

液体微小流量における 校正技術の課題と動向

(流量計測クラブ)

2021年12月9日

工学計測標準研究部門
液体流量標準グループ

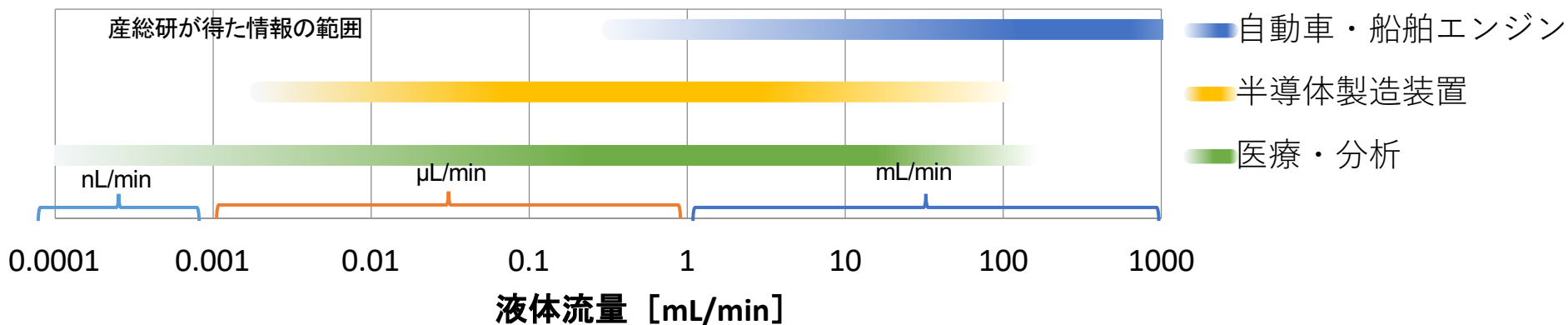
土井原

項目

- 液体微小流量
 - 範囲、産業の概要
- 液体微小流量校正装置の技術課題
 - 主に動的秤量法：蒸発、表面張力、ノズル浮力補正
- 世界動向
 - 各国計量研究所の取り組み
- 産総研の取り組み
 - 石油小流量校正装置
 - 液体極微小流量校正装置
- 液体微小流量JCSS
 - 概要紹介

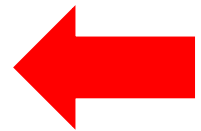
液体微小流量 産業とレンジ (概要)

- 自動車、船舶（エンジン開発）産業
 - 機器： 燃費計測用流量計
 - 用途： エンジンベンチ
- 半導体製造装置産業
 - 機器： 液体微小流量用マスフローメーター
 - 用途： 気化器、薬液管理
- 医療、分析分野
 - 機器： シリンジポンプ、MEMSセンサー
 - 用途： 薬液輸送、分析器への供給制御



項目

- 液体微小流量
 - 範囲、産業の概要
- 液体微小流量校正装置の技術課題
 - 主に動的秤量法：蒸発、表面張力、ノズル浮力補正
- 世界動向
 - 各国計量研究所の取り組み
- 産総研の取り組み
 - 石油小流量校正装置
 - 液体極微小流量校正装置
- 液体微小流量JCSS
 - 概要紹介



動的秤量法の技術的課題 (ノズルチューブ挿入式)

ノズル接触

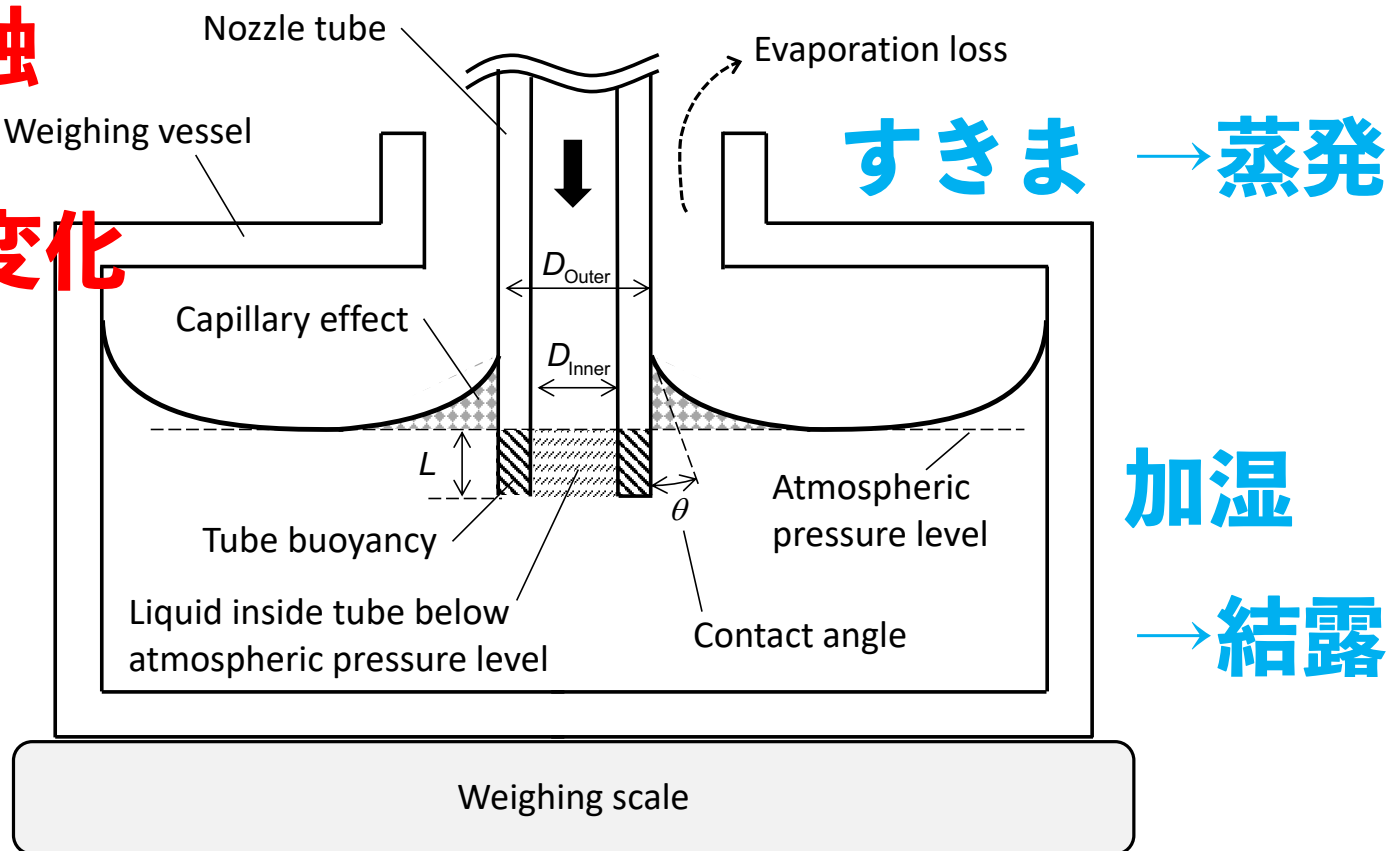


表面張力変化

液面上昇



浮力変化



すきまの穴が直径4 mm、長さ10 mm、周囲湿度80 %でも、蒸発影響は $1 \mu\text{L}/\text{min}$ に対して1 % ($10 \text{ nL}/\text{min}$)以上

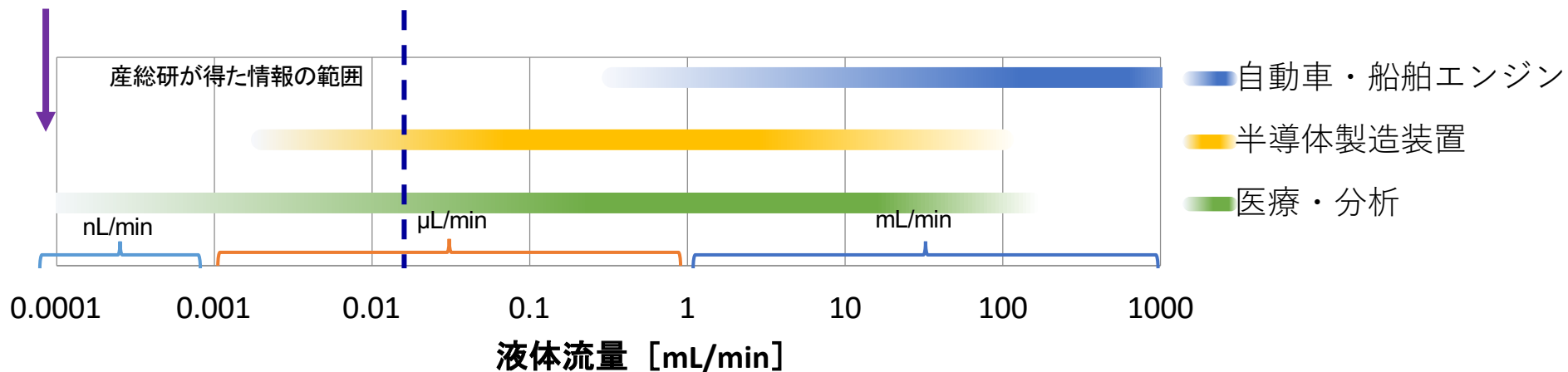
液体微小流量

U=0.1~0.3 %程度を目標とすると

**新たな対応
が必要**

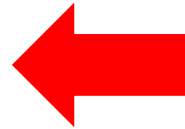
**従来の動的秤量法
でもなんとか**

秤量法の限界？



項目

- 液体微小流量
 - 範囲、産業の概要
- 液体微小流量校正装置の技術課題
 - 主に動的秤量法：蒸発、表面張力、ノズル浮力補正
- 世界動向
 - 各国計量研究所の取り組み
- 産総研の取り組み
 - 石油小流量校正装置
 - 液体極微小流量校正装置
- 液体微小流量JCSS
 - 概要紹介



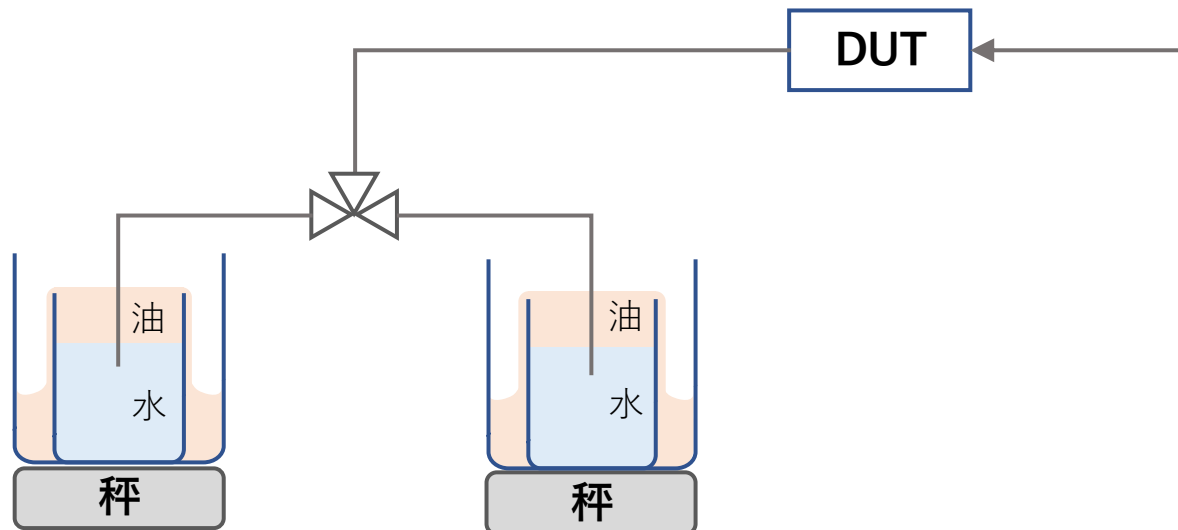
世界動向

- CMS (台湾)

2000年代初期から微小流量校正装置を開発

0.1 $\mu\text{L}/\text{min}$ to 10 mL/min ($U=0.2\%$ to 2.0%)

動的秤量法、蒸発防止オイルレイヤー



世界動向

- EURAMET :

EMRP (EU)予算で開発プロジェクト :

MeDD II (Metrology for Drug Delivery) が進行中

(第一期) 2012~2015年、7計量研、2大学

(第二期) 2019~2021年、9計量研、4企業、2大学

IPQ (ポルトガル), CETIAT (フランス), CMI (チェコ), DTI (デンマーク), **METAS (スイス)**, NEL (イギリス), NQIS (ギリシャ), RISE (スウェーデン), KRISS (韓国)

主に動的秤量法

EU内での比較試験等を実施

<https://drugmetrology.com/>

- METAS (スイス)

MeDD Iから技術的に先導

動的秤量法、流量安定化 (細管)

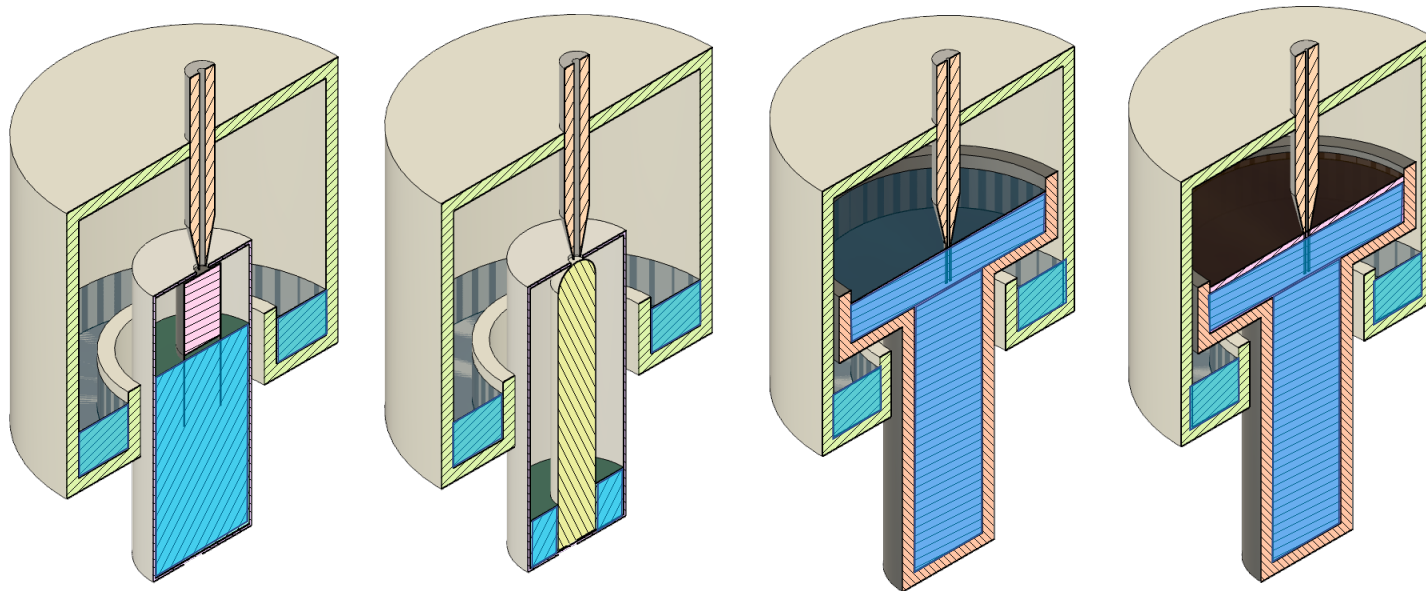
蒸発・表面張力・ノズル浮力に対策を施した装置を開発

0.1 $\mu\text{L}/\text{min}$ to 1 mL/min ($U=0.7\%$ to 0.15 %)

0.2 $\mu\text{L}/\text{min}$ to 333 mL/min ($U=0.07\%$)

Bissig H, 2015, “Micro-flow facility for traceability in steady and pulsating flow”, *Flow Meas. Instrum.*, 44, 34–42.

Bissig H, 2020, “Water collection techniques at very low flow rates including strong capillary effects”, *Flow Meas. Instrum.*, 73, 101744.



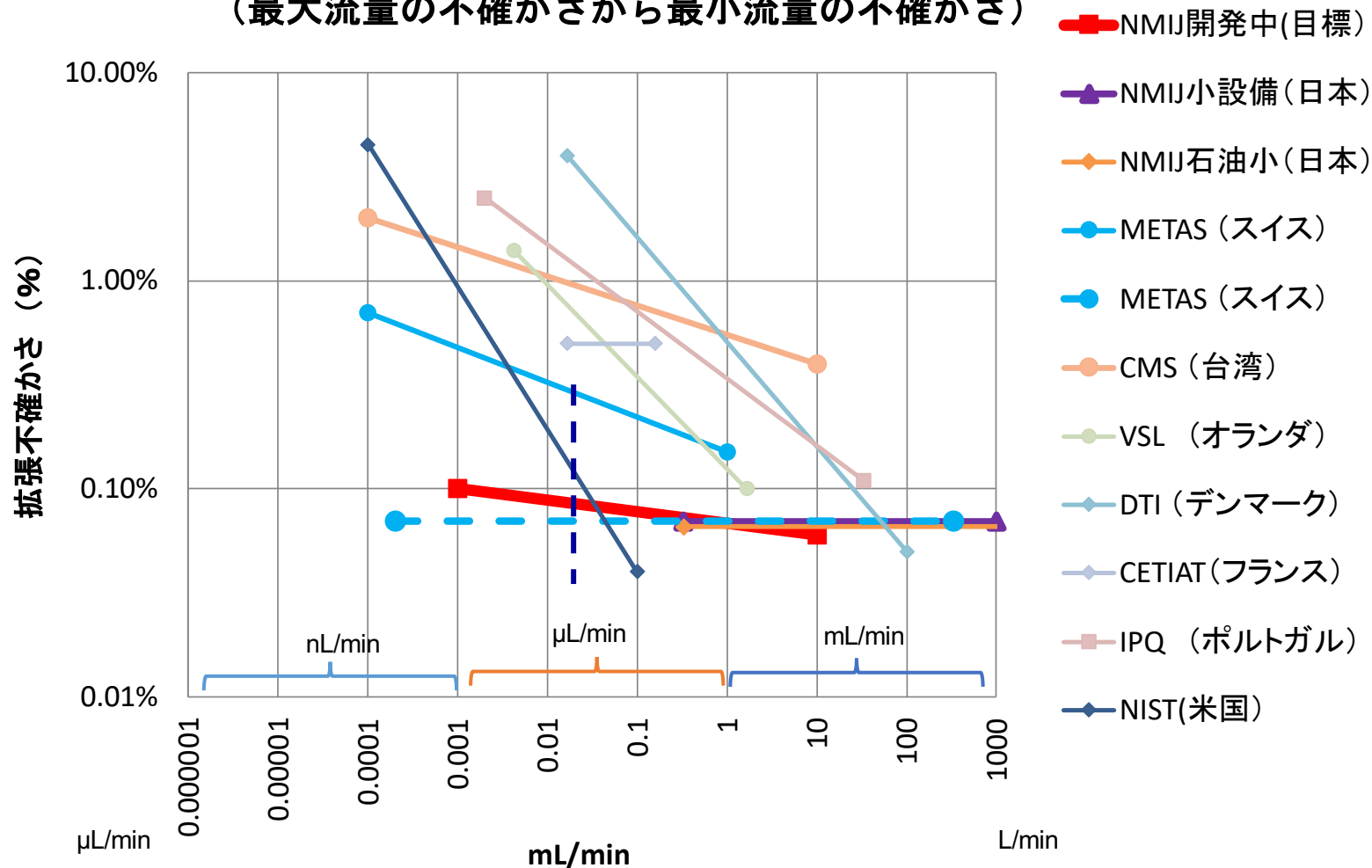
世界動向

- NIST (米国)
 - 2014年頃から微小流量校正装置を開発
 - 動的秤量法
 - $0.1 \mu\text{L}/\text{min} - 100 \mu\text{L}/\text{min}$ ($U=4.5\% - 0.04\%$)

<https://www.nist.gov/publications/reproducibility-liquid-micro-flow-measurements>
- VNIIM (ロシア)
- NIM (中国)
 - 新規微小設備を構築中
- KRISS(韓国)
 - MeDD II に参加。
- NIMT (タイ)
 - 医療、点滴、インフュージョンポンプの実際

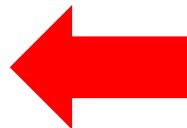
世界動向

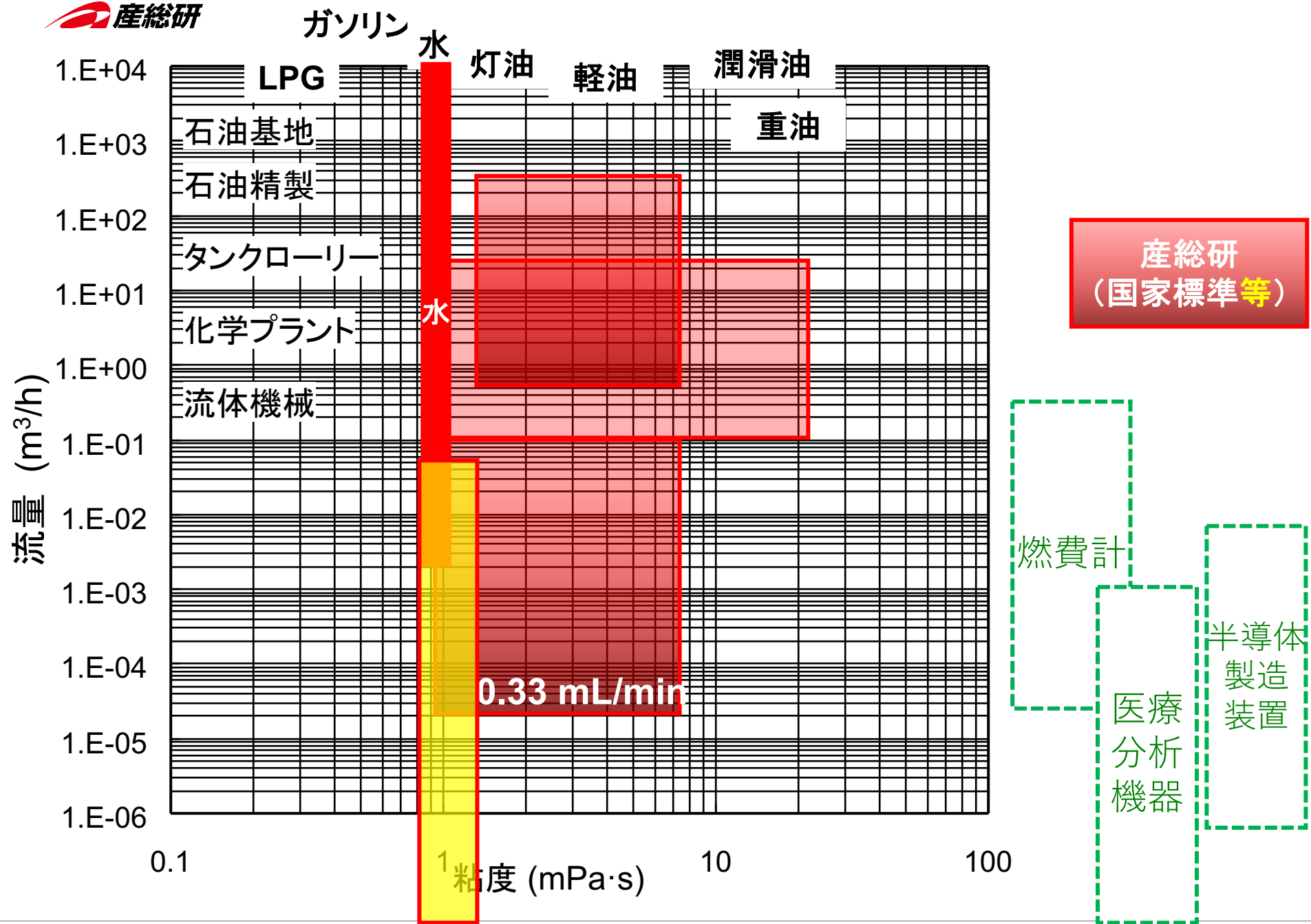
校正範囲と公表されている不確かさの概略
(最大流量の不確かさから最小流量の不確かさ)



項目

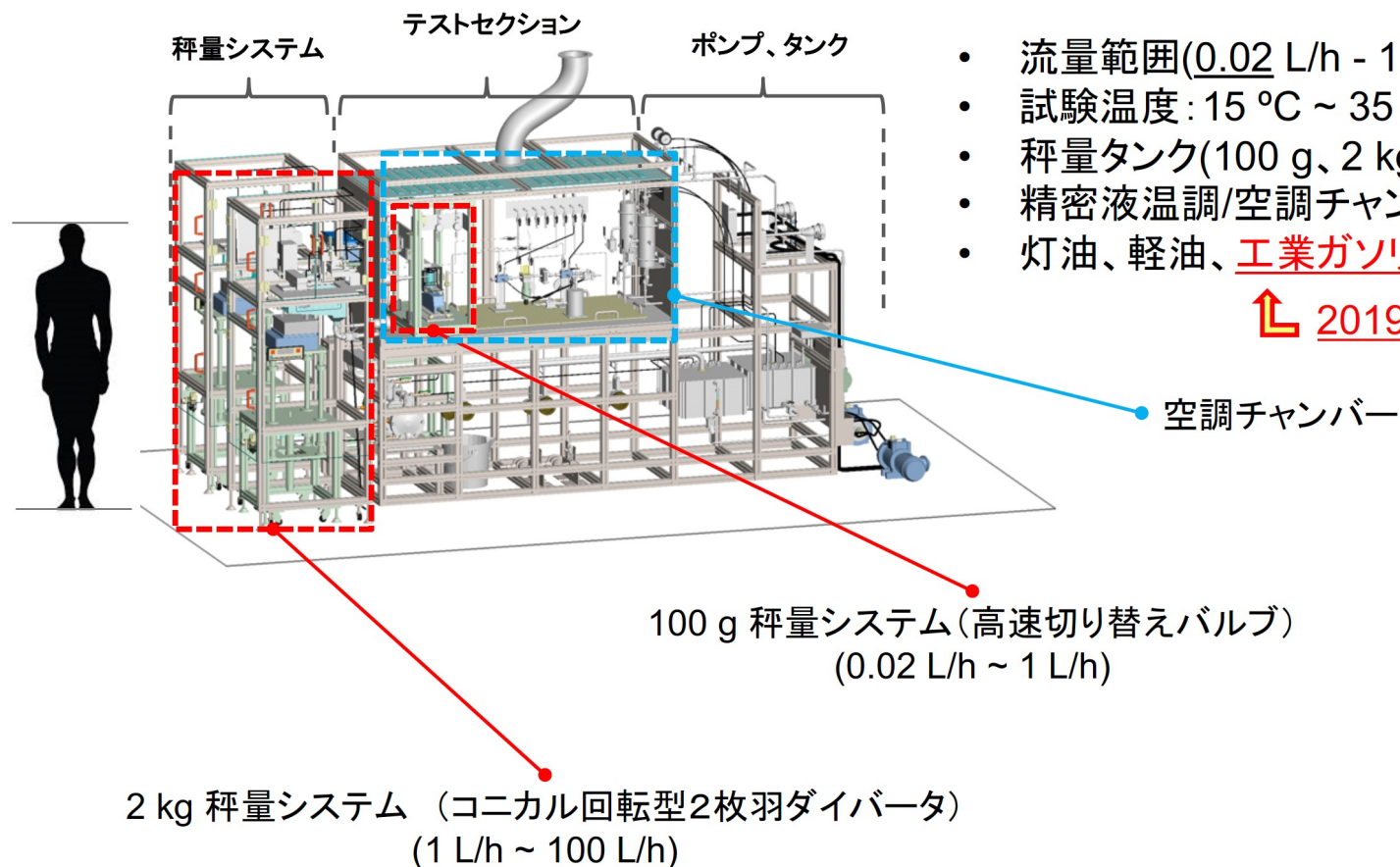
- 液体微小流量
 - 範囲、産業の概要
- 液体微小流量校正装置の技術課題
 - 主に動的秤量法：蒸発、表面張力、ノズル浮力補正
- 世界動向
 - 各国計量研究所の取り組み
- 産総研の取り組み
 - 石油小流量校正装置
 - 液体極微小流量校正装置
- 液体微小流量JCSS
 - 概要紹介





石油小流量

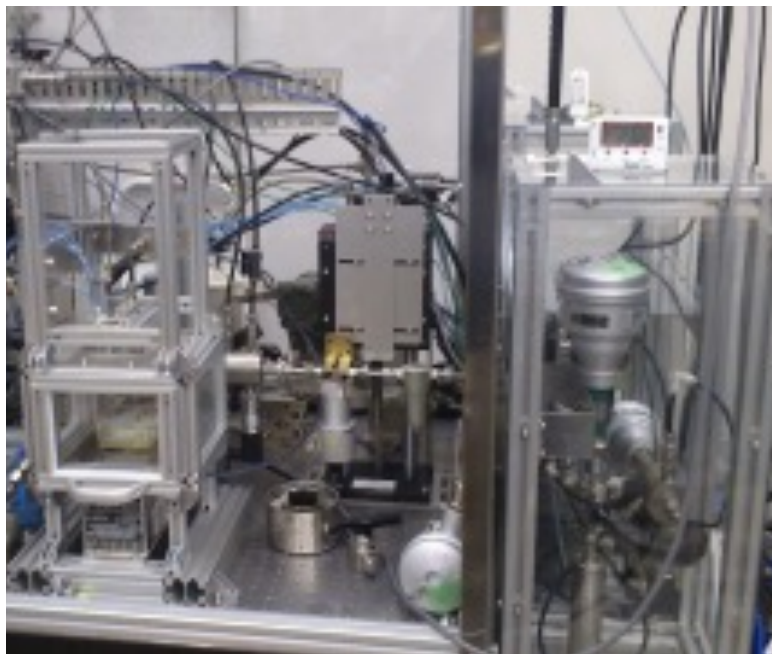
0.33 mL/min ~ : (0.02 L/h) ~ 100 L/h



Cheong 他, 2021, "Primary standard for traceability in low liquid hydrocarbon fuel flow rates", *Metrologia*, 58 (2021) 065003.

液体微小流量試作装置

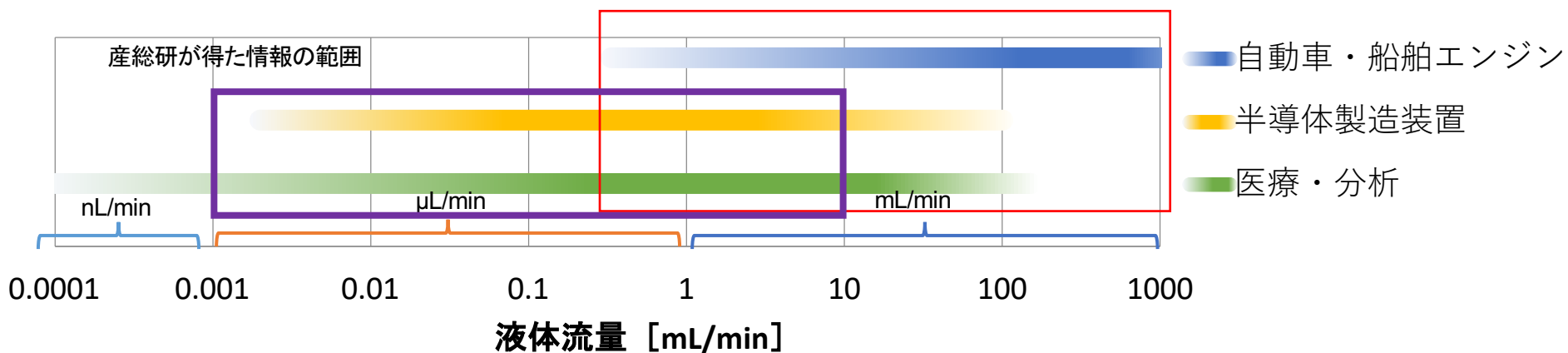
0.33 mL/min ~ 1000 mL/min : (0.02 L/h ~ 60 L/h)
軽油、工業ガソリン (U=0.07 %) → 水



土井原 他, 2016,
Liquid low-flow calibration rig using syringe pump and weighing tank system,
Flow Meas. Instrum., 50 , 90–101.

液体微小流量 産業とレンジ (概要)

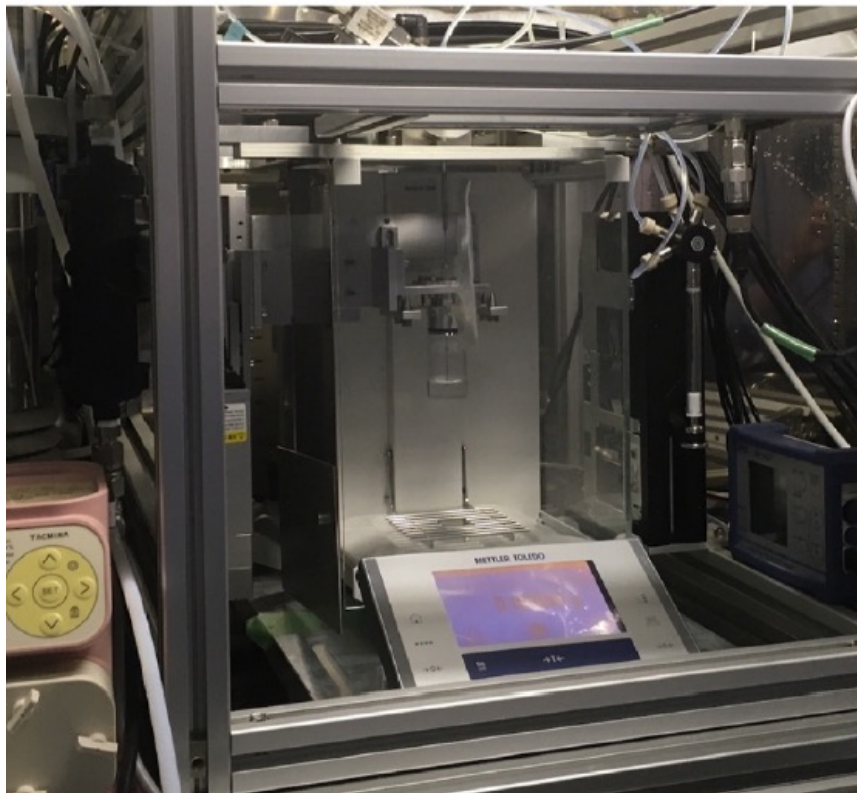
- 石油小標準 : 0.33 mL/min ~ : (0.02 L/h) ~ 100 L/h
- 微小試作装置 : 0.33 mL/min ~ 1000 mL/min
- ↓
- 液体極微小流量校正装置 : 0.001 mL/min ~ 10 mL/min



液体極微小流量校正装置

1 μ L/min ~ 10 mL/min

純水 目標不確かさ U=0.1 %



土井原 他, 2021,
"Weighing system with low evaporation error for liquid microflow down to 1 mg/min",
Flow Measurement and Instrumentation, 81- 1012030.

目標 $1 \mu\text{L}/\text{min}$, $U = 0.1\%$ のための新たな対応

密閉タンク

→ すきまなし、蒸発極小

脱着式

→ 秤量時に接触無し、
→ 表面張力、浮力影響なし

静的秤量法

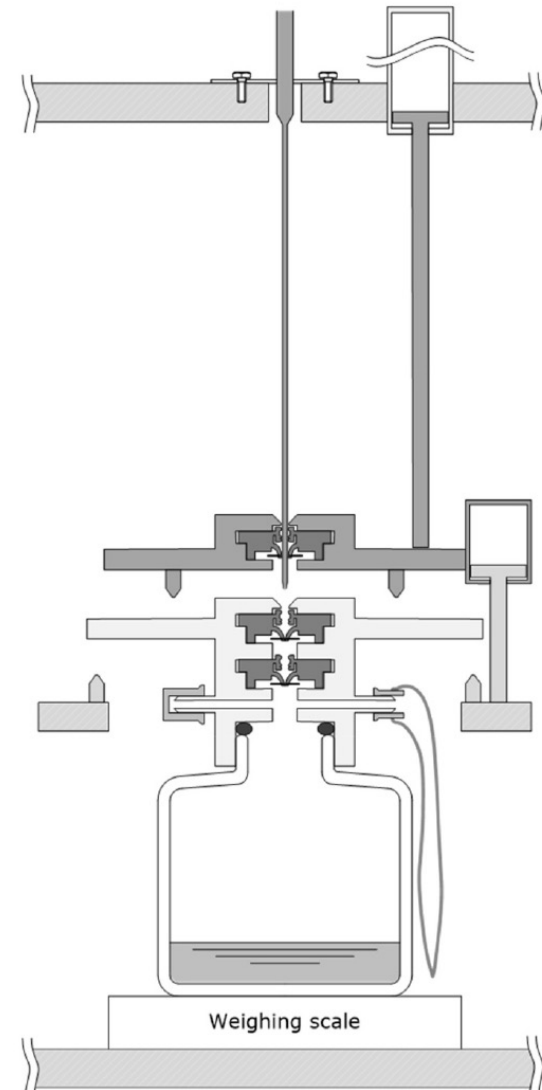
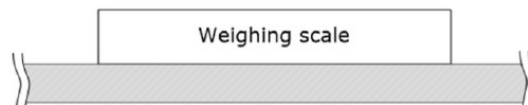
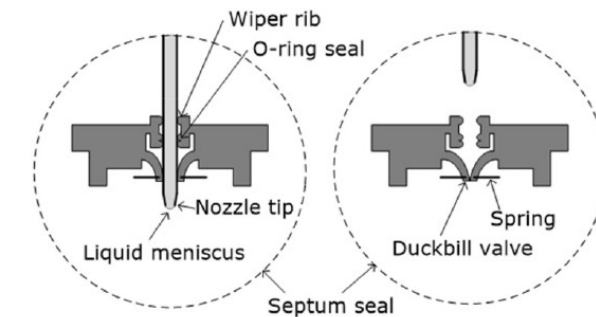
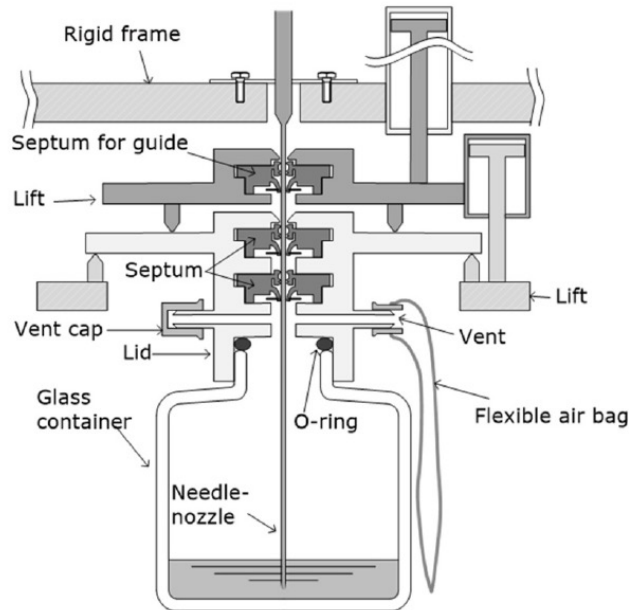
→ 高精度秤量

停止法

→ シリンジポンプを校正
→ シリンジポンプによる通液法でDUT校正

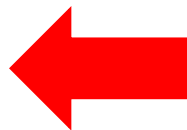
高速切替バルブ (今後)

→ 通液式静的秤量法
→ 直接DUTを質量で校正

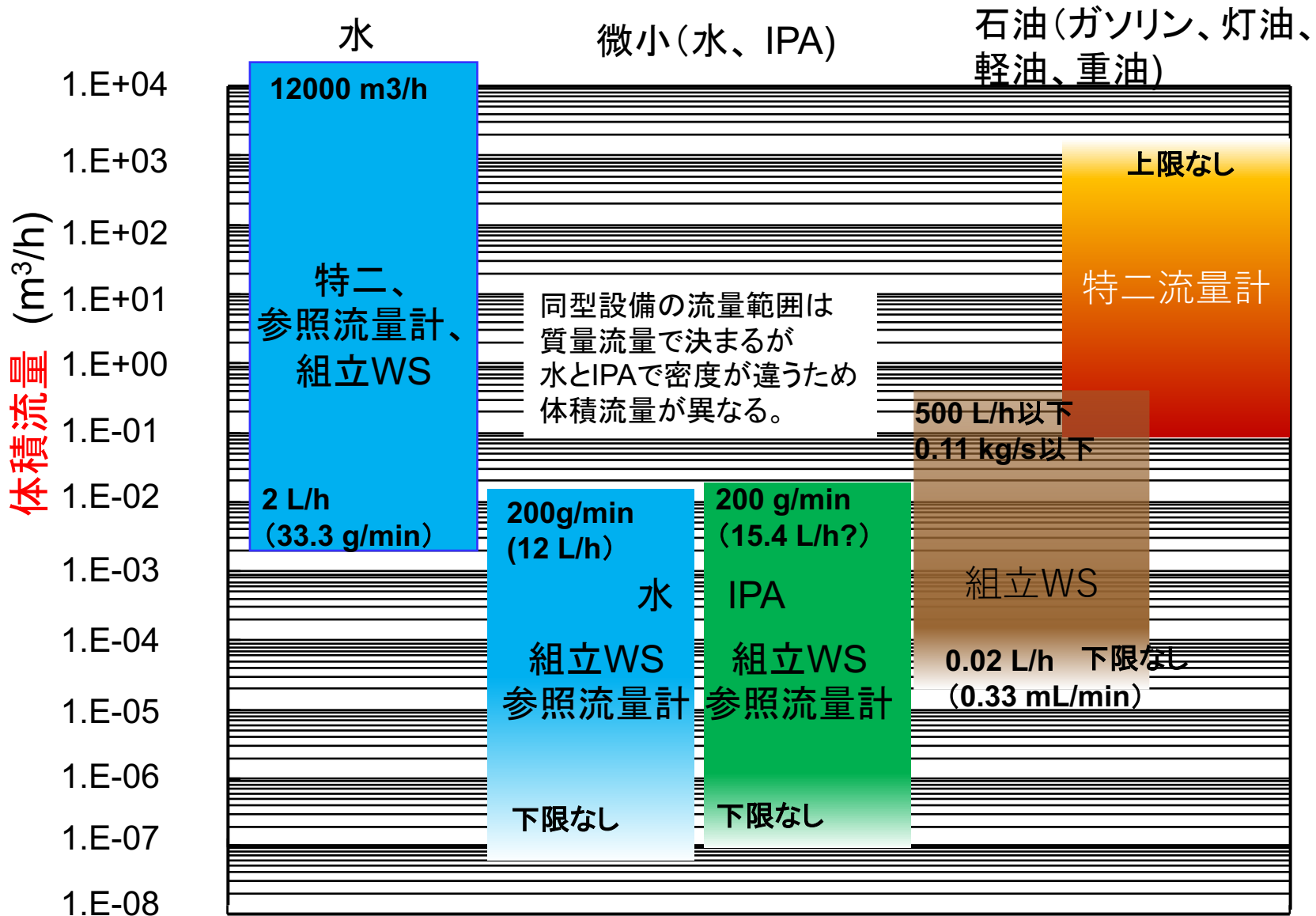


項目

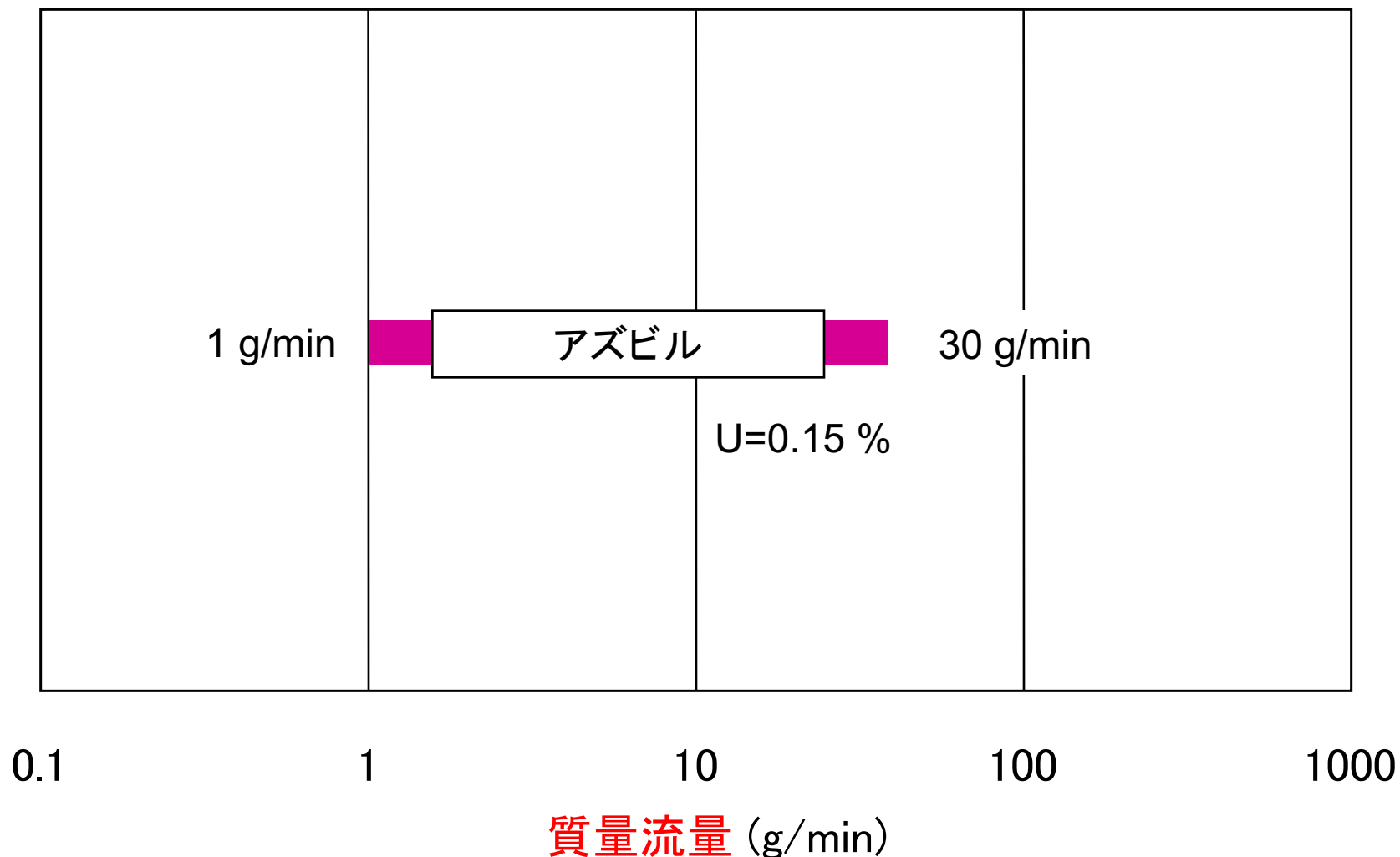
- 液体微小流量
 - 範囲、産業の概要
- 液体微小流量校正装置の技術課題
 - 主に動的秤量法：蒸発、表面張力、ノズル浮力補正
- 世界動向
 - 各国計量研究所の取り組み
- 産総研の取り組み
 - 石油小流量校正装置
 - 液体極微小流量校正装置
- 液体微小流量JCSS
 - 概要紹介



JCSS技術的要求事項適用指針の範囲



微小流量のJCSS事業者の校正範囲



まとめ

- 産業：半導体、医療、分析分野
 - マイクロフロー、ナノフロー領域の流量計測制御
- ここ10年で各国の計量標準研が微小流量標準に着手
- 微小流量校正装置の技術課題
 - 蒸発、表面張力、浮力の変動影響をいかに極小化するか。
- 産総研でも校正装置を開発継続中
 - 目標：1 $\mu\text{L}/\text{min}$ 程度、拡張不確かさ0.1 %程度
- 液体微小流量JCSS
 - 水、IPA、組み立てWS、下限なし