

Application Note

- 油圧パーティクルカウンターのサンプル調製 - 繰返し精度を維持するための最善の方法

はじめに

微粒子計測器を用いてサンプル測定をする上で、不正確な結果をもたらす一番大きな要因として、不適切なサンプル調製が上げられる。これはサンプル分析機関などの分析業界では周知の事実であるが、一般の計測者にとってその重要性が考慮されない場合がある。サンプル調製の不備が時には清浄（粒子濃度が非常に低い）なサンプルが汚い（粒子濃度が高い）サンプルと判断され、また逆に実際の粒子濃度より大分少なく計測されてしまう場合がある。

正確な計測を妨げる諸要因

サンプル容器の汚染

汚れた容器にサンプルを採取するとサンプルが即座に汚染される。一回目の計測で清浄な容器を使用しても次の計測で同じ容器を使用すると残留微粒子により正確な計測が出来ない。

不適切な攪拌

サンプル中の微粒子を均一に拡散するため、攪拌時間と技法（攪拌スピード等）はサンプルの種類、汚染状態や量、また攪拌後の静置時間を変えるべきである。

気泡の影響

攪拌が良好でも脱気が適当でないと気泡がサンプル中に残留し計測結果に影響がでる。脱泡は超音波洗浄機もしくは真空脱気装置を使用する。

計測前の非静置

適切な攪拌や脱気の後、計測直前にサンプルを一定時間静置する。これはサンプルの状態を安定させることに加えて、さらにサンプル中の気泡を排出する作用がある。また静置時間を長くし過ぎると比重の大きな微粒子は沈降するので注意が必要である。

スターラーの回転速度

スターラー回転速度を上げる程良い攪拌状態とは言えず、回転速度が早過ぎると微粒子が容器の内壁面に集まり、均一分散が損なわれ、サンプル吸引流路の微粒子が少なくなり正確な計測が出来ない。また鉄分を

含むサンプルはスターラーロッド（磁石にガラスまたはテフロン等でコーティングしたもの）に吸着し均一分散性が損なわれる。

作動油計測を行うための基本手順

A. 第一段階として清浄な蓋付の容器にサンプルを採取する。

もし同一の容器を使用して次のサンプルを採取する場合は容器を念入りに洗浄し、清浄であることを確認したものを使用するか若しくはサンプル毎に新たな清浄容器を使用する。

B. 超音波洗浄機に約 1 分間かけ、凝集している微粒子を分散させる。

超音波洗浄槽の水面はサンプルの半分以上である必要であり、通常は 1 分間かけるが粘度の高いサンプルに関しては必要に応じてより長い時間かける。

C. 約 2 分間ハンドシェイクをする。

粘度の高いサンプルに関しては長い時間行う。メカニカルシェイカーを使用する場合は 2 分間セットする。
（ISO11171 Annex E, Section E4, 2010 では 1 分間のメカニカルシェイカーを推奨している。）

D. すばやく超音波洗浄機にかける。

超音波洗浄槽の水面はサンプルの半分以上である必要であり 10~50 cSt の粘度では 25~35 秒、50 cSt 以上の粘度では更に長い時間かける必要がある。必ず目視で泡が抜けたことを確認する。

E. サンプル容器を 5~10 秒間静置してサンプル中に可視気泡が無いことを確認し、すばやく計測を行う。

静置時間が長いと大きな微粒子が沈降して均一拡散が損なわれる。弊社の Model PODS や System 8011 は一定圧力をサンプルにかけセンサー検知部を送る機構であるが、これはあくまでも送液のための圧力であり気泡を除去するためのものではない。



図 1: Model PODS (ポッズ)



図 2: System 8011

備考

スターラーロッドは基本的に 50 ミクロン以上の微粒子を含むサンプルや容量の多いサンプルを攪拌させるために使用するものであるが、必ず使用しなければならないものではない。

スターラーロッドは微粒子の付着していない清浄なものを使用し、その回転数は遠心分離現象を避けるため低速度で回転させるべきであるが、同時に微粒子を浮遊させるためある程度の回転を行う必要がある。

手順の変更を最小限に抑え、一定の方法で安定した計測を維持することは重要であるが、本報告は厳格に取り決められた実施方法についての詳細記述ではなく、計測する上で必要な項目を順序立てて記述したものである。

参考資料

ISO, (2010). ISO 11171:2010 Hydraulic fluid power -- Calibration of automatic particle counters for liquids. Geneva, Switzerland: ISO

著者経歴

Bill F. Bars is a Technical Advisor for Hach Company in Grants Pass, Oregon, USA. He has created and developed many of the industrial fluid production processes and procedural tools for the Hach Particle Counting Business Units products.



These products include: HIAC PODS, 8011,8012 Systems and the ROC – Remote Online Counter (formerly the PM4000) products. He was a primary technical resource for the Hach Particle Counting ISO 17025 accreditation project which culminated in receiving their formal ISO Accreditation Certificate from A2LA. He received his Electronics Engineering degree from DeVry Institute of Technology in 1982. He has worked for Hach Company for 16 years in a multitude of engineering capacities ranging from Metrology to Industrial Training and Application Support.

Hach Company – World Headquarters
Particle Counting Business Unit
5600 Lindbergh Drive Loveland, Colorado 80539 USA
www.particle.com
Information 1-800-866-7889 ext 6195
Email Bill Bars and bbars@hach.com