

第28回センシングフォーラム 投稿原稿

テーマ：分析天びんの基本性能に関する考察

(英題：Consideration about basic performance of analysis
balance)

発表者：(株) エー・アンド・デイ 第1設計開発本部
出雲直人、深見雄二、佐藤嘉國

主催：S I C E (社) 計測自動制御学会計測部門

協賛：応用物理学会、次世代センサ協議会、
センシング技術応用研究会、電子情報通信学会、
電気学会、日本機械学会、精密工学会、他

期日：2011年10月13日(木)、14日(金)

会場：慶應義塾大学・日吉キャンパス・来往舎
(神奈川県横浜市港北区)

分析天びんの基本性能に関する考察

マイクロ天びんの設置環境を含む性能評価方法の提案

(株)エー・アンド・デイ 第一設計開発本部 ○出雲直人 深見雄二 佐藤嘉國

Consideration about basic performance of analysis balance

Suggestion of performance evaluation method including the installation environment of the microbalance

Naoto Izumo, Yuji Fukami, Yoshikuni Sato A&D Company Limited

Higashi-Ikebukuro, Toshima-ku, Tokyo 170-0013 Japan

Abstract

Sometimes operators of analytical balances have suspicions or questions on how accurate the weighing data is depending on the ambient conditions where the balances are installed. Lately the proof of weighing performance is required because of the regulation PM2.5 or USP that is defined the minimum-weighing.

This is a proposal for a new evaluation method of weighing performance in each ambient conditions where the micro-balances are used, and also a report of the result of this method.

Keyword

micro-gram, weighing environment, minimum-weighing

1)はじめに

電磁平衡式電子天びんと呼ばれる製品が世に出て 40 年以上の年月を経ています。現在では分析天秤の代表的仕様:秤量 200g×最表示 0.1mgとなる分析天びんが色々な計量現場で使用されており、秤量数百g×最小表示 0.01mgとなるセミマイクロ天秤、最小表示 0.001mg(1 μ g)となるマイクロ天秤、最小表示 0.0001mgのウルトラマイクロ天秤までが製品化されています。また、分析天びんでは、秤量÷最小表示が 1000 万分の1を超える高分解能力が進んでいます。特に1 μ gは1円玉を 100 万分の1に分割した1個の微小な質量となり、その計量精度には温湿度変化だけでなく、重力加速度、気圧、振動などの環境外乱が影響を及ぼす事が明らかになっています。しかし、計量環境への外乱となる要因は明らかであっても、その外乱による計量性能への実際の影響を判断することは難しく、業界では事実上出来ないこととされていました。それは、外乱としてのパラメータが多く、また時間経過による変化となり、定量化が容易でないことが原因となっていました。【1】

その結果、例えば分析天びん本体の不調が問題なのか、また、環境外乱が原因となって得られる計量値が不安定なのか、判断できませんでした。原因が確定されない為、当然その改善提案はなされず、天秤の使用者は計量作業や計量結果に対して常に不安を持っていて、かつ具体的には解決できない状況が放置され続けていると言えます。このような背景を考慮し、分析天びんの使用現場における上記問題を解決すべく計量環境評価を可能とするツールを提案し、この手法を用いることで、天秤の設置された実使用環境下での計量性能を明らかにすることに成功しました。また一連の評価手法から計量性能を確定し、最終的には計量性能の改善を目的とした、計量環境の改善提案を可能としました。

2)新しく開発した『計量環境評価ツール』AND-MEET について

電子天びんを含む計量器の設置環境を評価する手法として『計量環境評価ツール:AND-MEET(Measurement Environment Evaluation Tool)』【2】を提案します。AND-MEET(以下 MEET と表記)では、計量器に内蔵される校正用分銅を利用して、分銅の架け替えを長時間繰り返し、約 3000 個の計量データを記録します。データとして得られた内蔵分銅値から分銅を解除した時のゼロ点を差し引き、約1日に渡るスパン値を計算します。そして、時系列

で得られたスパン値から隣り合う10個の標準偏差を計算する事で繰返し性を求めます。この繰返し性の数値を縦軸として、横軸を時間軸としてグラフ化すると、例えば24時間に及ぶ計量性能(繰返し性)を確認することが可能となります。また、計量データと同時に、天びんに内蔵された温度センサの出力や、湿度センサ、気圧センサなどのデータを記録し、横軸が時間軸となるグラフを作成することで上記繰返し性と環境変化の相互作用を評価することができます。

3) AND-MEET の実施結果について

3-1) 温度変化のある環境

ある大学での MEET の実施結果を Fig-1 に示します。このグラフは、最小表示が $1\text{ }\mu\text{g}$ となる分析天びんのゼロ点、秤量値:スパン値(内蔵分銅値-ゼロ点)を縦軸左側に表示したものです。なお、この天びんの内蔵分銅値は約 20g となっており、スパン値はその値を示しています。横軸が時間で今年の2/17日17:00~2/18日17:00までの24時間、温度変化は縦軸右側で、一日で $19\sim 22^{\circ}\text{C}$ の約 3°C の変化が確認されます。またゼロ点と秤量:スパン値(内蔵分銅値-ゼロ点)は一目 $500\text{ }\mu\text{g}$ に相当します。グラフは電子天びんを設置し通電した直後からのデータとなり、グラフから通電直後から温度が $+3^{\circ}\text{C}/5$ 時間程度上昇し、この間ゼロ点の上下変動が幅で 1.5 mg 程度発生し、スパン値も $+0.5\text{ mg}$ 変化しています。その後温度が $-3^{\circ}\text{C}/12$ 時間直線的にゆっくり低下するに伴い、ゼロ点の変化量が減少し、それに伴いスパン値も $-300\text{ }\mu\text{g}$ とゆっくり低下する傾向を示しています。そして、温度変化が最も小さくなる2/18(日)10時から16時までの約6時間でゼロ点は $-300\text{ }\mu\text{g}$ と減少しますが、スパン値の変動は $-100\text{ }\mu\text{g}$ 程度と小さくなることが判断されます。

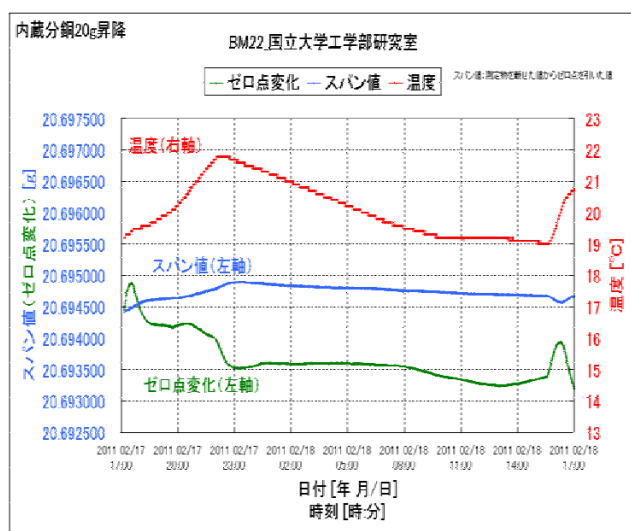


Fig.1 温度・ゼロ点・スパン値の24時間変化

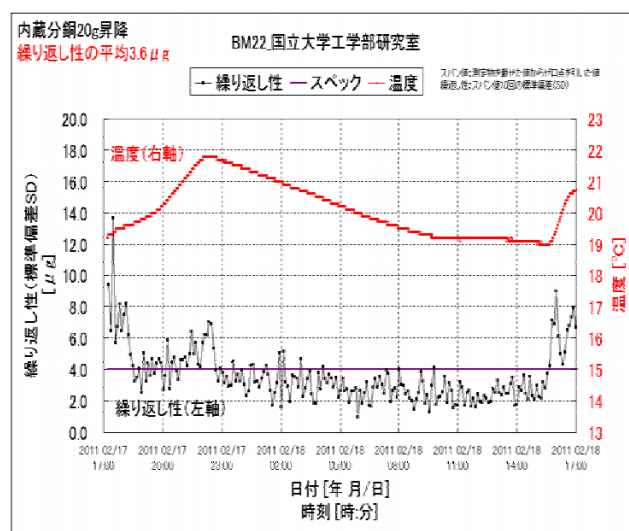


Fig.2 スパン値の繰返し性と温度変化

Fig.2は Fig.1のグラフから隣り合うスパン値10個の繰返し性(再現性: σ_{n-1})を計算したものです。各10個の再現性のデータが一つのポイントとして表されており、隣り合う繰返し性のポイントが線で繋いであります。設置直後の繰返し性は約 $10\text{ }\mu\text{g}/20\text{g}$ と大きく繰返し性不良が発生し、温度が上昇する間は $4\sim 6\text{ }\mu\text{g}$ とやや悪い値となっています。それ以降、温度が比較的ゆっくり低下する時間帯では、 $2\sim 4\text{ }\mu\text{g}$ の良い再現性が得られています。2/18(日)の10時~15時過ぎまでは、最も温度が安定し、 $2\sim 3.5\text{ }\mu\text{g}$ となり、製品のカタログスペック $\sigma = 4\text{ }\mu\text{g}/1\text{g}$ を十分満足する性能の得られる事が証明されました。

この天びんを設置した研究室は、東京にある国立大学の工学部で、エネルギー関連の材料研究をおこなっていました。実際に現場に出向いて理解された事です、研究室には大型の高温熱処理炉があり、毎日夕方17時からは炉に電気が入り、22時に電気が切れます。このため部屋の温度が毎日夕方から上昇するとの事でした。

高温になる熱処理炉がある部屋に、マイクロ天びんを置く事はお勧めできませんでしたが、MEET の実施結果を説明し、炉が非通電となる昼間の時間帯に計量作業を行うことでマイクロ天びんとしての基本性能が出ている事を説明し、先生の了解を得ることができました。

3-2) 建物に振動がある場合(除振台のあるなし)

台風が通過した時の繰り返し性への影響について説明します。Fig.3、4は台風が通過した時の温度変化とスパンの繰り返し性のグラフとなります。このデータを取った2010年の10月30日は台風14号(975hPa)の通過に伴う荒れ模様の天候が、翌日の未明まで続いていました。温度変化は 0.5°C 以下と僅かですが、Fig.3ではスタート時点では $3\mu\text{g}$ 程度であった繰り返し性が、次第に悪化し、平均で $14\mu\text{g}$ 程度となりその後、徐々に改善して行きます。この時隣りで同時にデータを取った、別のマイクロ天びんでは、繰り返し性は数時間に及ぶ何回かの時間帯を除き、 $3\mu\text{g}$ 程度と安定しています。

この2台の天びんでは、除振台の使用、不使用の違いがあり、Fig.4の天びんは除振台の上に載っていました。

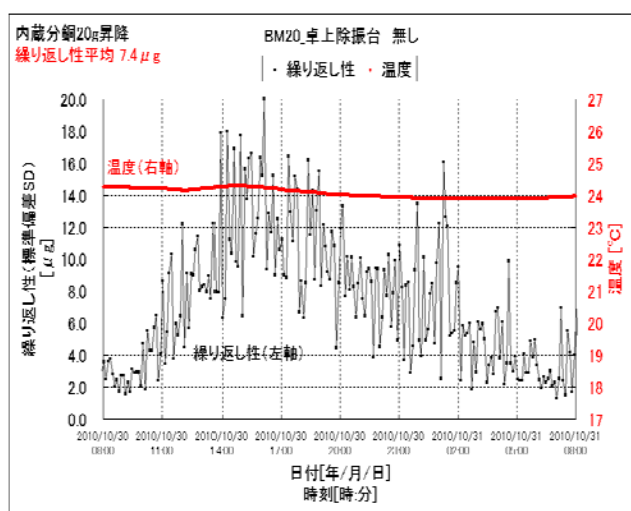


Fig.3 台風通過時 除振台なし

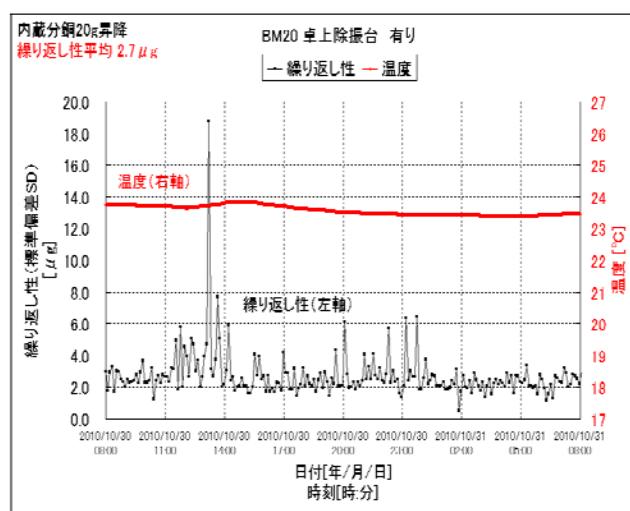


Fig.4 台風通過時 除振台あり

また、以降は推測となりますが、台風による気圧変動は除々に起きるので、ゼロドリフトには影響しても、スパン値の繰り返し性には関与しないと判断されます。しかし、台風が通過するときには気圧変動に伴う風が発生し、その影響により建物が揺らぐことが考えられます。この建築物の揺らぎは人に感じられなくても、特に感度の高いマイクロ天びんには、大きな影響が及ぶようです。Fig.3、4の結果から、除振台は建物の僅かな揺れから分析天びんを隔離し、計量値をより安定させる一定の効果があると判断されます。

3-3) エアコンの吹き出し口の影響がある場合

分析天びんが使用される研究室では、多くの場合、空調施設による室温管理がなされています。この事は天びんにとっては必ずしも良い結果を招きません。それは、空調を積極的に実施することで、温度の安定化はなされても、詳細に見ると、温度を一定値に維持するための、微小な温度制御が絶えず続くことになり、その微小温度変化に分析天びんの感度が追随し、計量値の微小変化として表われるためです。

Fig.5、6はエアコンで制御された部屋にマイクロ天びんを配置した時のグラフとなります。天びんに内蔵された温度センサーの出力は、 0.1°C 程度の小刻みな変化を示しており、それに伴いゼロ点変動しています。この時、温度変化としては一日で 0.5°C と大変小さいのですが、繰り返し性は約 $5\mu\text{g}$ で、バラツキも大きくなる結果が得られています。一方、天びんを卓上風防で覆い、部屋に対する開放空間を狭めて、エアコンによる直接の風の影響を防いだ場合となる、Fig.7、8では、その時の温度変化は1日で 2°C と大きいのですが、天びんの感じる温度

の小さな変化と、それを原因としたゼロ点変動が無くなり、繰り返し性も平均で $4\mu\text{g}$ 以下と小さくなっています。また、Fig.6に確認される7/13 6:00頃の繰り返し性悪化は計量していた埼玉県からは200km以上離れた地点で発生した地震(5:47 福島沖 M5.3)によるものと判断されます。

これらのデータはエアコンから発生する風による計量値への影響を判断できた良い例であると判断されます。また、Fig.8で得られた繰り返し性 $4\mu\text{g}$ を、より改善するには防風対策を強化する必要があると判断されます。

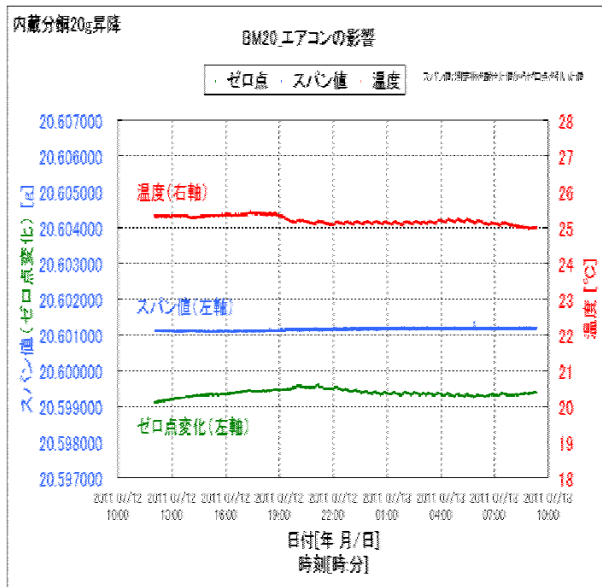


Fig. 5 エアコン対策前

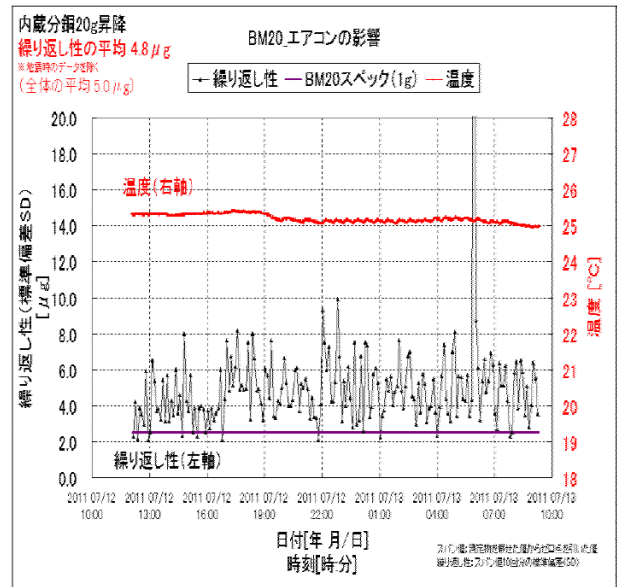


Fig. 6 エアコン対策前

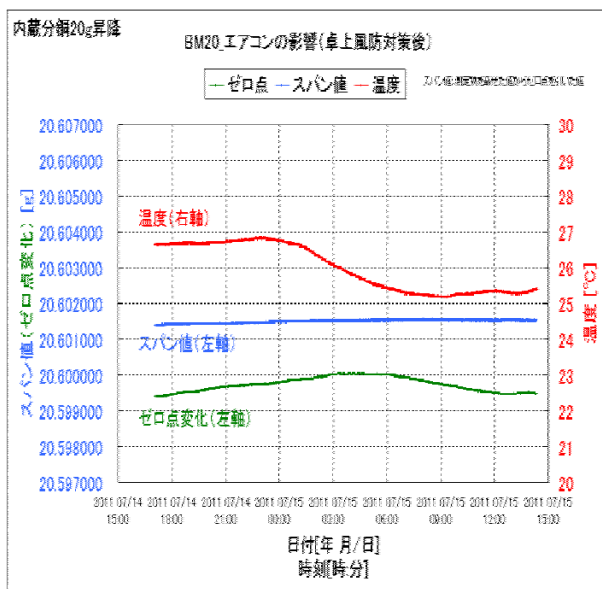


Fig. 7 エアコン対策後

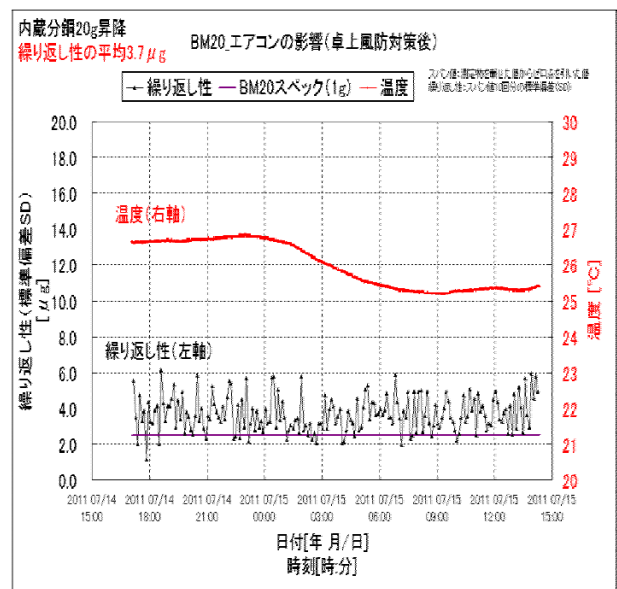


Fig. 8 エアコン対策後

3-4) 湿度変化による影響

分銅の校正事業を予定されている場所において、マイクロ天びんを質量比較器として導入検討した時のデータについて Fig.9、10 で説明します。

天びんが設置された場所は、厚いコンクリートに被われた部屋となります。この部屋に天びんを設置し、その後エアコンを動作させると同時に MEET をスタートしました。温度変化は僅かで 1℃以下となりスパン値の繰り返し性は 1.8 μ g と大変良いデータが得られました。しかし、ゼロ点の変動が +5mg/日 と大変大きく、使用者は不安に思われました。このゼロ点のドリフトは、Fig.10 に示されるエアコンを ON にした事による急激な温度変化でした。またその原因は MEET を開始時に良かれと思ってエアコンを動作させた事による湿度変化でした。その後、エアコンが連続 ON の条件下でゼロ点のドリフトがおさまリ、繰り返し性も良い理想的なデータが得られました。

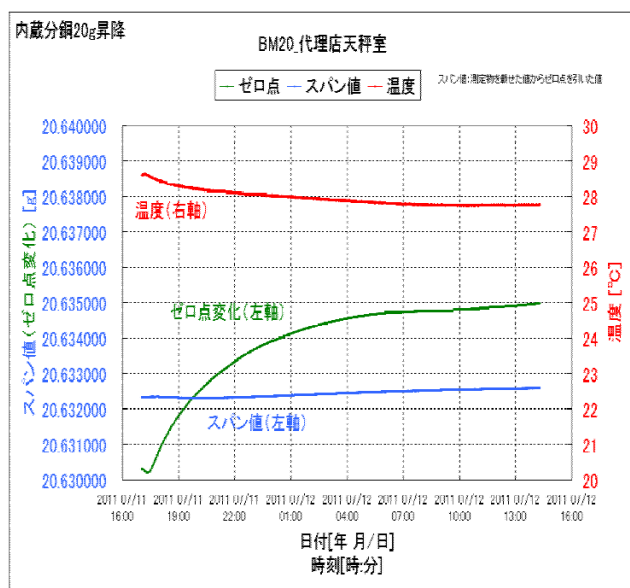


Fig. 9 湿度による影響

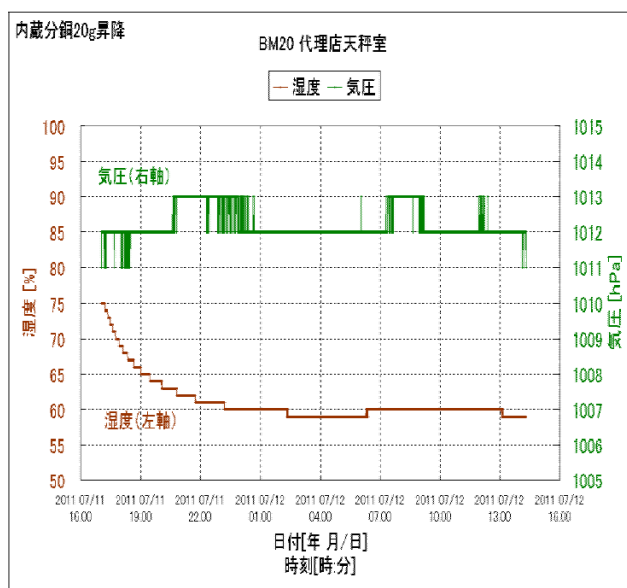


Fig. 10 湿度による影響

4) 考察

○マイクロ天びんの繰り返し性に影響する環境因子について

MEET の実施結果から、マイクロ天びんの性能に影響する計量値の誤差要因が明確となりました。ページの都合上すべてのデータを公開できませんが、その具体例とは地震、低気圧の通過、エアコンの動作による温度のリップルや風圧及び湿度変化、人の出入り(振動、圧力変動)、天秤の近くに配置された熱源による影響などとなります。これらの影響が MEET の実施により定量的に判断され、把握できる事が明らかとなりました。

○最小計量値の確定について

医薬品や食品分野における臨床試験や受託研究では、計量に関わる証明が必要となる業務が多々存在しています。この時、分析作業の最初となる試料のサンプリング段階で、分析天びんの繰り返し性と、繰り返し性により求める最小計量値【3】の確定が必要となります。この最小計量値の確定には、天びんが設置された環境において、環境外乱をどの程度受けるのかを確認する必要があり、その証明には MEET が有効な手法となります。MEET の実施結果を分析することで計量環境を改善し、またその環境で得られる最小計量値を証明することが可能となります。

○環境計量ニーズ(PM2.5 など)の拡大について

大気汚染を原因とした肺ガンによる死亡率上昇が問題となっています。環境省が昨年2月に告示した環境大気常時監視マニュアルには、大気中の微小粒子状物質(PM2.5)【4】の測定には特殊な専用フィルターを利用し、ト

ラップされた微小粒子を $1\mu\text{g}$ 単位で計量するよう記載されています。この時の計量環境には温度 $21.5\pm 1.5^{\circ}\text{C}$ 、相対湿度 $35\pm 5\%$ との要求があり、要求される計量環境実現には恒温室が必要となり、この指針の要求は、マイクロ天びんを風の強い環境下に設置して計量を行うことを強いる結果となります。この風の影響を評価する手法として MEET が有効であることが確認されており、マイクロ天びんの設置環境を MEET の実施結果から判断・評価することで環境改善とマイクロ天びんに要求される PM2.5 の仕様を満足させる対応が可能となりました。

5) まとめ

マイクロ天びんなどの特殊な機器では、単にある環境下で製品を作っただけではメーカーとして市場責任を果たしたとは言えない状況があると思います。それは機器が設置使用される環境の影響を強く受ける為です。この問題に対して計量機器メーカーは何らかの積極的対応をなすべきと考えられました。そこで、天びんの生産ラインなどで利用されている自動機による計量データの取得方法を進化させて、計量環境評価ツール:AND-MEETを天びんの使用者に提案しました。MEET の利用により、分析天びんの使用環境下での基本性能を判定し、繰返し性を疎外する要因について推定、検証することが可能となりました。また、この手法を用いることで最終的には計量環境への改善提案が可能となりました。

以上の展開により、より微量な計量器の導入に躊躇していた研究者の不安を解消する事が可能となり、同時に計量機器の製品としての基本性能について、設置環境を含めた検証を行う事ができるようになりました。

一方、計量器を取り巻く市場もその他の工業製品と同様に、発展途上国の台頭が激しく、生産現場では Made in Japan が揺らいでいます。しかし、日本の本来得意とする広義での軽薄短小の分野、例えば新しい素材や電子部品、また、より精密で高品質が要求される機器の分野では、日本の優位性は現在でも維持されていると考えられます。この事は、日本で作られる生産設備では、オンラインでの $1\mu\text{g}$ の計量が現実にも多数行われていることから裏付けられていると思われます。

また、このような状況の中で、新たに提案した AND-MEET が、これからも成長余力のある上記産業を支えるマザーツールの一つとなり、研究から生産までの分野で多数利用されている分析天びんの使用現場を支援する手法として認識され、何らかの貢献ができるよう努力したいと考えています。

参考文献

【1】岡山県環境保険センター 年報 31,5-7,2007

【2】A&D ホームページ 『開発者の思い』第13回

【3】A&D ホームページ 『USPと最小計量値について』

2008 USPC Official 5/1/08 General Chapters: <41>WEIGHTS AND BALANCES

【4】環境省 水・大気環境局 環境大気常時監視マニュアル 第6版 平成22年3月