

標準ガスの使い方について

令和元年7月1日

一般財団法人化学物質評価研究機構

化学標準部

標準ガスの使い方について

1. はじめに

一般に、自動車排ガス、煙道排出ガスなどをはじめとする各種大気汚染物質の濃度測定は、分析装置（濃度計）を用いて、濃度既知の標準物質（標準ガス）との比較測定によって行われます。これは、通常、物の質量を量る時に天びんを使用し、分銅との比較で質量を決めることに例えれば、天びんが分析装置、分銅が標準ガス、物の質量が汚染物質の濃度にそれぞれ相当するものと言えます。

従って、たとえ正しいサンプリングが行われ、精密な分析装置を用い、熟練した技術者が汚染物質の濃度を測定したとしても、その測定に際して基準となるもの（質量でいえば分銅）が不正確であれば、その測定結果は全く信頼性の乏しいものになることは言うまでもありません。

汚染物質の濃度は人の健康に直接係ってくることにもなるので、その測定値は十分に信頼性の高いものでなければなりません。

そこで、測定値の信頼性を得るために、トレーサビリティ体系に基づいた標準ガスの必要性を十分に認識し、これを正しく使用していただくために、標準ガスの使い方を作成しました。

2. 国家標準に基づく標準ガスの必要性

標準ガスは、汚染物質の濃度を測定する際の標準、すなわち分析装置の目盛値又は出力値の校正に用いられることから校正用ガスとも呼ばれ、校正の目的によって、零位調整標準ガス（通称ゼロガス：分析装置の最小目盛値の校正に使用）、スパンガス（分析装置の測定レンジにおいて最大目盛付近の目盛値の校正に使用）及び中間点ガス（分析装置の測定レンジにおいて最小目盛と最大目盛間の目盛値の校正に使用）と呼ばれます。

これらの標準ガスを用いて分析装置の目盛合わせがなされても、分析装置は使用している間に電源電圧の変動や検出器などの経時的要因による変動でゼロ点、スパン点の移動があるため、少なくとも使用前にゼロガスとスパンガスとで正しく調整しなければ信頼できる測定値は得られません。

また、測定値は、通常、標準ガスの濃度と分析装置の指示値との関係を示す校正曲線から求められますが、この校正曲線は、経時的要因で分析装置の性能が低下した場合、変動します。そのため、濃度の正しく値付けされた標準ガスを用いて校正曲線の定期的な確認が必要となります。

しかし、標準ガスは、濃度に経時変化を生じやすいため、適正な品質のものを正しい方法により使用しない場合には、正しい測定値が得られないなどの不都合を生じ、標準としての役割を果たさなくなります。

そこで環境計測の適正化及び信頼性の確保を図る観点から、標準ガスについて、トレーサビリティ体系に基づく国家標準の確立、標準供給体系の整備がなされ、計量法トレーサビリ

ティ制度（JCSS）に基づく信頼性の高い標準ガスが登録事業者によりJCSS 標準ガスとして供給されています。

更に、取引上又は証明上に使用する環境計測用濃度計については、計量法で検定が実施されるとともに、JCSS 標準ガスを濃度計の校正に使用することが定められています。なお、これら以外の計量にもJCSS 標準ガスの使用が望まれています。

3. JCSS 標準ガスのトレーサビリティ体系

国家標準につながるJCSS 標準ガスは、次の手順を踏み、供給されています（図参照）。

- ① 国立研究開発法人産業技術総合研究所により純度及び不確かさを付与された基準物質を用いて、経済産業大臣により指定された指定校正機関が濃度組成を確立した特定標準ガスを製造します。

この特定標準ガスは、質量比混合法で製造され、その濃度は製造時の各成分の質量比（物理量）によって決まります。

- ② 指定校正機関は、独立行政法人製品評価技術基盤機構により認定された登録事業者（ガスメーカー）が調製した標準ガスに、特定標準ガスを用いて値付けし、jcssロゴマーク付きの校正証明書を発行します。この標準ガスを特定二次標準ガスと呼びます。
- ③ 登録事業者は、自社で調製した標準ガス又は他から購入した標準ガスに、特定二次標準ガスを用いて値付けし、指定校正機関において濃度信頼性試験を受けます。この標準ガスをJCSS 標準ガスと呼びます。
- ④ 指定校正機関は、特定標準ガスを用いて持ち込まれたJCSS 標準ガスの濃度を測定し、付与された値付け値と測定値から表1及び表2の規格又は品質をもとに適合判定します（濃度信頼性試験）。

そこで、持ち込まれた全数について濃度信頼性試験に適合したJCSS 標準ガスをJCSS1級標準ガスと呼びます。また、申請本数の1/3 抜取りで持ち込まれたものについて濃度信頼性試験に適合したJCSS 標準ガスをJCSS 2級標準ガスと呼びます。零位調整標準ガスは、申請100 本に対し1本の抜取りで持ち込まれたものについて濃度信頼性試験に適合したものを品質ごとにJCSS 発生源用及び環境用零位調整標準ガスと呼びます。

- ⑤ 濃度信頼性試験に適合したJCSS 標準ガスは、登録事業者によりJCSS ロゴマーク付きの校正証明書とともにユーザーに供給されます。

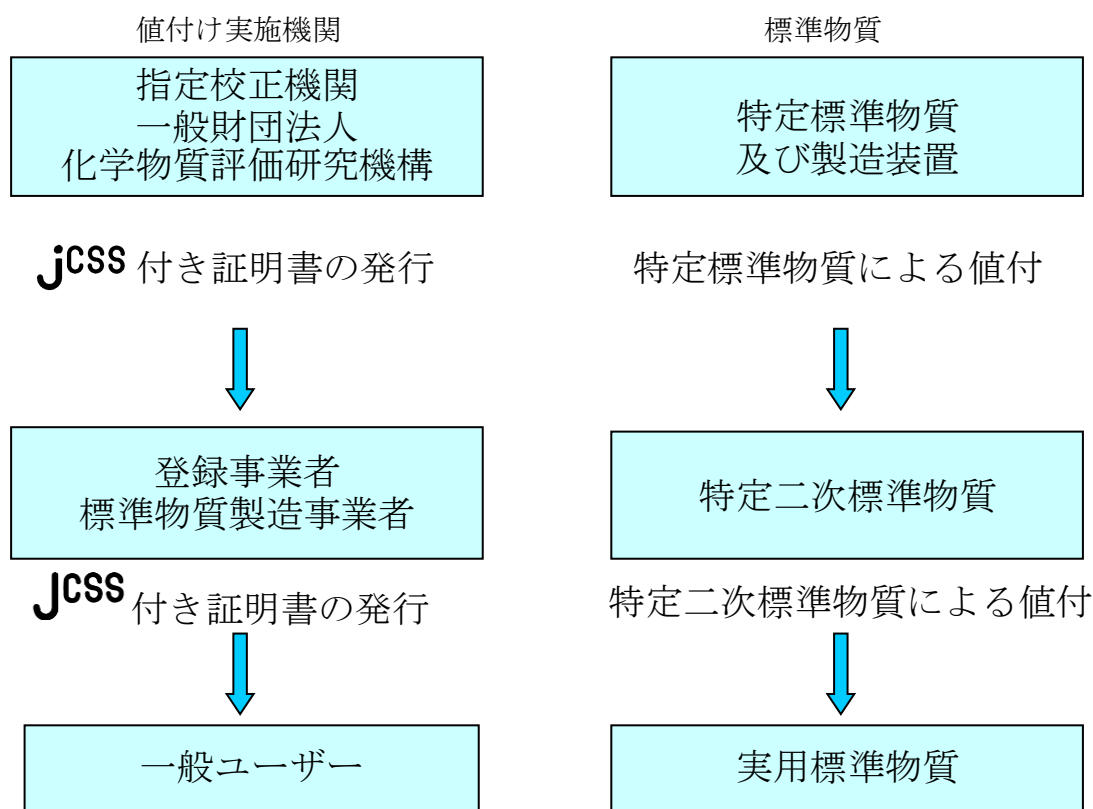


図 標準ガスの供給システム

4. JCSS 標準ガスの使用による信頼性の向上

JCSS標準ガスを使用することにより、次のような信頼性の向上を確保することができます。

- (1) 長さや質量と同様に国家計量標準あるいは国際的計量標準につながり、測定値の計量トレーサビリティが確保されます。
- (2) 計量証明事業者の評価向上につながります。
- (3) 正確な標準と正しい計測とにより、その事業者の測定に対する信頼性が向上します。
- (4) 分析装置の信頼性が確保されます。
- (5) 分析技術の向上につながります。

5. 標準ガス管理の必要性

標準ガスは、種類及び濃度域によっては経時変化等を起こしやすいので、その使用、保管及び貯蔵の適正な管理が必要とされます。また、高圧ガスですので、その取り扱いについても細心の注意をする必要があります。

標準ガスを適正に使用するための適切な指針がなかったり不十分であったりして、標準ガスの使用状況、管理状況等が必ずしも適正とはいえない場合があります。そこで、より多く

の人がJCSS 標準ガスを適正に使用していただくための指針として役立つように、標準ガス管理書「標準ガスの使い方」を作成いたしました。

次に示す管理書は、平成29年3月現在において計量法で登録事業者から供給されているJCSS 標準ガス及びその管理方法について、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が作成したものです。

標準ガスの使い方

第1章 総則

1. 目的

容器詰め標準ガスの購入、使用及び保管の方法等について、管理基準を定め、環境計測における計測の適正化及び信頼性の確保を図ることを目的とする。

2. 標準ガスの種類及び濃度範囲等

JCSSに基づき供給されているJCSS市販標準ガスを対象とする。

表1 JCSS市販標準ガスの種類と濃度範囲（零位調整標準ガスを除く）

種類	濃度範囲	規格 (%)	
		1級標準ガス	2級標準ガス
メタン標準ガス (空気希釈)	1 vol ppm ~ 50 vol ppm	±1.0	±2.0
プロパン標準ガス (空気希釈)	3 vol ppm ~ 500 vol ppm	±1.0	±2.0
プロパン標準ガス (窒素希釈)	150 vol ppm ~ 1.5 vol %	±1.0	±2.0
一酸化炭素標準ガス (窒素希釈)	3 vol ppm ~ 50 vol ppm	±1.5	±2.5
	50 vol ppm 超 ~ 15 vol %	±1.0	±2.0
二酸化炭素標準ガス (窒素希釈)	300 vol ppm ~ 16 vol %	±1.0	±2.0
一酸化窒素標準ガス (窒素希釈)	0.5 vol ppm ~ 1 vol ppm	—	±5.0
	1 vol ppm 超 ~ 30 vol ppm	±1.5	±2.5
	30 vol ppm 超 ~ 5 vol %	±1.0	±2.0
二酸化窒素標準ガス (空気希釈)	5 vol ppm ~ 50 vol ppm	±5.0	—
酸素標準ガス (窒素希釈)	1 vol % ~ 25 vol %	±1.0	±2.0
	98 vol % ~ 100 vol %	±0.1	—
二酸化硫黄標準ガス (窒素希釈)	0.5 vol ppm ~ 1 vol ppm	—	±5.0
	1 vol ppm 超 ~ 50 vol ppm	±1.5	±2.5
	50 vol ppm 超 ~ 1 vol %	±1.0	±2.0

注) JCSS市販標準ガスの濃度範囲については、登録事業者が保有する特定二次標準ガス濃度の上限値の+10% (相対値)、下限値の-20% (相対値) まで許容される。ただし、プロパン標準ガス (空気希釈) の下限値は2.8 vol ppmまで、高濃度酸素標準ガスの下限値は97.5 vol %まで許容される。

1級標準ガスとは、登録事業者が値付けした標準ガスのうち全数について、指定校正機関が濃度信頼性試験を実施したとき、測定濃度が表1の規格欄に掲げる1級標準ガスの規格以内のもの。

2級標準ガスとは、登録事業者が値付けした標準ガスのうち1/3を抜き取り、指定校正機関が濃度信頼性試験を実施したとき、測定濃度が表1の規格欄に掲げる2級標準ガスの規格以内のもの。

表3 零位調整標準ガス（ゼロガス）の種類と品質

種 類	品 質
発生源用零位調整標準ガス (空気又は窒素)	抜取り試験を実施したとき、共存成分が メタン濃度 0.5 vol ppm 以下、 一酸化炭素濃度 1.0 vol ppm 以下、 二酸化炭素濃度 1.0 vol ppm 以下、 二酸化硫黄濃度 0.1 vol ppm 以下及び 窒素酸化物濃度（一酸化窒素＋二酸化窒素）0.1 vol ppm 以下 のもの
環境用零位調整標準ガス (空気)	抜取り試験を実施したとき、共存成分が 二酸化硫黄濃度 0.005 vol ppm 以下及び 窒素酸化物濃度（一酸化窒素＋二酸化窒素）0.005 vol ppm 以下 のもの

3. 標準ガスの管理

標準ガスの使用事業者は、標準ガス管理責任者を置き、標準ガスの購入、使用、保管等について規定類を作成し、台帳を備えて、標準ガス管理責任者に管理させることが望ましい。

第2章 購入

4. 購入

標準ガスを購入する場合は、購入台帳を備え、納入後直ちに表示事項（JCSS の標章付き校正証明書、ガスの種類、濃度等）の確認を行う。

購入台帳には、次のような事項を定める。

- ① 購入年月日又は校正証明書発行年月日
- ② 購入業者
- ③ 容器記号番号
- ④ 標準ガスの種類、濃度
- ⑤ 容器所有者の区分
- ⑥ メーカーの保証する有効期限
- ⑦ その他必要事項

第3章 使用

5. 標準ガスの使用

ほとんどの分析装置（濃度計）は、繰返し性や安定性が良くても、使用の都度、標準ガスを用いて、ゼロ・スパン調整を行い、分析装置の目盛校正、校正曲線の修正等を実施しなければ正確な測定ができない。

そこで、分析装置を使用する場合は、測定値の信頼が確保できるようにJIS K 0055（ガス分析装置校正方法通則）によって校正して使用することが望ましい。

計量法が適用される取引上及び証明上の計量に用いる濃度計（特定計量器）は、計量法施行令第3条（濃度計の使用方法）により、JIS K 0055 による校正及びその校正にJCSS標準ガスを使用することと規定している。

6. 標準ガスによる分析装置の校正方法

標準ガスを用いてガス分析装置を校正する場合は、JIS K 0055（ガス分析装置校正方法通則）に従って行う。

ガス分析装置の種類ごとに、これに準拠した校正方法作業標準手順書（SOP）を定めておくことが望ましい。

なお、容器詰め標準ガスには、品質によって等級があるので、使用目的によって表3のように使い分けることが望ましい。

表3 JCSS 標準ガスの等級別適用例

等級	適用例
1級標準ガス	地方自治体の取締りにおける濃度計の目盛校正用 環境計量証明事業所における濃度計の目盛校正用 公共性の高い企業における“証明上の計量”に使用する濃度計の目盛校正用 計器メーカーにおける濃度計の目盛定め及び目盛校正用 その他信頼性の高い測定を必要とする場合の濃度計の目盛校正用 校正用ガス調製装置の原料ガス用 校正用ガス調製装置による発生ガスの濃度確認用 濃度計の定期校正用
2級標準ガス	濃度計の日常校正用

ガス分析装置校正作業手順書の例（非分散型赤外線式二酸化硫黄濃度計の場合）

(1) 日常校正

日常校正では、ゼロ・スパン調整を測定開始・終了時のほか、必要に応じて8時間、24時間、1週間、1か月などを周期として行う。

ゼロ・スパン調整は、ゼロガス及びスパンガスを用意して、次の手順で行う。

- ① 分析装置が定常状態に達したことを確認する。
- ② ゼロガスを設定流量で導入し、指示が安定した後、ゼロ調整を行う。
- ③ スパンガスを設定流量で導入し、指示が安定した後、スパン調整を行う。
- ④ 必要に応じて、②及び③の操作を繰り返して行い、ゼロ、スパンそれぞれの指示が指定の繰り返し性内で一致したことを確認する。

注) ここでいうゼロ及びスパン調整は、連続分析装置の方法であり、ガスクロマトグラフなどの間欠式分析装置は、①～②に準じて基線（ベースライン）の安定性及び指示値の繰り返し性を確認する。

ゼロ調整及びスパン調整は、ゼロドリフト及びスパンドリフトを考慮し、最小目盛値付近及び最大目盛値付近に調整する。

なお、ゼロ及びスパン調整の代わりに、測定対象ガス濃度を挟む2段階の中間点ガスを用いて校正点を調整しても良い。

(2) 定期校正

定期校正は、通常1か月、3か月、6か月など、少なくとも1か年を超えない期間を周期として行う。また、分析装置の設置時、修理後などにも行う。

定期点検は、次の手順で行う。

- ① (1)の要領で分析装置のゼロ・スパン調整を行う。
- ② 分析装置の使用測定段階（レンジ）の最大目盛値のおおよそ20 %、40 %、60 %、80 %及び100 %を指示する濃度の二酸化硫黄標準ガスをゼロ・スパン調整したときと同一条件で分析装置に導入し各濃度に対する分析装置の指示値を読み取る。なお、校正点があらかじめ指定されている分析装置は、その指定された点又は目盛値とする。また、分析装置の直線性が確認されているものは、ゼロ点及び試料ガスより高い濃度の2点、又は試料ガスより低い濃度及び高い濃度の2点を校正点としても良い。
- ③ ②の操作をそれぞれ2回以上繰り返して行い、指定の繰り返し性内で一致した指示値の平均値をとる。
- ④ 二酸化硫黄標準ガスの濃度と分析装置の指示値との関係を求め、これを校正曲線とする。
- ⑤ 定期校正では、既に作成されている校正曲線が①～④の方法によって校正した場合に、分析装置に定められた指示誤差内で一致するかどうかを調べ、一致するように分析装置の維持管理を行う。

7. 使用上の注意

標準ガスは、下記の手順に従って使用する。

- (1) 使用する標準ガスの表示事項（種類、濃度、メーカー指定の使用期限）及び容器内圧力を確認する。
- (2) 容器の設置場所は、直射日光を避け、温度変化の少ない場所を選び、かつ計測器に近く、操作しやすいように配慮する。
また、容器は使用中に地震等によって移動や転倒しないように、くさり、ロープ等を利用して、柱、壁面、実験台等に固定しておく。
圧力調整器を付けたまま容器を横倒しにしておくと、振動等により容器のバルブ付近からガスが噴出することがあるため、容器はできるだけ直立させて使用するのが良い。止むを得ず容器を横倒しにして使用する場合には、容器が転がらないように支持具を用いて、圧力調整器が床面に接触しない状態で固定しておく。
- (3) 標準ガスを必要な圧力で供給できるように、容器に自動圧力調整機構をもつ圧力調整器を取り付ける。
- (4) 圧力調整器とガス分析装置とを配管し、接続部分からガス漏れのないことを確認する。そのためには、各接続部分に石けん水、市販発泡液等を筆などで塗りつけて泡の発生しないことを確認するのが良い。ガス漏れがある場合には、接続部分の増し締め等を行う。
- (5) 標準ガスを用いて、あらかじめ圧力調整器及び配管内のガス置換を十分に行う。
- (6) 使用場所の火気、換気等に十分な注意を払うと共に、排出ガスは安全な場所に放出できるように配管を行い、作業者の安全の確保に留意する。
- (7) ガスの使用後は、完全に容器バルブを閉める。特にSO₂、NO、NO₂等の吸着性及び腐食性の強いガスを取り扱ったときは、配管系に窒素等を流して十分に洗浄を行い、配管等を取り外すか、もしくは蓋をしておく。

8. 器具及び配管の取り扱い

標準ガスを使用する際に必要な器具及び配管は、ガスがその内部を通過する間に濃度が変化しないように、次のような適切なものを選ぶ。

- (1) 圧力調整器には、内部のガス置換を完全に行うことが難しいものもあるので、できるだけ構造が簡単で遊び空間の少ないものを使用する。
注) 吸着性の強いSO₂、NO、NO₂等の低濃度ガスに対しては、内部のガス置換が容易にできる遊び空間の少ないニードルバルブがある。
- (2) 圧力調整器には、ガスが直接接触する箇所の材質が使用ガスに対して腐食性や吸着性の小さいものを選ぶ。このためには、できるだけ本体部がステンレス鋼製でダイヤフラム部の材質がテフロン、ステンレス鋼等のものを用いることが望ましい。特にSO₂、NO、NO₂等のガスに用いる圧力調整器は、可能な限り本体部分がステンレス鋼製のものを使用する。
- (3) 圧力調整器は、ガス漏れ、指示の狂い、破損などを生じることがあるので、定期的に点検を行い、異常のないように十分な保守管理をする。
- (4) 圧力調整器は、多種類のガスと共用した場合、残存ガスによる影響があるため、標準ガスの種類及び濃度ごとに専用のものを用いる方が良い。同種類のガスであっても、高濃度ガスを流したものを低濃度ガスに適用した場合には、吸着等による高濃度ガスの影響を受けることが少なくないので、そのような使い方は避ける。
- (5) 配管の材質は、吸着性、反応性及び透過性の小さいものを使用する。ゴムやテフロン、塩化ビニル等のプラスチック材は、空気中の水分、酸素等の汚染があるので注意が必要である。これらの材質のうち、テフロン以外のは、吸着性の強いSO₂、NO、NO₂等のガスには使用しないようにする。吸着性、反応性及び透過性の少ない材質としてはステンレス鋼があり、これはあらゆるガスの配管に適用できる。
- (6) 配管は、必要以上の長さのものは使用しない。配管が長い場合は、内部のガス置換やガス組成の安定化に長時間を要するので望ましくない。ゼロガス用配管は、集中配管により数十mの長さに及ぶ場合が少なくないが、この際には内部のガス置換に十分注意する。
- (7) 配管は、残存ガスによる汚染の影響を避けるため、標準ガスの種類及び濃度ごとに専用のものを用いる方が良い。高濃度ガスの配管に止むを得ず低濃度ガスを流す場合等には、高濃度ガスの影響を受けることが少なくないので、低濃度ガスで十分洗浄を行う。
- (8) 新たな圧力調整器や配管に吸着性の強い低濃度ガスを導入した場合、配管内での吸着等の影響により、ガスの組成が安定するまで相当な時間がかかるため、分析装置の指示が安定するまで、あらかじめ配管内にガスを流し続けておく必要がある。

9. 有効期限

JCSSでは、値付け時の濃度について保証していることから、有効期限を設定していない。しかし、標準ガスは、種類によって濃度が経時的に変化するものがあり、供給者である登録事業者は独自に保証期間又は貸与期間として有効期限を設定している。

強制力はないものの、使用者としては設定された期間内の使用が、精度管理として必要となる。したがって、設定された期間が過ぎたものは、十分な残圧があっても新しいものと交換することが望ましい。

10. 残圧

標準ガスは残圧が少なくなると、ガス濃度が変化することがあるため、高圧ガス容器詰めものは、残圧が1 MPa 程度になったら新しいものと交換することが望ましい。

第4章 保管

11. 保管

容器詰め標準ガスを保管する場合は、保管台帳を備えて標準ガスの使用状況（残圧等）、有効期限等を管理し、品質に異常が生じないようにする。

また、地震等による容器の転倒には十分に注意して、固定措置に異常のないことを定期的に点検し、安全の確保を図る。

保管場所及び保管方法は次による。

なお、次の事項は、高圧ガス保安法一般高圧ガス保安規則にも規定されている。

(1) 保管場所

- (a) 保管場所は直射日光、雨水、火気等を避けると共に、特に定めがあるものはその指示に従う。

なお、できる限り専用の保管場所を確保しておくことが望ましい。

注) 容積300 m³以上の高圧ガスを貯蔵するときは、法に基づく記述基準に従って貯蔵所を設置し、都道府県知事の許可を受けた上で貯蔵しなければならない。

- (b) 可燃性ガス、毒性ガスの保管場所には、「火気厳禁」等の標示を外部から見やすい場所に掲げておく。

また、できる限り消火器を常備すると共に、ガス漏洩検知器を設置するのが良い。

(2) 保管方法

- (a) 容器は、キャップを取り付け、保管中に移動や転倒しないように、くさり、ロープ等を利用して柱、壁面等に固定しておく。
- (b) 容器の温度は常に40 °C以下に保つ。
- (c) 可燃性ガス、毒性ガス及び酸素の充てん容器等は、それぞれ区分し、同一の場所には置かない。
- (d) 充てん容器と空容器は、区分して所定の場所に置く。

第5章 雑則

12. 関係法律・省令

関係法律・省令として、高圧ガス保安法（昭和26年6月7日制定）、高圧ガス保安法一般高圧ガス保安規則（通商産業省令53号、昭和41年5月25日制定）等があるので、これらを遵守する。

参 考

1. 計量法等の抜粋（一部理解し易いように文章を加工してあります。）

(1) 計量法

第18条（使用方法等の制限）

特定の方法に従って使用し、又は特定の物若しくは一定の範囲内の計量に使用しなければ正確に計量することができない特定計量器であって政令で定めるものは、政令で定めるところにより使用する場合でなければ、取引又は証明における計量に使用してはならない。

(2) 計量法施行令

第2条（特定計量器）

政令で定める特定計量器においてガスの濃度計関係は次のとおりである。

- ① ジルコニア酸素計（測定可能最高濃度：5 vol %以上25 vol %以下）
- ② 溶液導電率式二酸化硫黄濃度計（測定可能最高濃度：50 vol ppm 以上）
- ③ 磁気式酸素計（測定可能最高濃度：5 vol %以上25 vol %以下）
- ④ 紫外線式二酸化硫黄濃度計（測定可能最高濃度：50 vol ppm 以上）
- ⑤ 紫外線式窒素酸化物濃度計（測定可能最高濃度：25 vol ppm 以上）
- ⑥ 非分散型赤外線式二酸化硫黄濃度計
- ⑦ 非分散型赤外線式窒素酸化物濃度計
- ⑧ 非分散型赤外線式一酸化炭素濃度計（最小目量100 vol ppm 未満、及び最小目量100 vol ppm 以上200 vol ppm 未満でかつ測定可能最高濃度が5 vol %未満のもの）
- ⑨ 化学発光式窒素酸化物濃度計（測定可能最高濃度：25 vol ppm 以上）

第9条（使用方法等の制限に係わる特定計量器）

法18条の政令で定めるガスの濃度計関係の特定計量器を取引又は証明における法定計量単位による使用するときは、経済産業省令（計量法施行規則）に定める方法による調整をして使用すること。

(3) 計量法施行規則

第3条（濃度計の使用方法）

JIS K 0055（ガス分析装置校正方法通則）に適合する方法であって、法143条により認定された登録事業者が特定標準器による校正等をされた標準物質又はこれに連鎖して段階的に標準物質の値付けされたもの（特定二次標準物質等）による標準物質の値付けを行ったものを使用すること。