

会報

2013・07
第 65 号

Japan Association of Reference Materials

目次

- | | |
|-------------------------------|----|
| 1. 濃度計の検定について | 1 |
| 2. 「計量標準の整備及び利用促進に関する検討会」について | 12 |
| 3. 平成25年度通常総会報告 | 14 |
| 4. 編集後記 | 16 |

濃度計の検定について

一般財団法人 日本品質保証機構
計量計測センター 若山 純

1. はじめに

計量法では、適正な計量の実施の確保のために、その精度を公的に担保することが必要な計量器を「特定計量器」として指定しており、特定計量器（一部を除く）を取引または証明における計量に使用する場合は、検定に合格したものを使用しなければならないとしています。そして、特定計量器の区分ごとに、都道府県知事や指定検定機関などの検定実施主体が検定を実施しております。一般財団法人 日本品質保証機構（以下、JQA という）は、環境計量用とされる特定計量器の検定に関する指定検定機関として昭和48年から検定業務を実施してまいりました。環境計量用とされる特定計量器としては、

- (1) 騒音計
- (2) 振動レベル計

- (3) ガラス電極式水素イオン濃度指示計
- (4) ガラス電極式水素イオン濃度検出器
- (5) ジルコニア式酸素濃度計などのいわゆる大気濃度計

の5種があり、いずれも基準器または標準物質といった基準をもとに検定が実施されております。

本稿では、JQA で検定を実施しているこれら環境計量用の特定計量器のうち、JCSS 標準物質を用いて器差検定を行う

- ・ガラス電極式水素イオン濃度検出器
- ・大気濃度計

について、どのように器差検定を行っているのかを中心に紹介いたします。

2. ガラス電極式水素イオン濃度検出器

2.1 ガラス電極式水素イオン濃度検出器とは

ガラス電極式水素イオン濃度検出器とは、水素イオンに感応する特殊なガラス膜の両側に水素イオン濃度 (pH) の相異なる液が接したときに、ガラス膜の両側に pH の差に比例した起電力が生じることを利用した計測器です。ガラス電極式水素イオン濃度検出器とガラス電極式水素イオン濃度指示計は、組み合わせることではじめて水素イオン濃度計として実際の pH 測定に使用されるものでありますが、計量法上は別々の特定計量器として区分されております。

pH は、水質を知るうえで最も基本的な測定項目であり、その測定に用いられるガラス電極式水素イオン濃度計は、工場排水の pH を測定して報告するといった証明行為に用いられ、その測定値を行政が取締りなどの行為の根拠に使用したりする場合があります。そのため精度を担保する必要がある計量器としてガラス電極式水素イオン濃度計が検出器・指示計ともに計量法の特定期量器に指定されております。

ガラス電極式水素イオン濃度検出器の例を図 1 に示します。

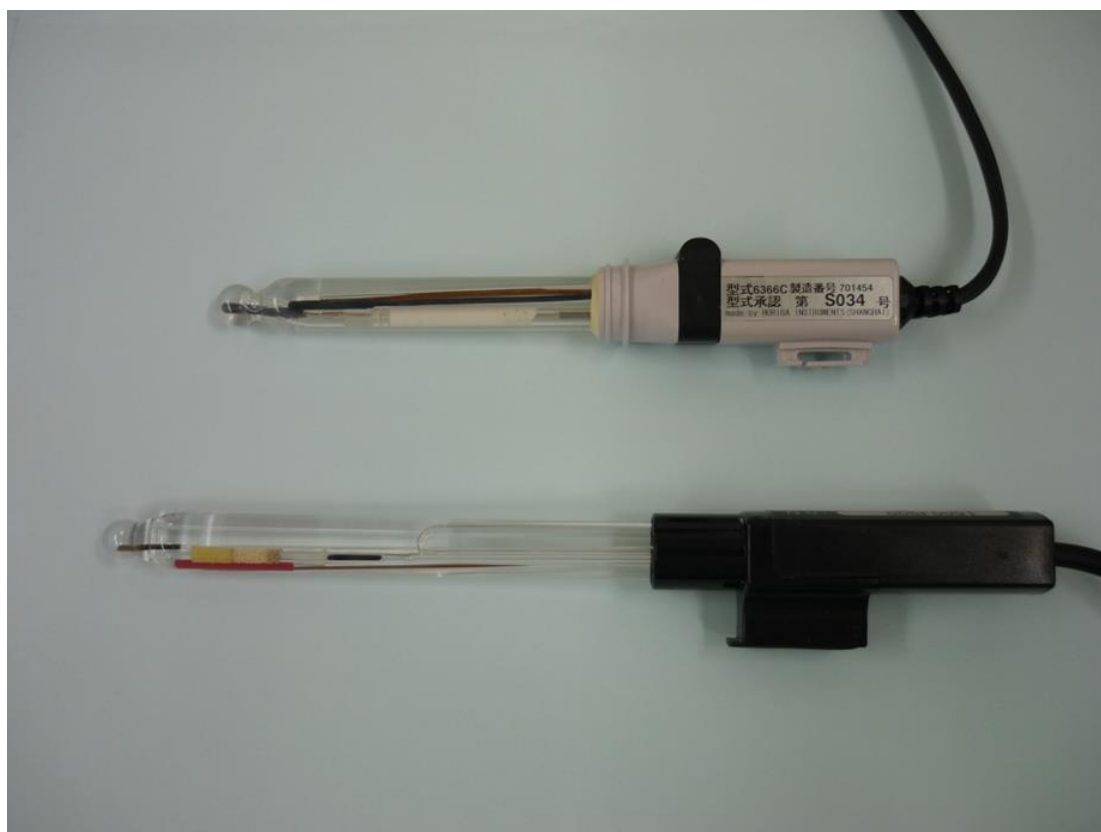


図 1 ガラス電極式水素イオン濃度検出器の例

2.2 器差検定に用いる標準物質

ガラス電極式水素イオン濃度検出器の器差検定には、次に示す 2 種の標準液を用います。

- (1) フタル酸塩 pH 標準液
- (2) ほう酸塩 pH 標準液

特定計量器検定検査規則の規定により、器差検定に用いる標準物質は、特定標準物質を用いて値付けが行われたもの、すなわち特定二次標準物質であることとされております。そのため、ガラス電極式水素イオン濃度検出器の器差検定

に用いるこれらの pH 標準液は定期的に JQA で自ら調製し、濃度の指定校正機関である一般財団法人 化学物質評価研究機構 (CERI) による特定標準物質を用いた値付けを受け、jcss 標章付きの校正証明書が添付された特定二次 pH 標準液として使用しています。なお、JCSS の技術指針により特定二次 pH 標準液の値付け周期が決められており、フタル酸塩 pH 標準液は 6 か月、ほう酸塩 pH 標準液は 3 か月とされており、また、器差検定には用いないものの、

構造検定 (計量法第七十八条に規定する指定検定機関の試験。いわゆる型式試験) で用いる中性りん酸塩 pH 標準液については 6 か月とされており、このため JQA では管理の都合上、これら 3 種の pH 標準液すべてについて、調製及び CERI による値付け周期を 3 か月としています。

特定二次 pH 標準液の校正証明書を図 2 に示します。

JCSS

見本

No. 2 2 5 - 1 3 - A - 0 0 6 3

証 明 書

依頼者 名称 : 一般財団法人 日本品質保証機構
住所 : 東京都世田谷区砧1丁目21番25号

標準物質 名称 : フタル酸塩特定二次pH標準液
調製者 : 一般財団法人 日本品質保証機構
ロット番号 : 4130501
調製 pH 値 : 4.008 (25 °Cにおける)

値付け方法 フタル酸塩特定pH標準液および中性りん酸塩特定pH標準液で
pH計を校正してpH値を測定

値付け条件 25 °C ± 0.05 °C

値付け年月日 平成25年5月21日

値付け結果及び精度 pH値 4.008 ± 0.002

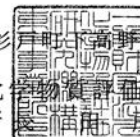
値付けの結果は上記のとおりであることを証明します。

平成25年5月23日

指定校正機関

埼玉県北葛飾郡杉戸町下高野1600番地

一般財団法人化学物質評価研究機構
東京事業所



この証明書は、計量法第136条第1項に基づくものであり、特定標準物質により値付けした結果を示すものである。
事前の承諾なしに、この証明書の一部分のみを複製して用いてはならない。

一般財団法人 化学物質評価研究機構
Chemicals Evaluation and Research Institute, Japan

図2 特定二次 pH 標準液の校正証明書

2.3 器差検定の方法

ガラス電極式水素イオン濃度検出器の器差検定の方法は、特定計量器検定検査規則第九百三十四条によります。すなわち、検出器をフタル酸塩 pH 標準液及びほう酸塩 pH 標準液に浸したときに検出器にそれぞれ発生する起電力の差を 5.17 で除して得た値と、検出器で発生する 1pH 当たりの起電力の理論値との差を算出して行います。また、このときの pH 標準液の温度は 25℃とされており、このようにして求めた器差が、検定公差を超えていなければ器差検定合格となります。これを順を追って以下に説明します。

- (1) 器差検定に用いる 2 種の pH 標準液が 25℃になるようあらかじめ準備しておきます。
- (2) 検定品を 2 種の pH 標準液に浸し、検定品にそれぞれ発生する起電力を専用の電圧計で測定します。
- (3) 上記(2)の結果から検定品で発生した 1pH 当たりの起電力を計算し、これと理論値との差を求めます。これがガラス電極式水素イオン濃度検出器の器差です。これを式で書くと次のとおりです。

$$\text{器差} = \frac{E_4 - E_9}{5.17} - 59.16 \quad (\text{mV/pH})$$

E4 : 検定品をフタル酸塩 pH 標準液に浸したときの起電力 (mV)

E9 : 検定品をほう酸塩 pH 標準液に浸したときの起電力 (mV)

5.17 : フタル酸塩 pH 標準液の pH 値(4.01)とほう酸塩 pH 標準液の pH 値(9.18)の差

59.16 : 検出器で発生する 1pH 当たりの起電力の理論値 (mV/pH)

- (4) ガラス電極式水素イオン濃度検出器の検定公差は、3 mV/pH とされており、上式により算出した器差が検定公差を超えていなければ、検定品は器差検定合格となります。

型式承認の表示があるガラス電極式水素イオン濃度検出器であれば、器差検定に合格すれば検定合格となり、器物本体に検定証印が付されます (図 3)。ガラス電極式水素イオン濃度検出器の検定の有効期間は 2 年です。



図 3 ガラス電極式水素イオン濃度検出器の検定証印
図の例では平成 27 年 6 月まで検定が有効である。

3. 大気濃度計

3.1 大気濃度計とは

大気濃度計とは、大気中に含まれる気体物質（主として大気汚染物質）の濃度を測るための計測器です。大気中に放出される気体も測定対象であり、煙突などから大気中へ放出される燃焼排ガスがこれにあたります。定置型のものと可搬型のものがあり、定置型の場合は石油化学工場や発電所、ごみ焼却炉といった燃焼排ガスが発生する施設などで煙道排ガスを常時監視する用途に用いられます。一方、可搬型の場合は主に環境計量証明事業者が前述の施設などで煙道排ガスを随時測定する用途などに用いられま

す。また、高濃度から低濃度まで精度よく測定できるよう複数の測定濃度範囲（レンジ）を持つものが大半です。ガラス電極式水素イオン濃度計と同様、公害規制においてその測定値の信頼性が求められることから、精度を担保する必要がある計量器として計量法の特定計量器に指定されております。

計量法では、測定方式、測定成分、測定濃度範囲により、特定計量器に該当する大気濃度計を指定しています。表1に示す9種が特定計量器に該当する大気濃度計です。

表1 特定計量器に該当する大気濃度計

特定計量器名	測定濃度範囲（レンジ）
非分散型赤外線式二酸化硫黄濃度計	規定なし
非分散型赤外線式窒素酸化物濃度計	規定なし
非分散型赤外線式一酸化炭素濃度計	目量 100 ppm 未満のもの： 規定なし
	目量 100～200 ppm 未満のもの： 0～5 vol%未満
溶液導電率式二酸化硫黄濃度計	0～50 ppm 以上
化学発光式窒素酸化物濃度計	0～25 ppm 以上
紫外線式二酸化硫黄濃度計	0～50 ppm 以上
紫外線式窒素酸化物濃度計	0～25 ppm 以上
ジルコニア式酸素濃度計	0～5 vol%以上 0～25 vol%以下
磁気式酸素濃度計	0～5 vol%以上 0～25 vol%以下

大気濃度計の例を図4に示します。



図4 大気濃度計の例

3.2 器差検定に用いる標準物質

大気濃度計の器差検定には、測定成分ごとの標準ガスを用います。特定計量器検定検査規則の規定によると、大気濃度計の器差検定に用いる標準ガスは、次に示す(1)または(2)のいずれかとされており。

- (1) 測定成分ごとの特定二次標準ガス
- (2) 測定成分ごとの標準ガスを用いて、基準に適合した校正用標準ガス調製装置（標準ガス分割器）により得られるガス

大気濃度計の器差検定は、上記(1)または(2)のいずれかのガスを検定品に流して行います。JQA では、上記(2)により大気濃度計の器差検定を行っています。

標準ガス分割器とは、ゼロガス（測定成分ガ

スを含まないガス。窒素を使用）と成分ガス（測定成分ガスを窒素で希釈して目的の濃度に混合したもの）を混合することで成分ガスを希釈したガスを調製することのできる装置です。その基準に関しては経済産業省告示として示されており、基準に適合するかどうかの試験のうち一部の項目については特定二次標準ガスを用いて行うこととされており。

大気濃度計の器差検定で標準ガス分割器とともに用いる標準ガスとしては、JCSS 登録事業者より JCSS 標章付きのものを購入しています。表1に示すとおり、検定に必要な標準ガスは4種あり（窒素酸化物濃度計にあつては一酸化窒素が標準ガスとなっている）、なおかつ様々なレンジに対応できるよう4種のガスそれぞれ

について複数の濃度の標準ガスを予備も含めて備えておく必要があるため、結果的に常時 80～100 本ほどの標準ガスボンベを保有しています。これらを残圧及び有効期限で管理し、返却・補充を行っていつでも検定申請に対応できるよ



図5 標準ガス

う備えています。

標準ガス及び標準ガス分割器の例をそれぞれ図5及び図6に示します。



図6 標準ガス分割器

3.3 器差検定の方法

大気濃度計の器差検定の方法は、特定計量器検定検査規則第九百七条によります。すなわち、零位調整ガスを校正用ガス導入口から流して零位調整し、感度調整ガスを同導入口から流して感度調整をした後、最高濃度の 1/3 から 2/3 の範囲内の任意の濃度の検査用ガスを同導入口から流したときの計量値と当該ガスの濃度との差を算出して行います。これを検定品の全レンジ（但し特定計量器に該当しないレンジは除く）に関して行い、すべての器差が検定公差を超えていなければその大気濃度計は器差検定合格となります。これを順を追って以下に説明するとともに、器差検定の様子を図7に、配管の模式図を図8に示します。

- (1) 標準ガス分割器から零位調整ガス（ゼロガス）を発生させて校正用ガス導入口から検定品に流し、検定品の零位調整を行います。
- (2) 標準ガス分割器から感度調整ガスを発生させて同導入口から検定品に流し、検定品の感度調整を行います。
- (3) いま対象としているレンジのフルスケールの 1/3 から 2/3 の範囲内の任意の濃度のガスを標準ガス分割器から発生させて同導入口から検定品に流し、検定品の指示値を読み取ります。
- (4) 検定品の指示値と検定品に流したガスの濃度との差を求め、これをいま対象としているレンジのフルスケールに対する百分率で

表します。これが大気濃度計の器差です。
これを式で書くと次のとおりです。

$$\text{器差} = \frac{\text{検定品の指示値} - \text{検定品に流したガスの濃度}}{\text{フルスケール}} \times 100 (\%)$$

(5) これを検定品の全レンジ（但し特定計量器に該当しないレンジは除く）に関して行い、す

べての器差が検定公差を超えていなければその大気濃度計は器差検定合格となります。



図7 器差検定の様子（大気濃度計）

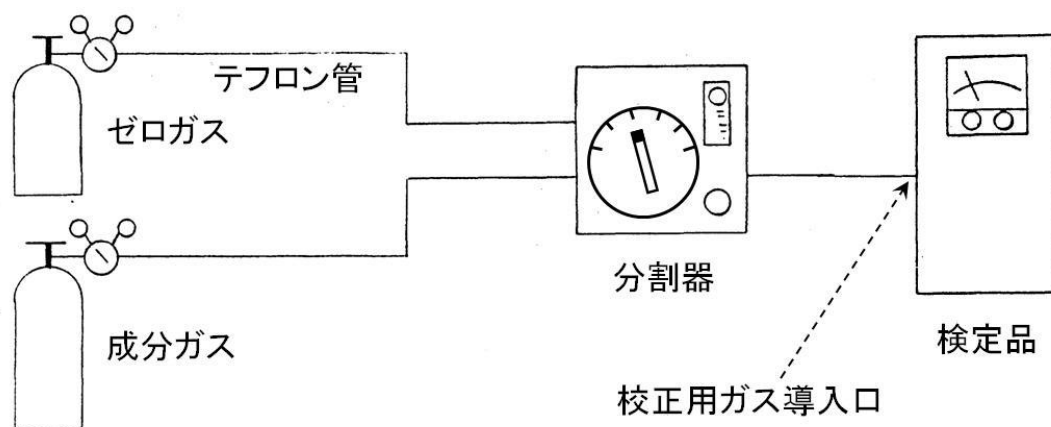


図8 配管の模式図



図9 大気濃度計の検定証印

型式承認の表示がある大気濃度計であれば、器差検定に合格すれば検定合格となり、器物本体に検定証印が付されます(図9)。大気濃度計の検定の有効期間は8年です。また、検定済証

が交付されます(図10)。

図9の例では平成17年8月に検定を実施し平成25年8月まで検定が有効である。

<p style="text-align: center;">濃度計検定済証</p> <p style="text-align: right;">第 号</p> <p style="text-align: right;">指定検定機関 一般財団法人 日本品質保証機構</p>	
検 定 日	
種 類	
製 造 事 業 者 名	
型 式	
型 式 承 認 番 号	
器 物 番 号	
検定有効期間の満了年月日	
備 考	

図 10 検定済証の様式

4. おわりに

JCSS 標準物質は濃度を測る各種計測機器の感度調整や検量線作成の基準として用いられるなど、環境計量の分野において濃度の基準として欠くことのできない重要な役割を占めております。また、環境計量用の特定計量器の検定においても、ガラス電極式水素イオン濃度検出器

の検定では jcss 標準液が、大気濃度計の検定では JCSS 標準ガスが用いられており、器差の基準として検定の根幹を占める重要な役割を果たしております。

環境計量用の特定計量器の検定における jcss 標準物質及び JCSS 標準物質の役割について、本稿が理解の一助になれば幸いです。

「計量標準の整備及び利用促進に関する検討会」について

一般財団法人化学物質評価研究機構
化学標準部 四角目和広

1.はじめに

“計量標準の整備及び利用促進に関する検討会”（以下、検討会）が開催され、「計量標準に関する新たな整備計画及び利用促進方策(案)」として取りまとめられました。

これは、第4期科学技術基本計画（平成23年8月19日閣議決定）を背景とする“新たな知的基盤整備計画の策定”を踏まえ、平成24年4月から8月にかけて開催された、“知的基盤整備特別委員会（委員長；北澤宏一 独立行政法人科学技術振興機構顧問）”の中間報告で示された方針・方策に沿って、具体的な整備計画と利用促進方策について検討されたものです。筆者は、この検討会の作業会メンバーとして参加しておりましたので、概要をご紹介します。

2.会議の開催状況

平成24年12月20日に第1回が開催され、以降、平成25年4月23日まで5回開催されました。検討会の委員は、座長（小野晃 産総研特別顧問）を含め10名でした。また、検討会を進めるに当たって、関連資料の作成・整理等を行う作業会（メンバー11名）が組織され、筆者も作業会のメンバーとして参加しました。

今回の検討内容のポイントの一つとして、ユーザー視点での計量標準・標準物質整備（従来は、供給者側の論理）が挙げられていました。開催日と主な検討議題は以下のとおりです。

第1回 平成24年12月20日：物理標準の整備・拡充について

第2回 平成25年1月29日：物理標準、標準物質の整備計画策定について

第3回 平成25年2月22日：計量標準の利用促進方策、地方公設試の取組について

第4回 平成25年3月25日：新たな整備及び利用促進に関する検討結果取りまとめ

第5回 平成25年4月23日：検討結果取りまとめ（計量標準の整備計画、利用促進方策）

以下の URL で第5回の会議資料等を確認できます。

http://www.meti.go.jp/committee/kenkyukai/sangi/keiryu_hyojun/005_haifu.html

3.整備計画及び利用促進方策の概要（第5回検討会の資料3-2より）

「計量標準に関する新たな整備計画及び利用促進方策(案)」として作成された資料では、概略以下のような内容の記載があります。以下、筆

者の独断で標準物質を中心に概要を記載しました。詳細は、上記 URL で第 5 回検討会の資料 3-2 をご確認ください。

3.1 標準物質の整備計画：2001 年に計画した第 1 期整備計画（2010 年までに計量標準 250 種類程度、標準物質 250 種類程度を整備）に続く、第 2 期整備計画となっている。

1) 国が整備すべき範囲の明確化：整備対象とする標準物質とは、特性値及びその不確かさが記述された文書を添えてユーザーに供給される標準物質であって、その特性値が国家計量標準にトレーサブルなものをいい、それ以外のもは含まない。

2) 整備する標準物質の優先順位付け：緊急性、重要性、継続性などのニーズを勘案して優先順位付けをする。

- ①RoHS 規制などのような緊急の対応が求められるもの
- ②周期表の基本的元素、種々分析に利用される有機物質などの基本的物質
- ③法令による規制物質、公定法に規定される物質
- ④準規制物質
- ⑤組成標準物質（産総研の他に整備団体のないもの）

3) 標準物質の供給方法：JCSS のみならず、NMIJ CRM,産総研 NMIJ 依頼試験による値付けなど、最適な方法による供給を行う。

供給方法	周期表の基本的元素、種々分析に利用される有機物質などの基本的物質、ガス、pH	法令による規制物質、公定法に規定される物質	整備すべき数が多い、農薬等	組成標準物質
JCSS	○(周期表の元素、有機、ガス、pH)	○(供給量の多いもの)		
NMIJ CRM		○(供給量の少ないもの)		○
産総研 NMIJ 依頼試験			○	

産総研 NMIJ 依頼試験：産総研計量標準総合センターで行っている ISO/IEC17025 に基づく標準物質の校正（値付け）サービス（報告書

では、NMIJ による依頼試験、とも記載されている)

4) 標準物質の廃止の検討

JCSS を含め、既に整備したものであっても PDCA サイクルの中で評価し、利用の少なくなったもので、今後も利用増加が見込めないものは、廃止を検討。ただし、「周期表の基本的元素、他の民間標準物質にも使用される化学物質」は利用が少なくとも国家標準として維持。

5) 整備に向けアンケート実施：ユーザーニーズを反映するため、関係団体へのニーズ調査を行った。

標準物質については、約 120 社、537 件の整備要望があった。ニーズを整理・精査した結果、第 2 期整備計画として 260 件、内 JCSS：42 件について取り組むこととなった。ただし、整備計画は見直しを行いながら、追加修正等を行うとしている。

3.2 計量標準の利用促進方策：中堅・中小企業には、計量標準、JCSS が十分知られているという状況ではない。このため、計量標準、JCSS を使ってもらうためには、まず知ってもらうことが重要と内容となっている。

1) 中堅・中小企業による計量標準の利用拡大

- ①計量標準、JCSS を知ってもらう
 - a) 関係機関が連携し、情報提供
 - b) 公設試による支援
- ②計量標準を使ってもらおう
 - a) 計量標準ポータルサイトを国に整備
 - b) JCSS 等の用語の解説、講演会等による啓発活動（計量標準、JCSS 等について、講演会、パンフレット、ホームページ等で情報提供）
- ③JCSS を使ってもらおう
 - a) 混合標準物質供給の推進（ユーザーニーズ対応、ユーザー負担軽減）
- ④ものづくり支援のための基盤整備
 - a) ものづくり支援の充実・強化

2) 計量標準の利用促進に向けた環境整備

- ①産総研と協力機関の連携・・・技術文書、技術情報の整理、統合データベース（産総

研）

- ②公設試との連携・・・ニーズ収集・公設試からの情報発信、産業技術連携推進会議の活用
- ③計量標準の利用促進を図るための仕組み作り・・・NMIJ 計測クラブ等の活用
- ④規制・規格への国家計量標準に基づく校正の反映・・・JIS 等作成団体、認証審査員等への JCSS の周知を図る

3) 競争力強化と利便性向上に資する技術支援等・・・アジア各国への計量標準を基盤とする技術支援等の推進

以上、検討会資料から抜粋して、検討結果の概要を紹介しました。前述のとおり、筆者の独断で標準物質を中心にそのポイントと思われる部分を書きましたので、内容が完全ではありません。詳細は、必要に応じて関連資料でご確認ください。また、計量標準に関するわかりやすく使いやすい情報を提供するための計量標準ポータルサイトの試行版が公開されています。ご興味のある方は、訪問してみてください。

http://www.meti.go.jp/policy/economy/hyojun/techno_infra/k-portal-index.html

以上

平成 25 年度通常総会報告

事務局

平成 25 年度標準物質協議会通常総会が、平成 25 年 6 月 21 日 16 時から化学物質評価研究機構本部大会議室で開催されました。久保田会長、会員 12 名、オブザーバー 9 名の合計 22 名の出席がありました。また、委任状が 9 名の会員から提出され、事務局より出席者と委任状出席者の合計が 21 名であり過半数に達した旨の確認が行われました。

その後、久保田会長が議長を務め平成 24 年

度総会の議事録確認が行われ、承認されました。その後、平成 24 年度の事業報告並びに収支決算について説明が行われ、監査人の大類氏（高千穂化学工業㈱）から会計処理が適正に行われていたとの報告がありました。

事業報告では、会報（第 62 号、第 63 号及び 64 号）の発行、「標準物質をめぐる最近の動向」をテーマにした講演会会の開催、計測標準フォーラム講演会でポスター発表を行った等が報告

されました。平成 24 年度事業計画案については会報を発行すること、11 月 8 日に開催される計測標準フォーラム第 11 回講演会に NMIJ と共に協賛し、標準物質協議会講演会を兼ねることとすることが事務局より提案され承認されました。今後、NMIJ と連絡を密にし、会員の皆様に逐次報告することとしました。平成 25 年

度収支予算書（案）については原案どおり承認されました。また、今年度は、役員の改選年であり、事務局から候補者の推薦があり、全会一致で承認されました。その後、役員の互選により久保田正明氏を会長に松本保輔氏を副会長にそれぞれ選出しました。以上をもって 17 時に閉会しました。（事務局）



総会の様子

編集後記

会報第65号をお届けいたします。

関東地方では、今年は梅雨が7月初旬に明けましたがここ2～3日、東北地方、中国地方、北陸地方などに「経験ない大雨」という聞きなれない警報が出され、河川の氾濫、がけ崩れ等大きな被害が出ております。東京でも隅田川の花火大会が開始早々雨、風のため中止になるなど全国的に不安定な気象状況が続いております。猛暑が続いたり、急な豪雨になったり最近の異常な天候は本当に読めない状況と言わざるを得ません。皆様も他人事と考えず天気予報を活用して十分注意して下さい。

話は変わりますが昨年7月号の編集後記に我が家で太陽光発電を始めたと書かせていただきました。あれからちょうど1年(7月～6月)経過しましたので皆様の参考になればと結果を報告したいと思います。

我が家では165Wの太陽光パネルを屋根の東、南、西側に30枚設置しております。おおよそ5kW

の設備です。屋根の3面に設置していることで太陽が出ている間はむらなく発電することができます。1日の発電量の傾向は、11時12時を中心に正規分布のような形になります。この1年を通して一番発電したのは今年5月の679kW、一番少なかったのは昨年12月の286kWでした。年間を眺めると10月、11月、12月、1月が400kWに届きませんでした。日照時間が短いこと、太陽が低く太陽光パネルとの角度が小さくなることが原因のようです。

1年間の総発電量は、5,502kWhで、その内、東京電力へ売電したのは3,520kWhでした。発電量に占める売電量の比率は64%なります。この数値は自家消費の多少によって変わります。また、7月、8月は、発電量自体は多いのですがエアコン使用など自家消費も多くなり、40%程度になりました。

詳しい情報をご希望の方はご連絡いただければと思います。(松本)

〒345-0043

埼玉県北葛飾郡杉戸町下高野 1600 番地

一般財団法人化学物質評価研究機構内

標準物質協議会 事務局 松本保輔

Tel. 0480-37-2601 Fax. 0480-37-2521

E-mail matsumoto-yasusuke@ceri.jp