精度管理に関する報告	10. 資料
10.3 測定結果の報告書に記載する事項	10.3 測定結果の報告書に記載する事項	11. 参考資料

改定のポイント

本体全体について

①用語の統一

1. はじめに

①経緯について概略を記載

2. 測定の概要

①汎用性を考慮して記載

②定量下限値、定量範囲、定量下限値における許容誤差を記載

3. 用語の定義

①用語の統一

4. 採取装置の構成

①外気温度、気圧の測定は、サンブラ本体が具備していなくとも、気象観測結果を用いて良しとする

②米国標準方法以外の分粒装置の記載

③米国標準方法との同等性の規定(JIS原案による)

④DOSオイル(インパクトオイル)の記載

⑤積算実流量による質量濃度表示(諸外国の動向を考慮)

⑥流量制御の詳細記述

5. フィルタ

①市販のサポートリング付きテフロンフィルタで、吸湿性の高いサポートリングがあることに注意喚起

6. PM<sub>2.5</sub>の採取操作

①標準分銅はトレーサビリティが取れていることを記載

②ラボブランクを用いたQA/QCについて記載

③24時間のコンディショニング後、2回の秤量値を行い、差が3μg以内とした

④輸送、保管法に関して記載

⑤前秤量の猶予期間を1ヶ月と記載

⑥導入口の設置高さ(諸外国規定、常時監視マニュアル参考)

⑦秤量条件の設定(諸外国、国内現状を考慮)

7. 質量濃度の算出

①濃度算出式にラボブランク項を追加

②トラベルブランクの取り扱いについて記載

③積算実流量による濃度の算出

④標準状態体積への実体積換算式を記載

8. 流量校正

①基準流量計については常時監視マニュアルを参考するよう記載

9. 標準作業手順書(SOPs)

①用語の変更

解説書について

1. PM<sub>2.5</sub>質量濃度測定方法マニュアル作成の趣旨及び経緯

①経緯について概略を記載

②定量下限値、定量範囲設定の経緯を記載

2. 用語の定義について

①マニュアル本体記載外のものを参考として記載

3. 採取装置の構成(分粒装置)について

①最近の諸外国の動向について記載

②EU分粒装置を参考に記載。

③導入口の設置高さ、長さ、設置状態等について記載

4. フィルタについて

①市販の使用可能フィルタ例を記載

5. 採取操作(フィルタの秤量)について

①秤量時の湿度条件設定の経緯について記載

②10μg感量天秤の使用について記載

6. 大気流量の表示について

①積算実流量設定の経緯について記載

7. ブランクフィルタの取り扱いについて

①有害大気汚染物質測定マニュアルに準拠していることを記載

8. マスクロージャーモデルを用いた質量濃度結果の地域代表性検証に関する検討

①マスクロージャーモデルによる地域代表制検証に関する記述

9. まとめ

①フィルター法の現状について記述

10. 資料

①秤量時の湿度条件等の違いに関する比較調査結果

②質量濃度の代表性検証法

③欧米規格の比較表

### (2.3) 大気中微小粒子状物質 (PM<sub>2.5</sub>) 成分測定

微小粒子状物質の性状、生成由来、健康影響及び濃度測定方法等の検討において、その構成成分の把握は重要である。このため、今回新たに「大気中微小粒子状物質 (PM<sub>2.5</sub>) 成分測定暫定マニュアル」を策定した。

本マニュアルは、大気中の微小粒子状物質 (PM<sub>2.5</sub>) の成分 (イオン成分、炭素成分、金属成分及び多環芳香族炭化水素成分) に関する採取及び分析を行う場合の参考として活用されることを目的とし、現段階で標準的と考えられる手法を示した。

基本として「有害大気汚染物質測定方法マニュアル」の手法が使用できるものについては、そのまま適用した。また、精度管理に関する記述は各章で共通のものとした。

イオン成分、金属成分、多環芳香族炭化水素については一般に普及している分析法を記載しているが、炭素成分については、熱分離熱分解補正法(サーマルオプテカル・リフレクタンス法)について記述した。

なお、各成分項目に対応する近年の動向情報等については、解説書(別冊)に記載することとし、解説書冒頭に「1. PM<sub>2.5</sub>成分測定マニュアル作成の趣旨」を記述した。また、各方法間に共通する内容として「データの管理及び評価」を別冊「8.共通事項(データの管理及び評価)について」として記載した。

マニュアルの構成を以下に示す。

## 第 1 章 成分測定用微小粒子状物質採取法

構成案	
マニュアル本体	マニュアル（解説）
第 1 章 成分測定用微小粒子状物質採取法 ----- 1. 概要 1.1 はじめに 1.2 用語の定義 ----- 2. 装置及び器具 2.1 各部の構造 2.1.1 試料大気導入口 2.1.2 分粒装置 2.1.3 試料大気導入管 2.1.4 デニューダ 2.1.5 フィルタ保持部 2.1.6 流量制御器 2.1.7 吸引ポンプ 2.1.8 表示部・記録部 2.1.9 温度計 2.1.10 その他 ----- 3. 試料採取 3.1 成分別フィルタの選択と準備 3.1.1 金属成分分析用フィルタ 3.1.2 イオン成分分析用フィルタ 3.1.3 炭素成分分析用フィルタ 3.1.4 多感芳香族炭化水素 (PAH) 分析用フィルタ 3.2 採取準備 3.2.1 フィルタのナンバリング 3.2.2 ブランク用フィルタの準備 3.2.3 フィルタホルダへのフィルタの装着 3.3 試料採取 3.3.1 採取装置の設置 3.3.2 試料採取 3.3.3 採取流量 3.4 流量校正 3.4.1 流量計の清掃と校正 3.4.2 実流量の確認と流量制御器の調整 ----- 4. 標準作業手順 (SOPs) 4.1 SOPsの作成 4.2 SOPsの内容 ----- 5. 報告 5.1 試料採取操作の記録 5.2 精度管理に関する報告 5.3 測定結果の報告書に記載する事項 ----- 6. 参考文献	2. 成分測定用微小粒子状物質採取法について 2.1 採取装置について 2.1.1 採取装置本体について 2.1.2 分粒装置について 2.1.3 デニューダについて 2.2 試料の採取から分析までの期間について 2.3 その他(成分の自動測定) ----- 9. 参考資料 9.1 デニューダ効果調査

### 作成上のポイント

#### 本体全体について

- ① フィルター法マニュアルとの整合を図る。
- ② 試料採取装置はフィルタ法マニュアルに準じるが、デニューダについて記述を追加した他、成分測定における注意事項を追加した。

### 解説について

#### 2. 成分測定用微小粒子状物質採取法について

- 2.1 採取装置について
  - 2.1.1 採取装置本体について
    - ① フィルター法マニュアル（解説）を元にする。
    - ② FRM以外のサンプラの紹介
  - 2.1.2 分粒装置について
    - ① インパクト以外の分粒装置の紹介
  - 2.1.3 デニューダについて
    - ① デニューダ関係の資料について以下に記載
9. 参考資料
  - 9.1 デニューダ効果調査



## 第2章 イオン成分測定方法(イオンクロマトグラフ法)

構成案	
マニュアル本体	マニュアル(解説)
第2章 イオン成分測定方法 (イオンクロマトグラフ法)	3. イオン成分測定方法(イオンクロマトグラフ法) について
1. 概要 2. 装置及び器具 2.1 前処理 2.2 分析装置 2.2.1 アニオン分析用イオンクロマトグラフ 2.2.2 カチオン分析用イオンクロマトグラフ 2.3 使用器具 3. 試薬 3.1 アニオン分析 3.2 カチオン分析	3.1 周辺機器の動向について 3.1.1 オートサプレッサ(化学的サプレッサ、電気的サプレッサ)について 3.1.2 溶離液ジェネレータについて 3.2 イオンバランスを用いた異常値判定について
4. 試験液の調製 4.1 試料フィルタのカット 4.2 試料フィルタの抽出 4.3 ブランクフィルタの抽出	
5. 試験操作 5.1 アニオン成分 5.1.1 分析条件の設定と機器の調整 5.1.2 試料の分析 5.1.3 検量線の作成 5.2 カチオン成分 5.2.1 分析条件の設定と機器の調整 5.2.2 試料の分析 5.2.3 検量線の作成	
6. 濃度の算出 6.1 対象イオンの大気濃度	
7. 精度管理 7.1 検出下限値、定量下限値の測定 7.2 操作ブランク値の測定 7.3 トラベルブランク値の測定及び測定値の補正等 7.4 2重測定 7.5 装置の感度変動 7.6 条件の検討および精度確認	
8. 参考文献	

### 作成上のポイント

#### 本体全体について

①構成の統一を図る

②精度管理に関する記述を各章で共通のものとした。  
 「有害大気汚染物質測定方法マニュアル」の考え方を  
 入れられるものについては適用した。ただし、測定方法で  
 特有のものについては、そのまま残した。

③「データの管理及び評価」は別冊又は本編の8章として  
 記載する(各方法間に共通する内容として)。

#### 2.2 分析装置

①測定装置に「送液ポンプ」「サプレッサ」を加えた。  
 「送液ポンプ」は6章PAHのHPLCと合わせた。

②分析条件例を加えた。

### 解説について

3.1 周辺機器の動向について

3.1.1 オートサプレッサ(化学的サプレッサ、電気的サ  
 プレッサ)について

①オートサプレッサの概要について記載

3.1.2 溶離液ジェネレータについて

①溶離液ジェネレータの概要について記載

3.2 イオンバランスを用いた異常値判定について

①一般環境大気試料について、試料の代表性を確認する  
 1手法としてイオンバランスを紹介

### 第3章 金属成分の多元素同時測定法(ICP/MS法)

構成案	
マニュアル本体	マニュアル(解説)
第3章 金属成分の酸分解法による多元素同時測定法(ICP/MS法)	4. 金属成分の酸分解法による多元素同時測定法(ICP/MS法)について
1. 概要	4.1 マニュアル本文記載外の分析法について
2. 装置及び器具	4.2 ICP/MSの動向について
2.1 前処理	
2.1.1 圧力容器分解装置	
2.1.2 ホットプレート	
2.2 分析装置	
2.3 使用器具	
3. 試薬	
4. 試験液の調製	
4.1 圧力容器の洗浄と確認	
4.2 試料フィルタの分解	
4.3 ブランクフィルタの分解	
5. 試験操作	
5.1 分析条件の設定と機器の調整	
5.2 試料の分析	
5.3 検量線の作成	
6. 大気濃度の算出	
7. 注意点	
8. 精度管理	
8.1 検出下限値、定量下限値の測定	
8.2 操作ブランク値の測定	
8.3 トラベルブランク値の測定及び測定値の補正等	
8.4 2重測定	
8.5 感度変動	
8.6 条件の検討及び精度確認	
9. 参考文献	

#### 作成上のポイント

##### 本体全体について

①構成の統一を図る

②精度管理に関する記述を各章で共通のものとした。「有害大気汚染物質測定方法マニュアル」の考え方を入られるものについては適用した。ただし、測定方法で特有のものについては、そのまま残した。

③「データの管理及び評価」は別冊8として記載する(各方法間に共通する内容として)。

④用語は有害大気と合わせる

⑤試料採取、秤量等の記述はこの章では不要のため削除した。

##### 1. 概要

①他の測定方法についても冒頭に言及した。

##### 2. 装置及び器具

①「加圧分解容器」を「圧力分解容器」とした(有害大気汚染物質測定方法マニュアルとの用語の整合)

②「テフロン容器をステンレス製の外容器に入れて密閉し、恒温乾燥機等に入れて加熱する方式」を加えて、「分解ロータ、コントロール部」に関する記述を削除した(有害大気汚染物質測定方法マニュアルとの整合)

③写真や装置図は特定の装置のものであるために削除した。

#### 解説について

4.1 マニュアル本文記載外の分析法について

①ICP/MS法以外の前処理を伴う想定法について、概要を記載した。

4.2 ICP/MSの動向について

①クールプラズマ法、コリジョンセル、ダイナミックリアクションセル等について概要を記載した。

## 第4章 金属成分の多元素同時測定法(エネルギー分散型蛍光X線分析法)

構成案	
マニュアル本体	マニュアル(解説)
第4章 金属成分の非破壊多元素同時測定法 (エネルギー分散型蛍光X線分析法)	5. 金属成分の非破壊分析法による多元素同時測定法(エネルギー分散型蛍光X線分析法)について
1. 概要	5.1 マニュアル本文記載外の非破壊分析法について 5.2 中性子放射化分析法(機器中性子放射化分析法)について 5.3 PIXE法について
2. 装置の構成 2.1 装置の概略 2.2 マルチチャンネルアナライザ 2.3 主増幅器 2.4 管球の電圧・電流及び測定時間	5.4 蛍光X線分析法について
3. 試料の前処理	
4. 試験操作 4.1 X線ピークの同定 4.1.1 対陰極物質の特性X線 4.1.2 コンプトン散乱 4.1.3 サムピーク 4.1.4 エスケープピーク 4.1.5 回折ピーク 4.1.6 ピーク同定 4.2 ピーク強度の求め方 4.3 ばいじん中の成分分析	
5. 濃度の算出 5.1 ピーク同定と正確な強度測定 5.2 標準試料と標準物質 5.3 測定値の補正方法 5.4 検量線法 5.5 標準添加法 5.6 内標準添加法 5.7 散乱X線内標準法 5.8 実験的補正係数法 5.9 標準物質を使わない定量分析 5.9.1 ファンダメンタルパラメータ法 5.9.2 ユニクオント 5.9.3 ユニクオントの解説 6. 測定における注意点 6.1 L線とM線について 6.2 回折ピークについて 6.3 X線管球からの散乱線について 6.4 エスケープピークとサムピークについて	
7. 精度管理 7.1 測定誤差 7.2 精度 7.3 データの較正 7.3.1 基準法 (Definitive Method) 7.3.2 実用基準法 (Reference Method) 7.3.3 日常基準法 (Field Method)	
8. 参考文献	

### 作成上のポイント

#### 本体全体について

①構成の統一を図る

#### 1. 概要

①他の測定方法についても冒頭に言及した。

### 解説について

5.1 マニュアル本文記載外の非破壊分析法について

①エネルギー分散型蛍光X線分析法の選択理由について記載。

5.2 中性子放射化分析法(機器中性子放射化分析法)について

①機器中性子放射化分析法の概要について記載

5.3 PIXE法について

①PIXE法の概要について記載

5.4 蛍光X線分析法について

①波長分散型蛍光X線分析法について概要を記載

## 第5章 炭素成分分析法 (サーマル・オブ・テカル・リフレクタンス法)

構成案	
マニュアル本体	マニュアル (解説)
第5章 炭素成分分析法 (サーマル・オブ・テカル・リフレクタンス法)	6. 炭素成分分析法 (サーマル・オブ・テカル・リフレクタンス法) について
1. 概要	6.1 サーマル・オブ・テカル・リフレクタンス(Thermal Optical Reflectance)法の採用について
1.1 はじめに 1.2 測定原理 1.3 用語の定義	9. 参考資料 9.2 炭素分析方法に関する比較
2. 装置及び器具	
2.1 分析装置 2.2 使用器具	
3. 試薬	
4. 試験操作	
4.1 分析条件の設定と機器の調整 4.2 試料の分析 4.3 機器の校正及び検量線の作成 4.3.1 校正 4.3.2 検量線の作成	
5. 濃度の算出	
6. 測定妨害事項と対策	
7. 精度管理	
7.1 検出下限値、定量下限値の測定 7.2 操作ブランク値の測定 7.3 トラベルブランク値の測定 7.4 2重測定 7.5 装置の感度変動	
8. 参考文献	

### 作成上のポイント

#### 本体全体について

- ①構成の統一を図る
- ②「DRI」、「model 2001型」及び装置特有の用語、器材、手順、資料等は削除又は変更した。
- ③「おわりに」は別冊で記載。

#### 5. 濃度の算出 (新規に記述)

#### 7. 精度管理 (新規に記述)

### 解説について

- 6.1 Thermal Optical Reflectance法の採用について
  - ①サーマル・オブ・テカル・リフレクタンス法の選択理由 (現行、熱分解法との相違点など)
  - ②まとめ(旧本体「おわりに」)の記載
  - ③炭素分析方法の比較検討資料について以下に記載
- 9. 参考資料
  - 9.2 炭素分析方法に関する比較

## 第6章 多環芳香族炭化水素分析方法 (HPLC法及びGC/MS法)

構成案	
マニュアル本体	マニュアル (解説)
第6章 多環芳香族炭化水素分析方法 (HPLC法及びGC/MS法)	
1. 概要	
2. HPLC分析法	3. GC-MS分析法
2.1 装置及び器具	3.1 装置及び器具
2.1.1 抽出器具	3.1.1 抽出器具
2.1.2 前処理装置、器具	3.1.2 前処理装置、器具
2.1.3 分析装置	3.1.3 分析装置
2.2 試薬類	3.2 試薬類
2.3 試料液の調製	3.3 試料液の調製
2.3.1 抽出	3.3.1 抽出
2.3.1(1) ソックスレー抽出	3.3.1(1) ソックスレー抽出
2.3.1(2) 超音波抽出	3.3.1(2) 超音波抽出
2.3.2 前処理	3.3.2 前処理
2.3.2(1) アルカリ処理	3.3.2(1) 固相抽出処理
2.3.2(2) 固相抽出処理	3.3.2(2) シリカゲルカラム処理
2.3.2(3) シリカゲルカラム処理	
2.4 分析操作	3.4 分析操作
2.4.1 分析条件の設定と機器の調整	3.4.1 分析条件の設定と機器の調整
2.4.2 試料の分析	3.4.2 試料の分析
2.4.3 検量線の作成	3.4.3 検量線の作成及び相対感度係数の算出
2.5 HPLCによる濃度の算出	3.5 GC-MS測定による濃度の算出
4. 精度管理	
4.1 検出下限値、定量下限値の測定	
4.2 トラベルブランク値の測定及び測定値の補正	
4.3 2重測定	
4.4 装置の感度変動	
4.5 回収率	
4.6 既知濃度試料の測定	
4.7 精度管理の概要 (フロー)	

### 作成上のポイント

#### 本体全体について

①構成の統一を図る

②精度管理に関する記述を各章で共通のものとした。「有害大気汚染物質測定方法マニュアル」の考え方を入れられるものについては適用した。ただし、測定方法で特有のものについては、そのまま残した。

③「データの管理及び評価」は別冊又は本編の8章として記載する(各方法間に共通する内容として)。

④用語は有害大気と合わせる

⑤参考資料は別冊で記載する。

#### 2 装置及び器具

①器具について重複するものは削除し、「装置及び器具」にまとめて記述した(他の章と同様の構成とした)。

②ハイボリウムエアサンプラについての記述は削除した。

### 解説について

#### 7.1 試料の抽出について

①本文「参考資料」を移動

7.1.1 ベンゼン：エタノールの使用について

①本文「参考資料」を移動

7.1.2 本文記載外の抽出法について

①本文「参考資料」を移動

7.1.3 超臨界流体抽出法

(SFE: Supercritical Fluid Extract)

①本文「参考資料」を移動

7.1.4 高速溶媒抽出法

①本文「参考資料」を移動

#### 7.2 毒性評価について

①本文「参考資料」を移動

### (3) 大気中微小粒子状物質 (PM<sub>2.5</sub>) 測定方法暫定マニュアル(改訂版)の策定

(2)の点を踏まえ、「大気中微小粒子状物質 (PM<sub>2.5</sub>) 測定方法暫定マニュアル (改訂版)」を策定した。