

JCSS 認定校正事業者としての希釈率校正サービス

齋藤 賢一、藤村 満
グリーンブルー(株)

1. はじめに

グリーンブルー(株)は、大気中のSO₂、NO_x等の乾式自動測定機に使用される「校正用ガス調製装置」の希釈率を、国家計量標準にトレーサブルな形で校正するサービスを開始した。当社は、計量法トレーサビリティ制度(JCSS)に基づく校正事業者として、独立行政法人製品評価技術基盤機構(NITE)より認定された。(認定区分：流量、認定番号：0117)

2. 乾式測定機の校正と標準ガスの希釈

大気常時監視用の自動測定機は、従来の湿式法から乾式法に移行しつつあるが、乾式測定機は校正の点で必ずしも十分な信頼性があるとは言えない。

乾式測定機の濃度校正には標準ガスを用いるが、SO₂、NO_xでは測定範囲に比べて供給される標準ガス濃度が高いため、校正用ガス調製装置(希釈器)により校正のためのスパンガスを調製している。希釈の方法は標準ガスとゼロガスを、キャピラリーあるいは熱式質量流量計(マスフローコントローラ)により一定流量ずつを混ぜる流量比混合法によっている。

標準ガスに関しては、JCSS 認定事業者であるメーカーが「JCSS」マーク付き標準ガスを供給しており、1級標準ガスでは±1.5%の精度を保証している。一方、校正用ガス調製装置については、計量法に基づく検査制度から除外されており、何も保証されていない。従って、スパン校正をした自動測定機によって得られる濃度データは、国家標準にトレーサブルとはなっていない。

3. 希釈倍率のずれの実態

当社では常時監視の現場で使われている自動測定機に付属する希釈器を対象に、あらかじめ希釈率を求めた基準希釈器(希釈倍率：C)との比較により、希釈率を確認した。

すなわち、基準希釈器を接続したときのスパンガスに対する測定機の指示値をA、付属の希釈器により通常どおりスパンガスを発生させたときの指示値をBとすると、付属希釈器の希釈倍率Dは次式で求められる。

$$\text{付属希釈器の希釈倍率}(D) = (B/A) \cdot C$$

その結果、確認した台数の4割近くが、環境大気常時監視マニュアル等で目安としている希釈率精度±2%を外れており、±10%以上外れるものも珍しくない。希釈倍率のずれはそのまま測定データのずれにつながるため、希釈器の値付けは極めて重要である。

4. JCSS に基づく認定校正事業者

気体流量の特定二次標準器として「音速ノズル」が指定され、微少流量範囲についても計量法によるトレーサビリティ制度が確立されつつある。当社は、JCSS 校正事業者として認定された。認定事業者に必要なとされる条件は次の通りである。

国家標準により値付けされた「特定二次標準器」を所持していること。

ISO/IEC 17025 に適合する品質システムを維持していること。

所定の校正手順が定められ、不確かさの見積りを含めて文書化されていること。

手順書に従って校正を行う能力(要員、設備)があること。

技能試験(試験所間比較)において、不確かさの範囲で結果が一致していること。

5. 国家標準とのトレーサビリティと不確かさ

気体流量の国家標準(は独立行政法人産業技術総合研究所(産総研)にあり、当社では産総研で値付けされた音速ノズルを利用する流量校正システムを導入し、マスフローメーターをワーキングスタンダードとして、基準希釈器(島津、SGPD-1000)の値付けを行う(図参照)。これを現地に持ち込み、自動測定機の指示を比較することで付属希釈器を校正する。

各段階の校正においては、国家標準に対する不確かさを表示し、校正証明書に記載する。不確かさの要因としては、特定二次標準器の値付けの不確かさ、圧力・温度換算パラメータに係る不確かさ、マスフローの安定性や、校正の再現性に基づく不確かさなどがある。それらを見積もって合わせた「合成標準不確かさ」を2倍し、95%信頼区間に相当する「拡張不確かさ」で表示する。国家標準に対する不確かさの明示は、トレーサビリティが確保されて初めて可能となる。

この手順による校正値の不確かさは、測定機側の安定性によって異なるが、 $\pm 1 \sim 2\%$ である。

