

標準物質の値付けの実施について 標準物質（標準ガス）：エタノール標準ガス（範囲の拡大）

1. 背景

アルコール測定器の校正等において、国際単位系にトレーサブルな標準ガスの要望の高まりから、平成 13 年にエタノール標準ガスが特定標準物質として告示され、100 vol ppm 以上 500 vol ppm 以下の濃度範囲のエタノール標準ガスの供給が可能となった。

その後、飲酒運転が原因の死亡事故が相次ぎ発生したため、法・規制の罰則規定が厳しくなり、平成 21 年に国土交通省事業用自動車に係る総合的な安全対策検討委員会により発表された「事業用自動車総合安全プラン 2009」では、飲酒運転の根絶のための重点施策として「点呼時におけるアルコールチェッカーの使用の義務付け」、「飲酒運転に対する行政処分の強化」、「アルコール・インターロック装置の普及」が具体的に記されている。このような飲酒運転の根絶への動きから、道路運送法旅客自動車運送事業運輸規則及び貨物自動車運送事業輸送安全規則が改正され、平成 23 年 5 月 1 日より、運送事業者が運転者に対して実施することとされている点呼において、酒気帯びが無いことをアルコール検知器等を用いて確認し、記録及び保存を行うことが義務付けられた。なおこれら省令における酒気帯びの有無は、道路交通法に規定する呼気中のアルコール濃度 0.15 mg/L (約 80 vol ppm) 以上であるか否かを問わないものである。この酒気帯びが無いことの確認に用いる検知器に対して、アルコールを検知することを定期的に確認することが義務付けられており、検知器の確認を確実にするために国家計量標準へのトレーサビリティが確保されたより低濃度範囲のエタノール標準ガスの要望が測定機器メーカー等から高まってきている。

また、国土交通省により、「呼気吹込み式アルコール・インターロック装置の技術指針」が平成 24 年 4 月 4 日に策定されたが、この技術指針には乾燥試験ガスを用いた性能試験に関する記載があり、これに供するエタノールガス濃度は現在の供給濃度範囲よりも低濃度であるため、より低濃度範囲のエタノール標準ガスが測定機器メーカー等で必要とされている。

これらの規制強化に応えるため、これまで 100 vol ppm 以上 500 vol ppm 以下であったエタノール標準ガスの供給範囲を 20 vol ppm まで拡大することとし、今般、低濃度のエタノール標準ガスの値付けの実施が技術的に可能となったので、特定標準物質を用いて行う標準物質の値付け(特定標準器による校正等)における範囲の拡大を行うこととしたい。

2. 特定標準物質

エタノール標準ガスであって、一般財団法人化学物質評価研究機構が保管する標準ガス製造用精密天びん、標準ガス調製装置及び分析計測装置を用いて製造されたもの

3. 特定標準器による校正等（特定標準物質を用いて行う標準物質の値付け）の不確かさ

特定標準物質を用いて行う標準物質の値付けの不確かさは、以下に示す中間原料、特定標準物質の製造に用いる希釈ガス、特定標準物質の秤量（天びん）、特定標準物質製造の再現性、特定標準物質の保存安定性、標準物質の濃度測定それぞれの不確かさを合成して求めた。

中間原料としては、既に供給されている濃度範囲である 500 vol ppm の特定標準物質を用いるが、この中間原料の製造に際しては、国立研究開発法人産業技術総合研究所計量標準総合センター（NMIJ）において値付けがなされた高純度エタノールの認証標準物質（NMIJ CRM）を基準物質として用い、質量比混合法により行われる。したがって、中間原料の不確かさは、基準物質の特性値の不確かさ及び 500 vol ppm の特定標準物質の調製の不確かさを合成したものを用いた。

特定標準物質の製造に用いる希釈ガスの不確かさは、希釈に用いる高純度窒素及び高純度空気について、一酸化炭素濃度、二酸化炭素濃度、全炭化水素化合物濃度、二酸化硫黄濃度、一酸化窒素濃度及びエタノール濃度を測定して求めた。

指定校正機関が保管する標準ガス製造用精密天びんは、NMIJ により校正された分銅を用いて校正されている。また、高圧ガス容器はタラ法により秤量されるため、温度・湿度及び気圧の変化による浮力の変化が秤量値及び秤量値の不確かさに与える影響は小さくなる。そのため質量比混合法における不確かさの要因として最も大きなものは、秤量の繰り返し性となる。この値に対して実際の製造の際に秤量されるガスの質量から製造の不確かさを求め、特定標準物質の秤量（天びん）の不確かさとした。

特定標準物質製造の再現性の不確かさは、3 本の標準ガスを製造して、実際の濃度のばらつきを評価して求めた。

特定標準物質の保存安定性評価のために、保存安定性評価用ガス（20 vol ppm）3 本を製造し、別途それを測定するための校正用標準ガス（50 vol ppm, 35 vol ppm 及び 20 vol ppm）を 1 本ずつ製造した。校正用標準ガスは、保存安定性評価用ガスと同時に製造し、製造から 6 か月後及び 12 か月後に再度製造した。製造した保存安定性評価用ガスを、製造直後、製造から 6 か月後及び 12 か月後に測定し、保存安定性評価用ガスの経時的な濃度変化を求め、6 か月間の経時濃度変化を特定標準物質の保存安定性の不確かさとした。

標準物質の濃度測定の不確かさは、濃度拡大範囲の中で最も相対不確かさが大きくなることが予想される 20 vol ppm 校正用標準ガスについて 10 回繰返し測定を行い、濃度の実験標準偏差から標準不確かさとして計算したのものを用いた。

以上の不確かさは、全て濃度に対する相対標準不確かさ(%)として求め、それらを二乗和した正の平方根を合成標準不確かさとし、包含係数 ($k=2$) を乗じて拡張不確かさを求めた（下記、表 1 および表 2 参照）。

表1 特定標準物質を用いて行う標準物質の値付けの不確かさバジェット表（窒素希釈）

特定標準物質					標準物質の	合成標準	拡張不確
中間原料 の不確か さ	希釈ガス の不確か さ	秤量（天びん） の不確かさ	製造の再現性 の不確かさ	保存安定性 の不確かさ	濃度測定 の不確かさ	不確かさ	かさ ($k = 2$)
(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)
0.30	0.0015	0.01061	0.30	0.1059	0.03612	0.4389	0.9

表2 特定標準物質を用いて行う標準物質の値付けの不確かさバジェット表（空気希釈）

特定標準物質					標準物質の	合成標準	拡張不確
中間原料 の不確か さ	希釈ガス の不確か さ	秤量（天びん） の不確かさ	製造の再現性 の不確かさ	保存安定性 の不確かさ	濃度測定 の不確かさ	不確かさ	かさ ($k = 2$)
(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)
0.35	0.0015	0.01061	0.50	0.1094	0.04242	0.6216	1.3

4. 計量法第135条第1項に基づく校正実施機関

一般財団法人化学物質評価研究機構

5. 特定標準器による校正等を行う標準物質及び校正等の期間（校正等の周期）

計量器の校正等を行う標準物質	期間
エタノール標準ガスのうち、窒素または空気希釈のものであって、濃度が20 vol ppm以上100 vol ppm未満のもの	6月

6. トレーサビリティの体系図

