

第 5 章

【 1 】 成分測定用微小粒子状物質採取法

第5章
【1】 成分測定用微小粒子状物質採取法

目 次

1. 概要	1
1.1 はじめに	1
1.2 用語の定義	1
2. 装置及び器具	2
2.1 各部の構造	2
3. 試料採取	10
3.1 成分別フィルタの選択と準備	10
3.2 採取準備	12
3.3 試料採取	13
3.4 流量校正	14
4. 標準作業手順(SOPs)	15
4.1 SOPs の作成	15
4.2 SOPs の内容	15
5. 報告	15
5.1 試料採取操作の記録	15
5.2 精度管理に関する報告	15
5.3 測定結果の報告書に記載する事項	16
6. 参考文献	16

第5章

【1】 成分測定用微小粒子状物質採取法

1. 概要

本章では環境大気中に浮遊する粒子状物質のうち空気動力的特性が粒径 $2.5 \mu\text{m}$ で50%カット特性をもつ粒子状物質（以下「 $\text{PM}_{2.5}$ 」と記す）の組成(金属元素、イオン、炭素（有機炭素、無機炭素）、多環芳香族炭化水素)を把握することを目的とした、成分分析用試料の採取方法について示す。

1.1 はじめに

本章で示す採取法は、環境大気中に浮遊する粒子状物質のうち $\text{PM}_{2.5}$ を $\text{PM}_{2.5}$ ローポリウムエア サンプラを用いて、フィルタ上に採取する方法である。採取にあつては、必要によりデニューダ等で妨害ガス状成分を除去する場合もある。

採取した微小粒子状物質中の成分は別章に示す分析方法にて分析する。また成分分析と共に質量濃度の測定も行う場合は、本マニュアルと併せて「フィルタによる微小粒子状物質（ $\text{PM}_{2.5}$ ）質量濃度測定方法暫定マニュアル改定版」を参照されたい。

1.2 用語の定義

(1) 粒径

粒子の大きさを、空気動力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 80%通過する場合、80%分粒径という。

(4) PM_{10}

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

(5) $\text{PM}_{2.5}$

大気中に浮遊する粒子状物質の内、粒径 $2.5 \mu\text{m}$ で50%分粒された小粒径側の粒子状物質をいう。(図 2.1-1)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。

② サイクロン方式（遠心分離型）

円筒部、円すい部、粒子溜めからなり空気流が本体内部で（螺）旋状に旋回する構造で、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 2.1-2 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 2.1-3 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) デニューダ(拡散デニューダ)

ガス状物質と粒子状物質の分別捕集法の一つ。デニューダは微小粒子状物質($\text{PM}_{2.5}$)の分析値に影響を及ぼすおそれのあるガス状成分の除去、あるいは、粒子の二次生成の原因となるガス状成分等の濃度を測定するのに用いられる。以下にデニューダの持つ特徴について示す。

- ①デニューダはガス分子が粒子よりも速く空気中で拡散することを利用している。
- ②デニューダの形状にはハニカム形、多環形、円筒形等がある。
- ③デニューダは目的のガスを吸収する物質で製造または表面加工されており、目的ガスの種類により炭酸ナトリウム塗布デニューダ、酸化マグネシウム製デニューダ、クエン酸塗布デニューダ、XAD デニューダ、カーボンデニューダ等がある。

2. 装置及び器具

採取装置の基本構成は、図 2.1-4 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。

サンプレ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。

2.1 各部の構造

2.1.1 試料大気導入口

試料大気導入口は、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。

2.1.2 分粒装置

(1)分粒方式及び分粒特性

分粒装置は、サイクロン方式、バーチャルインパクト方式またはインパクト方式(但しオイル等を用いる湿式を除く)で、 $\text{PM}_{2.5}$ 分粒装置は図 2.1-1 に示す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 2.1-2 に、バーチャルインパクト方式の例を図 2.1-3 に示す。

(注 1) $\text{PM}_{2.5}$ 分粒装置は図 3.3.3①-2 2.1-1 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、 $\text{PM}_{2.5}$ 質量濃度が定量可能となる吸引流量であればよく、また成分分析に妨害

を及ぼすことの無い装置を選択する。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 $2.5\mu\text{m} \pm 0.2\mu\text{m}$ 、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) 分粒装置の材質

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) 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。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。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。

(4) インパクト方式を用いる場合の注意

米国 EPA で連邦標準法に指定されている WINS インパクトに代表される湿式インパクトは、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浸み込ませたフィルタを装着するため、PM_{2.5} 質量濃度測定の外に成分分析を実施する場合には不相当である。しかし濃度を参考的に把握したい場合は、オイル含浸フィルタの代わりに表面の荒いフィルタを装着することにより、ある程度オイルの代用が可能である。またインパクト部に装着したフィルタを分析することにより、PM_c(PM_{coarse} : PM_{10-2.5} で表す粗大側粒子状物質)についても、ある程度の情報が得られる利点がある。

(5) サイクロン方式について

PM_{2.5} 分粒装置にサイクロンを使用する場合、PM_c の質量濃度を測定することはできないが、除去粒子溜めに捕集された PM_c の質量測定と成分分析を行うことで、PM_c の成分割合を把握することは可能となる。

2.1.3 試料大気導入管

分粒装置からデニューダまたはフィルタ保持部までの間をつなぐ管をいう。試料大気導入管は測定機まで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、内壁を傷付けないように注意する。純水では汚れが十分に取れ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。

2.1.4 デニューダ

デニューダは PM_{2.5} の分析値に影響を及ぼすおそれのあるガス状成分の除去、あるいは反応性の高いガス状成分のみの濃度を測定するために、必要に応じてフィルタホルダの前に装着する。表 2.1-1 に用途の例を示す。

表 2.1-1 デニューダの種類と用途の例

デニューダ	用途
炭酸ナトリウム塗布デニューダ	酸性ガスの吸着
酸化マグネシウム製デニューダ	酸性ガスの吸着
クエン酸塗布デニューダ	塩基性ガスの吸着
XADデニューダ	有機炭素の吸着
カーボンデニューダ	有機炭素と塩基性ガスの吸着

2.1.5 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。複数のフィルタを装着するために2連以上のフィルタホルダを装着できる形式であってもよい。

- ① **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。
- ② **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。
- ③ **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 2.1-5 に示す。

2.1.6 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 2.1-2 に示す。

表 2.1-2 WINS インパクトの各温度における許容誤差

大気温度(°C)	25°C,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。

2.1.7 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えられる耐久性を持ち、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。

2.1.8 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、記録ができるとする。

2.1.9 温度計

大気吸引時の温度(°C)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。

2.1.10 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°C以内に保てる機能を有する必要がある。

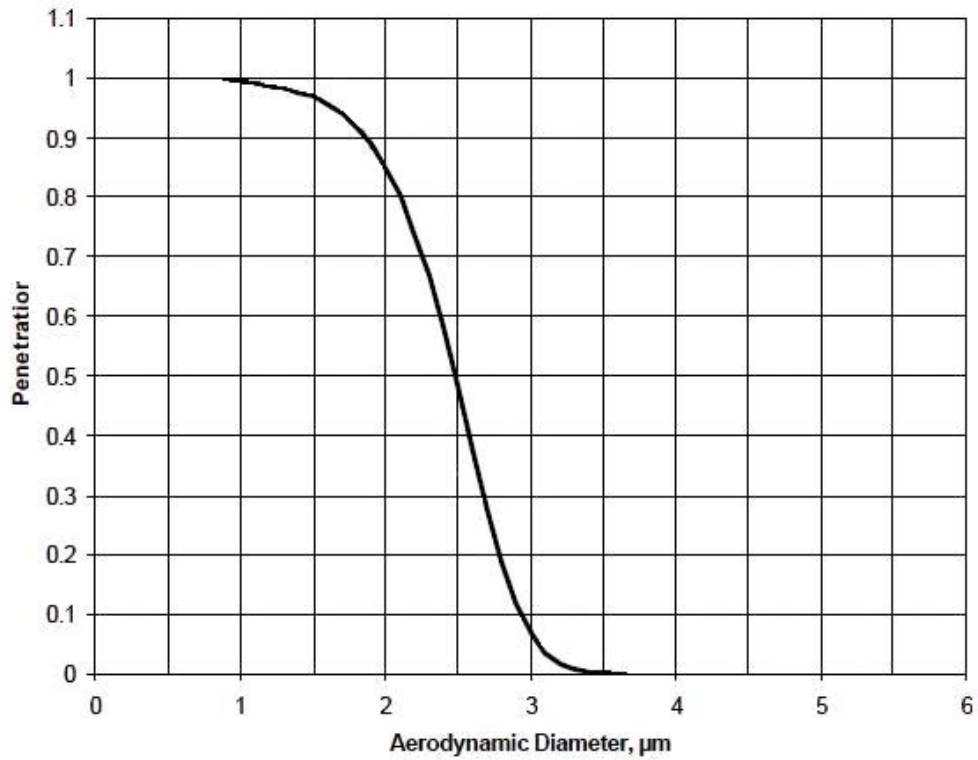


図 2.1-1 PM_{2.5}分粒装置の通過率特性
 米国 EPA 連邦標準法(FRM :Federal Reference Method)
 WINS (Well Impactor Ninety-Six) インパクトタ

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

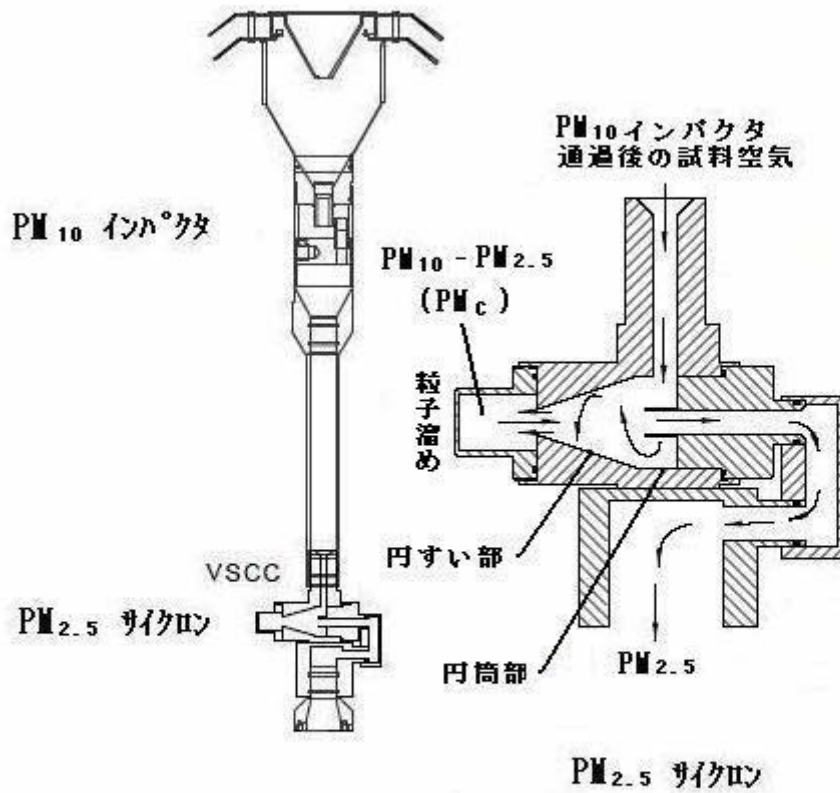


図 2.1-2 米国 EPA 連邦等価法 (FEM) に認定されている $PM_{2.5}$ 分粒装置
(VSCC: Very Sharp Cut Cyclone、 設定流量: 16.7L/min)

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

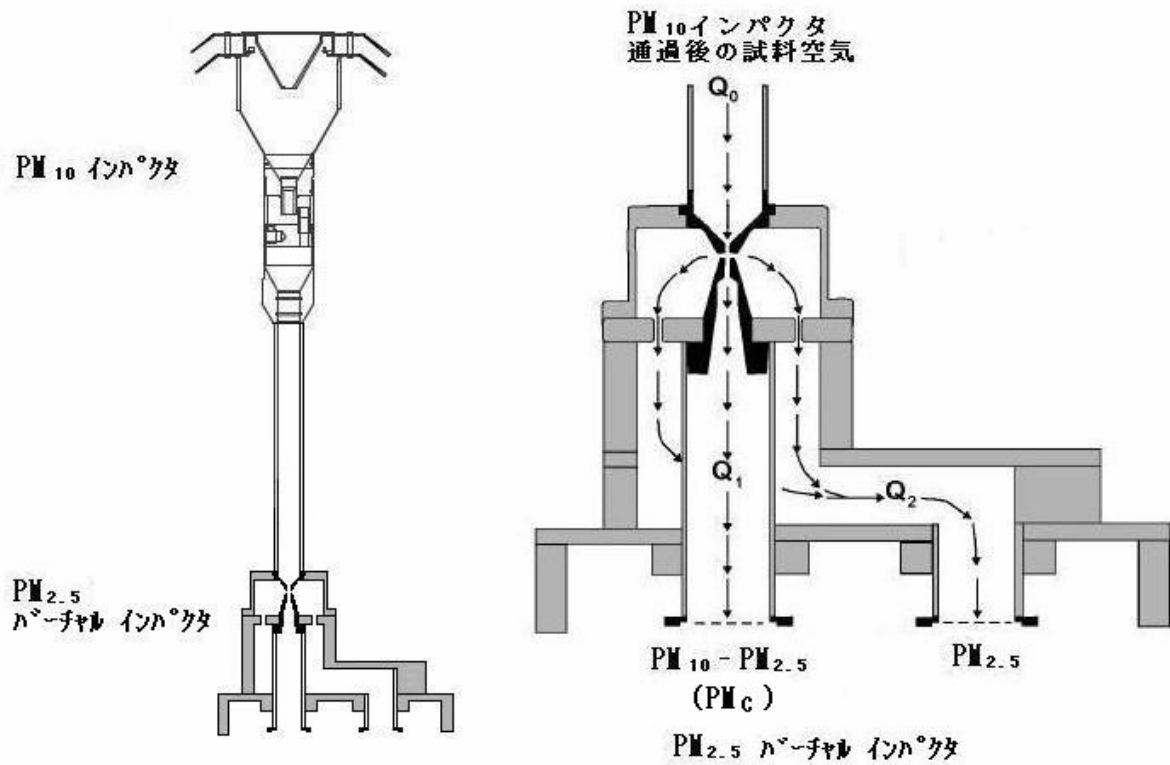


図 2.1-3 バーチャルインパクタの概要図

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

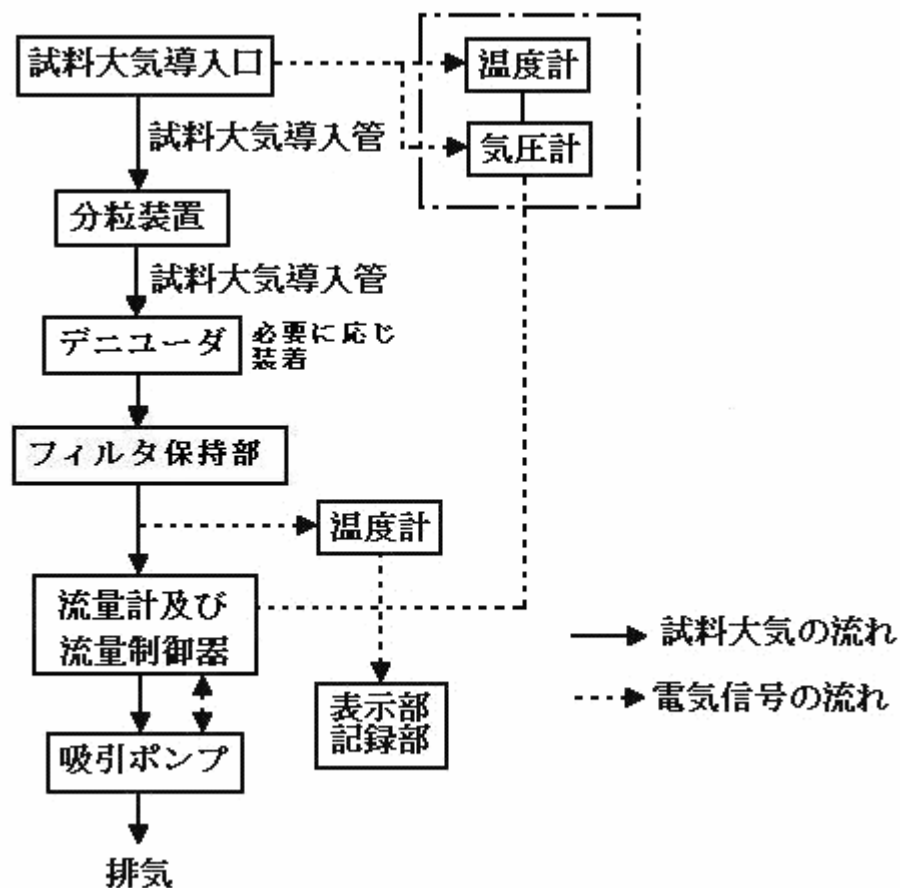


図 2.1-4 採取装置の基本構成

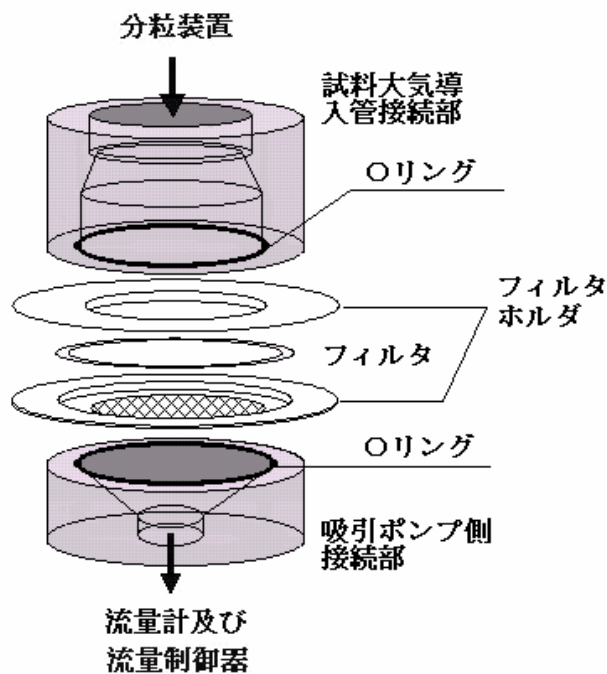


図 2.1-5 フィルタ保持部の例

3. 試料採取

3.1 成分別フィルタの選択と準備

成分分析を目的として試料採取を行う場合、分析方法、前処理方法、フィルタの目的成分含有量等を考慮して選択する必要がある。また、下記についても考慮する。

- (1) $0.3\mu\text{m}$ の粒子に対して 99.7%以上の捕集効率を有すること。
- (2) 化学的な反応性が少ないこと。特に、硫黄酸化物や窒素酸化物等の酸性ガスの吸着が少ないこと。
- (3) 取扱上十分な強度を持つこと。

質量濃度も測定する場合は吸湿性、帯電性等についても考慮しなければならない（「大気中微小粒子状物質（PM_{2.5}）質量濃度測定方法マニュアル」参照）。一般に用いられているテフロンフィルタ及び石英繊維フィルタの特徴について表 3.1-1 に示す。

表 3.1-1 テフロンフィルタ及び石英繊維フィルタの特徴

フィルタ種類	テフロン (PTFE)	石 英
分析可能成分	金属成分 イオン成分 PAH Si 質量濃度	金属成分 イオン成分 PAH 炭素成分 質量濃度
フィルタの扱い易さ	サポートリング付きは使い勝手がよい。サポートリング無しは、フィルタが薄いこと静電気を帯びやすいことから扱いにくい。	フィルタがもろく、くずれやすい。
質量濃度測定	静電気の影響を受け、測定精度が上がりにくい。静電気除去が必要。	比較的静電気の影響を受けにくい。
圧力損失	高い。 10～20mmHg 程度 (面速 1cm/sec)	低い。 5mmHg 程度(面速 1cm/sec)
不純物	比較的少ない。	多い。
吸湿性	小 石英フィルタの 1/3～1/4 程度	大
フィルタ強度	大	小
フィルタ厚み	薄い。 20～30 μm	厚い。 0.5mm 程度

3.1.1 金属元素分析用フィルタ

金属元素分析用試料採取に用いられるフィルタには石英繊維製フィルタ、ニトロセルロース製フィルタ、テフロン製フィルタなどがあるが、採用する分析法により適切なフィルタを選択するように注意する。蛍光 X 線分析法においては非破壊分析であり、フィルタの分解操作が無いことから、質量濃度測定に用いたフィルタ(テフロン製フィルタなど)を分析に供することができる。

また非破壊分析(蛍光 X 線法、PIXE 法など)ではポリカーボネートフィルタも良く用いられるが、ボアサイズが $0.2 \mu\text{m}$ (現状では質量濃度測定マニュアルに規定している $0.3 \mu\text{m}$ は製造されていない)でありフィルタ圧損が高い。ポリカーボネートフィルタを用いる場合は規定流量が確保されるよう、採取に注意する必要がある。採取前後のフィルタは密封して保存する。

3.1.2 イオン成分分析用フィルタ

粒子状物質中のイオン成分の測定では試料採取中に受けるガス状成分の吸着や、一旦フィルタ上に捕集されたイオン成分の揮散によって正や負の誤差を生じる可能性がある。硫酸イオン、硝酸イオン、塩化物イオン、アンモニウムイオンの採取にあたっては、ガス状成分を除くためのデニューダを使用すると正のアーティファクトによる過大評価を防ぐことができる。

また、フィルタ上に捕集したイオン成分の揮散による損失は、後段に吸着用試薬を含浸させたバックアップフィルタを使用することにより補正することができる。

そのため測定対象とするイオン成分に応じて適したフィルタを選択し、デニューダやバックアップフィルタを組み合わせることが必要である。表 3.1-2 に例を示す。

表 3.1-2 デニューダ、フィルタ材質及びバックアップフィルタの組み合わせ例

粒子中の対象成分	デニューダ	フィルタ材質	バックアップフィルタ
SO_4^{2-} Na^+, K^+ $\text{Mg}^{2+}, \text{Ca}^{2+}$	-	石英繊維 ニトロセルロース テフロン	-
NO_3^-	MgO製デニューダ	ナイロン	-
$\text{NO}_3^-, \text{Cl}^-$	Na_2CO_3 塗布デニューダ	石英繊維 ニトロセルロース テフロン	Na_2CO_3 含浸フィルタ
NH_4^+	クエン酸塗布デニューダ	石英繊維 ニトロセルロース テフロン	クエン酸含浸フィルタ

(1) 採取前のフィルタの準備

① ナイロン薄膜フィルタ

ナイロン薄膜フィルタは雰囲気中の硝酸を吸収するため、事前にフィルタのブランク値を確認しておく。 $1 \mu\text{g/フィルタ}$ 以上検出される場合には使用前に洗浄する。洗浄は 0.015M の炭酸ナトリウム溶液に 4 時間含浸後、脱イオン蒸留水(DDW)で 10 分間洗浄し、DDW 中に一晩浸した後新たな DDW で 3 回洗浄を行い、 60°C の真空オーブンで 5~10 分間乾燥する。洗浄後のフィルタから硝酸塩が $1 \mu\text{g/フィルタ}$ 以上のレベルで検出された場合はその一連の洗浄を行ったロットのフィルタは使用しない。

② 試薬含浸フィルタ

フィルタに試薬を含浸させるには、円形セルロース繊維フィルタを約 30 分間含浸液に浸す。取り出したフィルタを清浄なペトリ皿に置き、真空オーブンで 5~10 分間乾燥させる。乾燥した含浸済みフィルタは、ポリエチレン袋に密封し、冷蔵保管する。保管中の吸着による汚染に注意すること。清浄な雰囲気であれば 1 ヶ月程度は使用できる。捕集成分とフィルタ含浸液例を表 3.1-3 に示す。採取前後のフィルタは密封して冷蔵保存する。

表 3.1-3 捕集成分とフィルタ含浸液の例

捕集成分	含浸液
アンモニア	25%クエン酸+5%グリセリン溶液
硝酸	5%塩化ナトリウム溶液
塩酸、硝酸	5%炭酸ナトリウム溶液

3.1.3 炭素成分分析用フィルタ

炭素成分（有機炭素、元素炭素、炭酸塩炭素）分析用試料採取フィルタには石英繊維製フィルタを用いる。さらに、粒子状有機炭素の採取にあたっては、ガス状有機炭素の採取粒子等への吸着による正の誤差が生じるので、これを除くためのデニューダを使用する。

(1) 採取前のフィルタの準備

① 石英繊維製フィルタの加熱

石英繊維製フィルタは有機ガスを吸収する。このため、採取前のフィルタを 900 °C で 3 時間加熱する。試料採取前にフィルタの炭素量を分析し、炭素量が 1 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ 以上であった場合は再加熱するか、使用不可とする。採取前後のフィルタは密封してマイナス 4°C 以下の冷蔵庫に保管する。

3.1.4 多環芳香族炭化水素 (PAH) 分析用フィルタ

粒子状多環芳香族炭化水素の分析用試料採取フィルタには、ガラス繊維製又は石英繊維製フィルタ等を用いる。さらに、粒子状 PAH の長期間採取にあたっては、PAH の変化を防ぐ為に、反応性ガスを除くためのデニューダを使用することもある。またフィルタに保持されない低分子量のガス状 PAH についてはフィルタ後段に吸収剤（例：XAD 樹脂、エムポアディスク等）を装着して採取する。

(1) 採取前のフィルタの準備

① 石英繊維製フィルタの加熱処理

事前にフィルタのブランク値を確認しておく。ブランク値が高い場合には石英繊維フィルタでは炭素成分分析用フィルタと同様に加熱処理することができる。採取前のフィルタは密封して保管する。

3.2 採取準備

3.2.1 フィルタのナンバリング

フィルタのナンバリングは、スタンプ用のインクが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。試料採取や分析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。記入後の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で使用(輸送開始)まで汚染されないように冷暗保管する(保管温度については 3.1.1~3.1.4 に従う)。

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。

3.2.2 ブランク用フィルタの準備

(1) 操作ブランク

フィルタ自体のブランク値を確認するため、必ず同一ロットの参照用フィルタを操作ブランクとして 5 枚以上冷暗保管しておき、試料フィルタと同時に分析を行って分析値の補正を行う。

(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。

試料採取場所におけるトラベルブランクの取り扱いは、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、フィルタの取り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、調査地域、調査時期、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%程度の枚数で、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を用いる。

3.2.3 フィルタホルダへのフィルタの装着

フィルタホルダは、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、フィルタの装着の前に汚れがないことを確認する。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。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。

3.3 試料採取

3.3.1 採取装置の設置

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、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。

3.3.2 試料採取

(1)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。

(2)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。

(3)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。

(4)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。

(5)採取終了後、終了時刻を記録し、積算流量(積算実流量) (V:m³) 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の記録(気温、気圧の毎正時値)を入手する。

(6)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にてできるだけ速やかに運搬する。運搬後は、分析まで冷暗保管する(保管温度については3.1.1~3.1.4に従う)。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を行う。採取後のフィルタの分析は、1ヶ月以内に実施することが望ましい。

3.3.3 採取流量

積算実流量等の表示能力を持たない機器にあつては、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)

3.4 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。

3.4.1 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。

3.4.2 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つては、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つては、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。

4. 標準作業手順(SOPs)

4.1 SOPs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)試料採取装置の組み立てや、機器、器具の校正、操作方法。
- (3)試料採取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）。

4.2 SOPsの内容

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

SOPs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ものであり、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。

SOPs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 SOPs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 SOPsとして文書化する。

- (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。

SOPs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。また、SOPs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を改訂する。

5. 報告

5.1 試料採取操作の記録

試料採取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 5.1-1 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 5.1-1 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）
-

5.2 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
- (3)試料採取操作記録（試料採取及び保管に関する記録）

5.3 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べき試料採取に関わ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

6. 参考文献

- 1 環境省,大気中微小粒子状物質（PM_{2.5}）質量濃度測定方法暫定マニュアル(改定版),平成 19 年
- 2 独立行政法人 環境再生保全機構,生活環境中の汚染物質測定マニュアル【改訂版】,2004