

微小粒子状物質の測定法の基本的考え方及び標準測定法（案）

1. 微小粒子状物質（PM_{2.5}）の測定法の基本的考え方

従来、諸外国や我が国で環境基準が設定されてきた粒子状物質（TSP（総浮遊粒子状物質）、PM₁₀（粒径 10 μm ,50 %カット）、SPM（粒径 10 μm 以上 100 %カット）等）の大気中質量濃度の測定法としては、測定原理が最も基本的であるとともに機械的な測定誤差が少ない、ろ過捕集-重量測定法（フィルタ法）が各国で標準測定法とされてきた。

PM_{2.5}においても、フィルタ法は基本的な測定法であり、欧州を含む諸外国においては、標準測定法として米国 EPA の連邦標準測定法（Federal Reference Method, FRM）に準じたフィルタ法が用いられている。また、我が国においても、大気中微小粒子状物質（PM_{2.5}）測定方法暫定マニュアル（H12年策定、H19年改定）で FRM に準じた測定法が示され、国及び地方公共団体の調査研究において広く用いられている。

PM_{2.5} 粒子は粗大粒子に比べ湿度や気温等の影響を大きく受けるが、FRM は、水分や半揮発性物質の影響によるデータの差異を極力取り除けるよう細部まで規格化されている測定法である。

以上のことから、我が国の PM_{2.5} 標準測定法として、FRM に準じたフィルタ法を採用することが適当である。

しかしながら、フィルタ法は労力がかかることに加え、得られる測定値が日平均値のみであり、かつ、秤量のため測定結果を得るまでに最短でも数日を要する。したがって、日常的な監視や効果的な対策の検討のために必要となる濃度の時間変動等のリアルタイムでの把握には、自動測定機による測定が有用である。

なお、常時監視において、標準測定法の等価法として自動測定機を用いるにあたっては、標準測定法であるフィルタ法と等価な性能を有すると確認されたものを導入すべきである。

PM_{2.5} の自動測定機は、現在、開発や改良が活発に進められているところであることから、測定原理だけではなく、機種の違いによって標準測定法との等価性は大きく異なる。このため、等価性の評価は、自動測定機の機種ごとに標準測定法との並行測定試験によって行われることが望ましい。このため、適切な試験方法及び運用体制を整備することが必要である。

なお、自動測定機によって得られる 1 時間値については、現段階ではフィルタ法との等価性の確認が困難であるため、参考値として取り扱うことが適当であるが、発生源や長距離輸送による移流の影響を検討するためには、今後とも 1 時間値の精度確保について検討が進められることが望ましい。

2. 標準測定法

標準測定法であるフィルタ法は、サンプラにより一定流量でフィルタ上に試料を捕

集し、その後、一定の秤量条件の下で、試料採取前後のフィルタの重量差を求めることで、質量濃度を算定する方法である。

標準測定法は 2-1 に示す基本的条件を満たすべきとし、そのサンプリング及び秤量の手順は 2-2 に示すとおりとする。

2-1 標準測定法を満たすべき基本的条件（詳細は参考資料 1 を参照）

- 分粒装置の特性は 50%カットオフ径が $2.5 \mu\text{m}$ であること。また、分粒装置の性能としては、JIS Z 8851 で規定されている規格（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）を満たすこと。
- フィルタ保持部と外気との許容温度差は $\pm 5^\circ\text{C}$ とすること
- フィルタの材質は十分な強度を持つ PTFE（ポリテトラフルオロエチレン）と同等であること
- 吸引流量は原則として、分粒装置の設定流量とし、実流量制御及び実流量表示を行うこと
- フィルタのコンディショニング及び秤量の条件については温度 $21.5 \pm 1.5^\circ\text{C}$ 、相対湿度 $35 \pm 5\%$ とし、コンディショニング時間は 24 時間以上とする。また、秤量に用いる天秤の感度は $1 \mu\text{g}$ 感量のものを用いること
- 測定濃度範囲は $2 \sim 200 \mu\text{g}/\text{m}^3$ が測定可能であること

2-2 標準測定法のサンプリング及び秤量の条件と手順

(1) サンプラ及びサンプリング手順

ア サンプラ

図 1 に掲げる構成のものであって、次の条件を具備しているものとする。

- 試料大気導入口：日本工業規格 Z 8851 による。
- 試料大気導入口管：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。
- 分粒装置：装置は 50 %カットオフ径が $2.5 \mu\text{m}$ であることとし、分粒性能は日本工業規格 Z 8851（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）の規定を満たすもの又はそれと同等なものとする。
- フィルタ保持部：日本工業規格 Z 8851 による。ただし、外気との許容温度差は $\pm 5^\circ\text{C}$ とする。
- フィルタの材質：以下に示す材質及び性能と同等のものとする。
 - 材質：ポリテトラフルオロエチレン（PTFE）
 - ポアサイズ： $2 \mu\text{m}$
 - フィルタ厚み： $30 \sim 50 \mu\text{m}$
 - その他：
 - サポートリング付きの場合は、サポートリングの材質ができるだけ吸湿性の低い材質であること。

- ・有効吸引面積がフィルタ全面積の7割以上確保されること。
- ・吸引ポンプ：日本工業規格 Z 8851 による。ただし、吸引流量は分粒装置の設定流量とする。
- ・温度計：日本工業規格 Z 8851 による。
- ・大気圧計：日本工業規格 Z 8851 による。
- ・流量制御器、表示部：日本工業規格 Z 8851 による。
- ・記録部：日本工業規格 Z 8851 による。

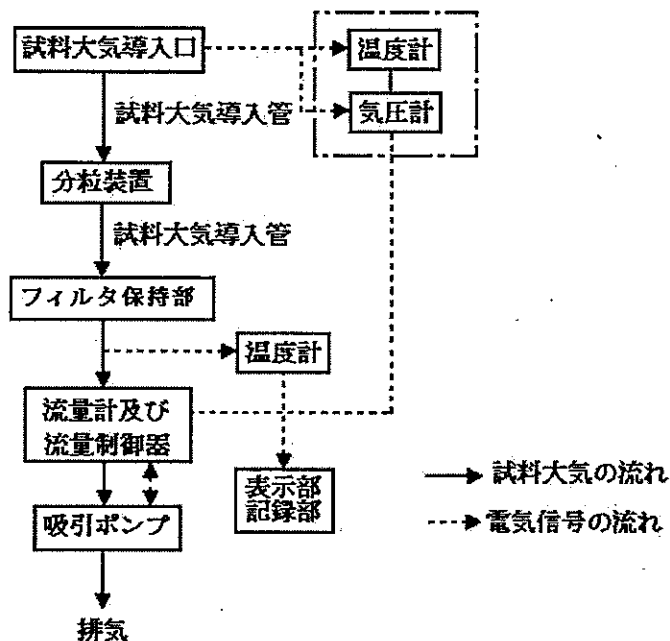


図 1 PM_{2.5} サンプラの基本構成

イ サンプリング手順

(i) サンプラの設置と漏れ試験

後述の 3-1 に示すようにサンプラを設置したのち、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。

(ii) フィルタの設置とサンプリング条件設定

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し、装着したフィルタの番号を記録する。次に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、周辺の状況等の必要事項を記録する。

(iii) サンプリングの開始と終了

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を確認し、それらの各種パ

ラメータ（吸引実流量、フィルタ部温度など）について記録を行う。

採取終了後、終了時刻を記録し、積算実流量及び各種パラメータを記録する。

(iv) サンプルの回収と運搬

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。試料採取後のフィルタは遮光したフィルタ用収納容器に入れ、さらにチャック付きポリ袋等に入れ、冷暗状態が保てる方法でできるだけ速やかに運搬する。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℃以下で冷暗保管する。試料採取後のフィルタの秤量は、可能な限り速やかに行う*。

* 採取後 10 日以内に行うことが最も望ましい。何らかの理由により 10 日以内に秤量ができない場合においても、採取後 30 日以内には秤量を行わなければならない。その場合は測定結果ともに保存期間を明記しなければならない。

(2) 秤量条件及びその手順

ア 秤量条件

フィルタの秤量条件（コンディショニング時も含む）については、温度 $21.5 \pm 1.5^\circ\text{C}$ 、相対湿度 $35 \pm 5\%$ とし、コンディショニング時間は 24 時間以上とする。また、秤量に用いる天秤の感度は $1\ \mu\text{g}$ 感量のものを用いることとする。フィルタの材質として規定される PTFE は帯電性が高いため、秤量にあたっては有効な静電気除去を行う。

イ 秤量の手順

(i) ラボブランクの用意

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。

(ii) フィルタの秤量操作

フィルタは、上記の秤量条件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た標準分銅によって校正されている感度 $1\ \mu\text{g}$ の精密天秤を用いて、以下のとおり秤量操作を行う。なお、毎日の感度確認は天秤の内部分銅により実施する。

- ① 秤量に際しては、天秤の窓を閉め、フィルタを置かない状態で指示値が $0 \pm 4\ \mu\text{g}$ で安定していることを確認後、フィルタを置いて窓を閉め、指示値が安定するまで待つて $1\ \mu\text{g}$ の単位まで秤量する。
- ② 秤量値を記録後、フィルタを取り除いて窓を閉め、指示値が $0 \pm 4\ \mu\text{g}$ になることを確認する。指示値が $0 \pm 4\ \mu\text{g}$ に戻らない場合その秤量値は破棄し、再度同じ操作をくり返し、秤量後の指示値が $0 \pm 4\ \mu\text{g}$ に戻ったときの値を 1 回目の秤量値として記録する。
- ③ 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blank用フィルタ、サンプル用フィルタの順番で実施し、秤量開始時間、終了時間、室温、秤量湿度の記録を行う。前秤量の終了したサンプル用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するまでコンディショニングルームにて保管する。試料採取後のフィルタは速やかに 4℃以下で冷蔵保管する。ラボblank用フィルタもサンプル用フィルタと同様に扱うが、冷蔵保管することなく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する。

(3) 質量濃度の算定

次式により質量濃度を算定する。

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

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)

WL: ラボblank用フィルタの (採取後秤量値 - 採取前秤量値) の算術平均値 (µg)

V: 積算実流量 (m³)

(4) 校正方法等

ア 流量校正

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。

イ 天秤の校正

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。

3. 一般的事項

3-1 サンプラの設置

サンブラ装置は、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。ただし、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。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。

3-2 試料大気導入管の設置条件

試料大気導入口と粒子捕集部は鉛直管で連結させ、試料大気導入口から粒子捕集部までの最大長さは 5m 以下、分粒装置出口から粒子捕集部までの長さは最大 1.5m 未満とする。