

重量測定における信頼性確保

Ensuring the Reliability of the Weight Measurement

中島 陽一*	林 寛一*	小河 宏*
<i>Yoichi Nakashima</i>	<i>Hirokazu Hayashi</i>	<i>Hiroshi Ogawa</i>
増井 昭彦*	塚原 秀和**	岡本 明**
<i>Akihiko Masui</i>	<i>Hidekazu Tsukahara</i>	<i>Akira Okamoto</i>
左藤 眞市**	佐谷 真那実**	日置 亜也子***
<i>Shin-ichi Satoh</i>	<i>Manami Satani</i>	<i>Ayako Hioki</i>
道志 智****		
<i>Satoru Dohshi</i>		

(2014年7月8日 受理)

To ensure the reliability of chemical analysis, we investigated quality control of the weight measurement. Continuous measurements of a standard weight were performed. Results showed that the sensitivity was affected by room temperature, and that the internal adjustment function of the balance was effective. Reproducibility worsened with the age of the balance. Therefore, periodic maintenance of the balance is necessary for good performance. We suggest a management level for quality control such as a sensitivity coefficient and repeatability. A checking operation of balances was also conducted using a calibration weight. This procedure is effective as a technique for evaluating balances.

Key Words: Quality control, Reliability, Weight measurement, Electronic balance, Weight

1. はじめに

産業活動において、計量計測は大変重要な役割を持つ。例えば計量法では、長さ、質量、時間や濃度、中性子放出率、放射能といったものまで、数多くの計量対象(物象の状態の量)が定められている。さらに高付加価値製品の製造では、より正確で、精度よい計測が必要となる。このため、各事業所において、IEC/ISO 17025(試験所認定)、GLP(優良試験所基準)などといった、高度な計量管理、精度管理が行われている。また、製造現場においても不正確な計測によるリスクを回避し、品質を改善させるためにISO 10012(JIS Q10012: 2011¹⁾)等の計量管理手法が導入さ

れている。このような状況下、当研究所においても、産技連分析分科会²⁾や環境分析技術協議会³⁾等のクロスチェックへの参加を通じて、測定項目毎に業務上の技量向上に注力してきた。

ものづくりに重要な役割を果たす計量において、重量測定は広い分野で行われる基本的な計測⁴⁾であるが、身近であるがゆえに注視されることが少ない。ここでは、まず重量測定の基本となるてんびんと分銅、さらにてんびんにおける不確かさの要因について説明する。

1.1 てんびん⁵⁾

化学分析などの研究開発に用いられるてんびんは、様々な種類が存在するが、一般的には機械式てんびんと電子てんびんに大別される。

機械式てんびんには、上皿てんびん、化学てんびん、直示てんびんなどがある。これらのてんびんは、用いる分銅が正確であれば、重力や気圧などの影響を受け

* 化学環境科
** 金属表面処理科
*** 繊維・高分子科
**** 皮革試験所

ず、質量を直接測定することが可能である。しかし、測定が煩雑であるため、近年では使用されることが少なくなってきた。

電子てんびんには、電気抵抗式、電磁力平衡補償式などがある。電気抵抗式は、いわゆるロードセルを用いるため、構造が簡単で低価格であるが、精度は劣る。電磁力平衡補償式は精度もよく、近年の化学分析においては広く用いられている。

1.2 分銅

1.2.1 分銅の種類

分銅は、International Organization of Legal Metrology(国際法定計量機関)の規格⁶⁾により9つのランクに分けられている。日本国内においても、2008年にこの規格が翻訳され、JIS B7609: 2008⁷⁾として発行されている。以前のJISでは、特級、1級、2級、3級と区分されており、それぞれ現在のF1級、F2級、M1級、M2級に相当する。分銅には等級に応じて最大許容誤差が定められており、例えば公称1gの分銅の場合、今回の研究で用いたE2級であれば0.03 mg、M1級は1.0 mgとなっている。

1.2.2 分銅の校正

分銅に値付けをすることを、分銅を校正するという。つまりこの場合の校正とは、トレーサビリティを確保しつつ、分銅重量の測定結果とその不確かさを求めることである。ここでトレーサビリティは、「不確かさがすべて表記された切れ目のない比較の連鎖によって、決められた基準に結びつけられ得る測定結果または標準の値の性質。基準は通常、国家標準または国際標準」と定義される⁸⁾。分銅の場合も、つくば市の独立行政法人産業技術総合研究所に保管されているキログラム原器を基準としたトレーサブルな校正を行う体制(JCSS⁹⁾)が構築されている。また、不確かさ^{10, 11)}とは、実測定の際の誤差要因(例えば標準分銅の不確かさ、測定方法や測定回数による誤差、使用するてんびんの誤差など)を数値化したものである。このため、分銅の校正証明書には器差と不確かさが必ず表記される。

1.3 てんびんの不確かさの要因

1.3.1 感度

JIS B 7611-1¹²⁾によると、感度は「計量されたある質量値に対して、観測された変化分の変量(l)と計量された変量に相当する質量(M)との商」と規定される。すなわち

感度(k) = 変量(Δl) ÷ 変量に相当する質量(ΔM) (1) であり、理想的なてんびんでは感度は1になる。また、測定に対する感度の影響は、最大秤量値において最大

となる。

化学分析等に使用される電子てんびんの多くは、ユーザー所有の分銅により感度を調整することができる。これを外部調整という。進んだ装置では、内部に調整用分銅をあらかじめ備えているものもあり、これを使った感度調整を内部調整と呼ぶ。最近では、この内部調整を自動的に行う機能を備えたものが一般的になりつつある。

1.3.2 繰り返し性^{10, 13)}

いかなる計測であっても、繰り返し測定した際の測定値とその頻度とは正規分布する。この統計学的な差異を偶然誤差(繰り返し性)と呼ぶ。この繰り返し性は、装置性能、作業員、環境、測定対象に大きな影響を受けるが、測定値によらずほぼ一定の値となる。したがって、この繰り返し性は、測定値が小さいほど相対的に影響が大きくなる。

1.3.3 その他の要因

電子てんびんでは、実際の測定値を最小表示(d)に合わせて表示させる。この際に生じる誤差を、丸め誤差と呼ぶ。この丸め誤差の不確かさの分散は、 d が0.1 mgの場合 0.0017 mg^2 である。また、非直線性(2点間を結ぶ直線からのずれ)や偏置誤差(荷重の置き場所による偏差)などが不確かさの要因となる¹³⁾が、感度や繰り返し性に比べ、測定全体に与える影響は小さい。

1.4 本研究の目的

当研究所においては、重量測定も個々の担当者が独自に計量管理を行っていたため、てんびんの動作チェック周期や、分銅、てんびんの校正周期が一元化されていなかった。このような重量測定に関する管理手法が標準化されれば、計画的な保守点検が可能になり、ひいては業務の効率化につながる可能性がある。このような観点から、各担当者が長期間計量管理用のデータを収集し、この結果を取りまとめることで、当研究所における標準的な管理手法を確立することを本研究の目的とした。合わせて、トレーサブルな分銅を用いた動作チェックを行い、所内てんびんの性能を評価した。

2. 実験方法

用いたてんびんは、すべて電磁力平衡補償式の電子てんびんである。今回は最小表示(d)が0.1 mgもしくは0.01 mgのものを所内より選択し、使用した。長期測定には、エー・アンド・デイ、ザルトリウス、島津製作所及びメトラー・トレドがそれぞれ製造した計8

台を、1 g の校正済み分銅を用いた動作チェックには、この 8 台を含む計 18 台のてんびんを用いた。測定時、てんびん付近の気温もあわせて測定した。

2.1 長期測定

各てんびんに合わせ、最大秤量付近とその 5~10 % の値の M1 級分銅 (旧 JIS 2 級を含む) を用意した。これらの分銅は外部機関による校正はなされていないが、研究所内においてトレーサブルな分銅 (E2 級) を用いて調整されたてんびんにより値付けを行った。この結果、今回用いた分銅はすべて M1 級の最大許容誤差内に収まっていることがわかった。これらの分銅を継続的に測定し、データ収集した。測定は週 1 回を目安に、各回 3 度繰り返した。得られた測定結果のうち最大秤量付近のデータは、式 (1) により感度に換算し、評価した。また、最大秤量値の 5~10 % 付近のデータは、繰り返し性の評価に用いた。各データは、測定回数が各 3 回と少ないため、正規分布でなく Student の t 分布 (信頼度 95 %) ¹⁰⁾ を仮定し、誤差範囲をもとめた。

1.3 で述べたように、丸め誤差、非直線性や偏置誤差なども不確かさの要因となる ¹³⁾ が、測定全体に与える影響は小さいため、今回の長期測定では考慮に入れなかった。

2.2 1 g 分銅を用いた動作チェック

外部機関により校正されたトレーサブルな分銅 (E2 級 $1\text{ g} + 0.0026\text{ mg} \pm 0.0090\text{ mg}$) を用い、これを真値として一連の作業を進めた。この分銅に加え、風袋用に 50 g, 100 g の分銅 (旧 JIS 2 級) を用意した。この二つ分銅も、念のために研究所内においてトレーサブルな分銅 (E2 級) を用いて調整されたてんびんにより値付けを行った。このチェックでは、測定前のてんびん調整は各てんびんの管理者に委ねた。また、ばらつきの要因を少なくするため、各測定は同一人物が行った。風袋 (0, 50, 100, 150 g) を変化させ、このときの 1 g 分銅の値を測定した。各測定は 3 回繰り返し行った。長期測定同様、母集団は Student の t 分布 (信頼度 95 %) であると仮定し、各データの評価を行った。

3. 結果と考察

3.1 長期測定

自動調整機能の機構の有無によりてんびんを大別し、その結果をまとめた。各データは 2013 年 5 月 1 日を基準とした経過日数を横軸にとって表記した。まず、自動調整機能を持たないてんびんでは、感度の変動が大きいことがわかった (Fig. 1)。また、この種のてんびんであっても、測定前に必ず分銅を用いて調整

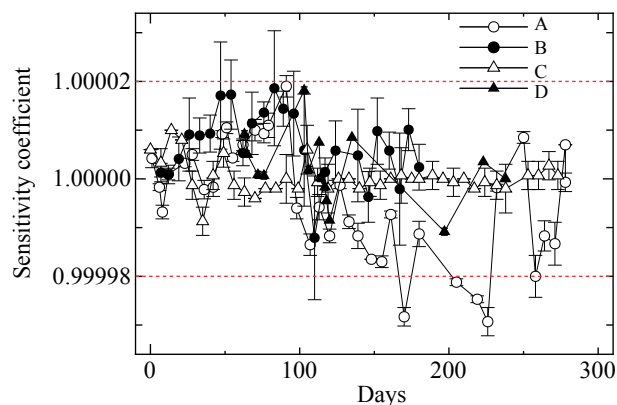


Fig. 1 Sensitivities of balances without automatic adjustment functions.

A, B: no sensitivity adjustment, C: Sensitivity adjustment before measurement, D: Sensitivity adjustment irregularly

Minimum display: 0.1 mg, Capacity: A, B, D; 200 g, C; 50 g

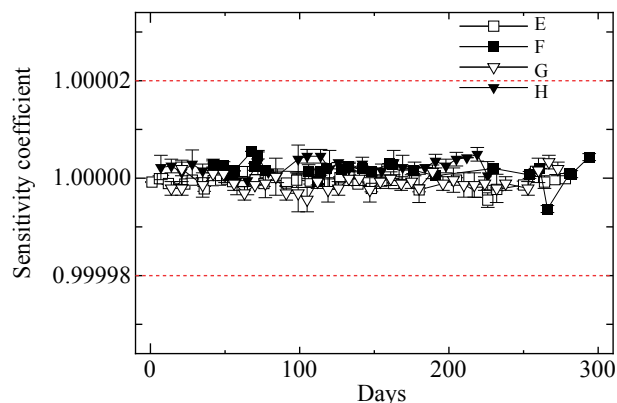


Fig. 2 Sensitivities of balances with automatic adjustment functions.

Minimum display: E, F; 0.01 mg, G, H; 0.1 mg, Capacity: E, F; 200 g, G; 100 g, H; 120 g

した場合は、感度の変動は小さくなった (Fig. 1(C)). 加えて、測定前に調整を行っていなかった 2 つのてんびんでは、90~100 日及び 230~240 日経過後付近で急激な感度変化が見られた。これは、空調の使用開始に伴い、測定室温の変化が大きくなったことが原因として考えられる。一方、自動調整機能を備えたてんびんでは感度の変化が少なく、データ収集期間を通じて 1 ± 0.00001 に収まっていた (Fig. 2)。

繰り返し性に関する結果を Fig. 3 と 4 にまとめた。これらの値は自動調整機能の有無に関わらず概ね $\pm 0.5\text{ mg}$ の範囲内に収まった。てんびん B では比較的大きな値となったが、これは購入後 20 年を経過したてんびんであり、経年劣化が原因と思われる。一方、てんびん C も 20 年近く経過した装置であるが、定期的に製造メーカーによる点検及び校正を受けており、良

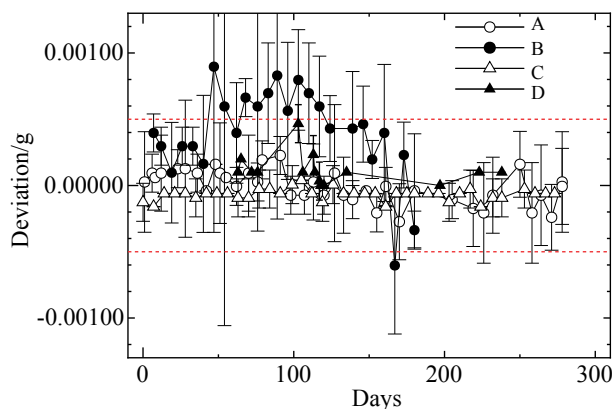


Fig. 3 Reproducibilities of balances without automatic adjustment functions.

A, B: no sensitivity adjustment, C: Sensitivity adjustment before measurement, D: sensitivity adjustment irregularly

Minimum display: 0.1 mg, Capacity: A, B, D; 200 g, C; 50 g

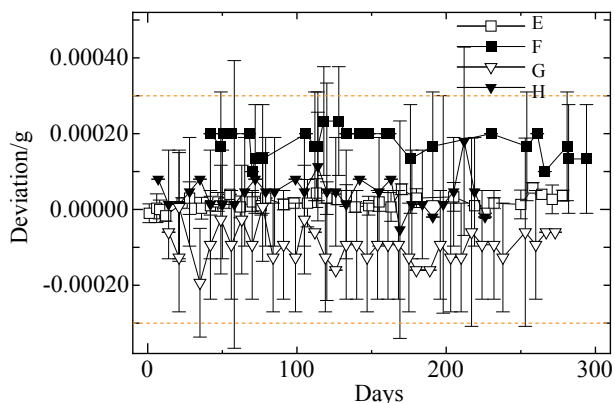


Fig. 4 Reproducibilities of balances with automatic adjustment functions.

Minimum display: E, F; 0.01 mg, G, H; 0.1 mg,

Capacity: E, F; 200 g, G; 100 g, H; 120 g

好な結果となったものと考えられる。このように、繰り返し性に関してはてんびんの個体差が大きいという結果になった。また、定期的なメンテナンスが重要であることも再認識することができた。

3.2 1 g 分銅を用いた動作チェック

所内 18 台のてんびんの動作チェック結果を Table 1 に示す。半数以上のてんびんで、偏差 (1 g からのずれ) とばらつきの和が ± 0.3 mg に収まっており、比較的良好な結果となった。また、いくつかのてんびんは偏差とばらつきの和が ± 0.5 mg を超えていた。これらはいずれも購入後年数がかなり経過しており、装置の劣化もしくはメンテナンス不良が考えられる。この中でも偏差が顕著なてんびん (O, R) が見られた。偏差は感度調整で改善する可能性があるため、装置内部分銅による調整を行った後、再度動作チェックを行っ

Table 1 Results of the operation check using an 1 g of weight.

	Tare weight			
	0 g	50 g	100 g	150 g
A	0.0 \pm 0.4	0.1 \pm 0.3	0.2 \pm 0.2	0.1 \pm 0.2
C	0.0 \pm 0.1	0.0 \pm 0.1	—	—
D	0.0 \pm 0.2	0.0 \pm 0.0	0.0 \pm 0.0	0.0 \pm 0.1
E	0.00 \pm 0.01	0.00 \pm 0.03	0.00 \pm 0.04	0.00 \pm 0.03
F	-0.01 \pm 0.02	0.00 \pm 0.09	-0.02 \pm 0.04	-0.04 \pm 0.02
G	0.1 \pm 0.1	0.0 \pm 0.0	0.1 \pm 0.1	—
H	0.0 \pm 0.1	0.0 \pm 0.1	0.0 \pm 0.0	—
I	0.0 \pm 0.2	-0.1 \pm 0.1	0.0 \pm 0.1	—
J	0.0 \pm 0.0	0.0 \pm 0.1	0.0 \pm 0.0	0.0 \pm 0.1
K	0.0 \pm 0.2	-0.1 \pm 0.2	0.0 \pm 0.2	-0.1 \pm 0.1
L	0.0 \pm 0.2	0.0 \pm 0.0	0.0 \pm 0.0	0.0 \pm 0.0
M	0.06 \pm 0.12	0.0 \pm 0.3	0.1 \pm 0.5	0.1 \pm 0.1
N	-0.1 \pm 0.2	-0.3 \pm 0.3	-0.2 \pm 0.1	-0.2 \pm 0.1
O	-0.1 \pm 0.3	-0.1 \pm 0.2	-0.4 \pm 0.3	-0.3 \pm 0.4
P	0.0 \pm 0.0	0.0 \pm 0.1	0.0 \pm 0.0	0.0 \pm 0.0
Q	0.0 \pm 0.0	0.0 \pm 0.0	0.0 \pm 0.0	0.0 \pm 0.0
R	0.3 \pm 0.0	0.3 \pm 0.0	0.4 \pm 0.1	0.4 \pm 0.1
S	0.0 \pm 0.2	0.0 \pm 0.3	0.2 \pm 0.4	0.1 \pm 0.1

Units: mg. Digits were to match the minimum display value.

Table 2 Operation check results before and after adjustment.

	Tare weight			
	0 g	50 g	100 g	150 g
O (before)	-0.1 \pm 0.3	-0.1 \pm 0.2	-0.4 \pm 0.3	-0.3 \pm 0.4
O (after)	0.0 \pm 0.2	0.0 \pm 0.0	0.0 \pm 0.0	0.0 \pm 0.1
R (before)	0.3 \pm 0.0	0.3 \pm 0.0	0.4 \pm 0.1	0.4 \pm 0.1
R (after)	0.0 \pm 0.1	0.0 \pm 0.0	0.0 \pm 0.2	0.0 \pm 0.1

Units: mg. Digits were to match the minimum display value.

た (Table 2)。その結果、2つのてんびん双方で偏差が減少し、良好な結果が得られた。また、てんびん O のばらつきが小さくなった原因は不明であるが、内部調整前後の測定日が異なっていたため、室温の影響は無視できない。また合わせててんびん内部の清浄化、水平調整などの日常メンテナンスも行っており、その影響も考えられる。

3.3 てんびんの管理

てんびんの管理基準は、計量法における検定公差または使用公差を準用する方法¹⁴⁾や、より簡便に適合基準を ± 1 もしくは ± 2 最小表示値以内とする方法¹⁵⁾など、各事業所の業務実態に合わせて¹⁶⁾様々なものが提案されている。当研究所の業務の実情を考慮すると、金属分析や化学分析などでてんびんによる精密秤量が必要となる場合であっても、それらの推定される不確かさから、1 mg 程度の誤差は許容できるものと考えられる^{11, 17)}。この値は、最大秤量 200 g に対して $5 \times 10^{-4} \%$ 、1 g に対して 0.1 % に相当する。1 g の秤量を想定するとき、今回用いたてんびん ($d = 0.1$ mg)

にこの許容範囲を適用すると、管理基準は感度係数 1 ± 0.00002 程度、繰り返し性 ± 0.5 mg 程度と見積もられる。このうち、繰り返し性に関しては正規分布でなく Student の t 分布 (信頼度 95 %) を仮定しているため、標準偏差で評価するよりやや大きめの値となっている。今回長期測定に用いたてんびんでは、感度変動の大きかった 2 台 (A, B) を除き、この基準を満たしていた。

今回の長期測定の結果から、自動、手動に関わらず測定前の感度調整操作を行ってれば、日常点検の間隔は毎週 1 回程度で十分であった。ただし、点検後の測定値に誤りがあったとしても、次の点検まではその誤りを認識できないことに注意を要する。また、点検は室温の安定する午前 10 時以降に行うことが望ましい。加えて、自動調整機能を備えていても、定期的 (例えば毎月) に校正された分銅を用いての調整操作が必要になるものと考えられる。

Table 1 及び 2 に示したとおり、1 g 分銅を用いた動作チェックは、分銅の校正値からのずれと繰り返し性の両面から、てんびんの評価が可能であった。本手法は、てんびんの管理手法として有効であり、定期的 (例えば年 1 回程度) に実行されるべきである。

重量測定は、研究開発業務において極めて基本的な操作であり、特別な技術を必要とするものではない。したがって、てんびんを用いれば誰でも容易に重量測定が可能である。しかしながら、本研究データで示したとおり、日常の点検やメンテナンスをおろそかにしては、よい測定ができないことは明らかである。

てんびんの基本的な使い方を熟知し、併せて日々の点検などを行った上で、正しい重量測定結果を得るよう努力を続ける必要がある。

参考文献

- 1) JIS Q10012 (2011): 計測マネジメントシステム—測定プロセス及び測定機器に関する要求事項
- 2) 産技連分析分科会: URL http://www.nmij.jp/~collab/bb_kai/
- 3) 環境分析技術協議会: URL <http://www.kinka.or.jp/kanbunkyo/>
- 4) 工業技術院計量研究所: 計量技術ハンドブック, コロナ社 (1987)
- 5) 宮下文秀: ぶんせき, 2008 (2008) 2.
- 6) OIML R111-1 (2004): Weights of classes E1, E2, F1, F2, M1, M1-2, M2, M2-3 and M3.
- 7) JIS B7609 (2008): 分銅
- 8) JIS Z8103 (2000): 計測用語
- 9) Japan Calibration Service System: URL <http://www.iajapan.nite.go.jp/jcss/>
- 10) 前田耕治, 山本雅博, 加納健司: 実験データを正しく扱うために, 化学同人編集部編, 化学同人 (2007)
- 11) 河野宏彰: 科学と工業, **88** (2014) 148.
- 12) JIS B 7611-1 (2008): 非自動はかり—性能要件及び試験方法—第 1 部: 一般計量器
- 13) 社団法人計量管理協会: 重さの計測, コロナ社 (1986).
- 14) JIS B7611-2 (2009): 非自動はかり—性能要件及び試験方法—第 2 部: 取引又は証明用
- 15) 中小企業向け計量計測基礎研修検討委員会: 中小企業向け測定基礎研修テキスト, 社団法人日本計量振興協会 (2011) 17.
- 16) 寺内正裕, 金森久幸, 中川裕将: 広島県保健環境センター研究報告, **12** (2004) 37.
- 17) 財団法人日本適合性認定協会: JAB NOTE 1 不確かさの求め方 (化学試験分野) (1999).