

THE HITACHI

Scientific Instrument

NEWS

October 1960 Vol. 3 No. 4

ガスクロマトグラフ用担体の 開発と分離例

椎名 勝* 浜田勝彦* 伊藤忠治*

Keulemans 等⁽¹⁾ によって Johns-Manville 社の C-22 やドイツの Sterchamol No. 22 煉瓦粒が用いられ、分離能も通気性も秀れていることが発見されたため、固定相液体を保持するものとして広く用いられてきた。しかしこれらのものは、いずれも断熱煉瓦として製造されたものであり、担体としての条件を必ずしも満足するものではなく、かつ入手も困難であるため、早くから秀れた国産品の出現が望まれていた。

担体としての望ましい条件は、下記4項が考えられる。

(1) 表面積が大きいこと。

分配法の理論から、当然表面積の大きいことが要求される。

(2) 吸着性のないこと。不活性であること。

担体は液相である液体を保持するだけで、吸着性があるとはいけない。また化学的に試料や液相と反応してはいけない。

(3) 機械的強度が大きいこと。

空隙が生じないようにするため固定相をカラムに充填するときには、振動を与えるが、このために担体粒子が破壊されるようではいけない。

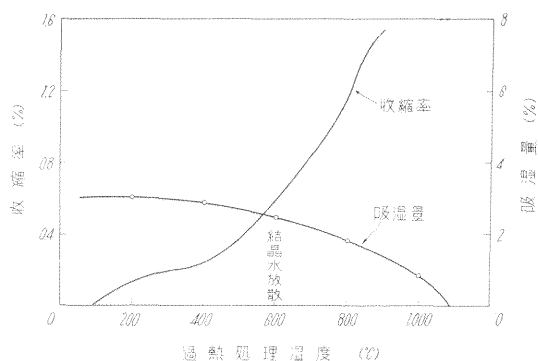
(4) 通気性が良いこと。

通気性が悪くカラムにおける圧力降下が大きくなってはいけない。それには適当な粒度を選ぶ必要がある。

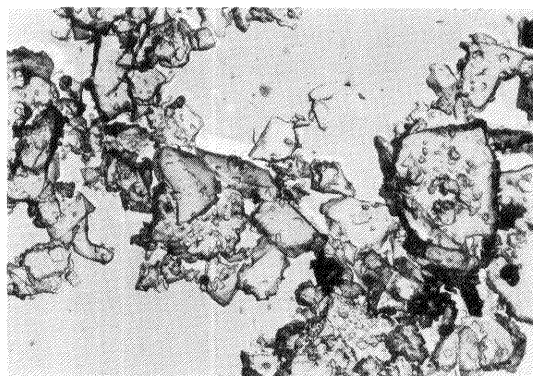
以上の条件を同時に満足する担体を得ることは極めてむずかしいが、現在のところでは、珪藻土の焼結物以外に有望なる材質は考えられないので、これを主体とするものについて研究した。

1. 先ず珪藻土の性状による差異を検討した。

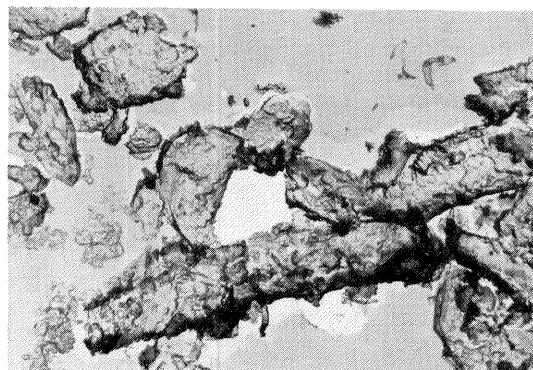
* 日立製作所多賀工場



第1図 珪藻土（供試 No. 4 大分県産）の過熱処理温度と収縮率および吸湿量との関係



第2図 供試 No. 4 大分県産珪藻土の珪殻
(1,000°C焼結×3,600)



第3図 供試 No. 4 大分県産珪藻土の珪殻
(カオリン添加 1,000°C焼結×3,600)

第1表 供試品珪藻土の化学組成の分析値

供試 No.	産地成因	主 体 と な る 珪 藻 殻	分 析 値							比 面	表 積	嵩比重
			SiO ₂	Al ₂ O ₃	FeO ₃	MgO	CaO	Ig Loss				
1	新 潟 湖 成	Melosira, granulata	76.13	5.39	3.46	0.29	1.09	3.98	58	0.42		
2	宮 城 "	Stephanodiscus Niagarae	86.62	4.72	1.48	0.42	0.82	6.45	119	0.24		
3	佐 賀 "	Ehrenberg Flagiralia	83.25	4.86	1.23	1.31	1.29	8.43	—	0.40		
4	大分(A) "	Cyclotella	87.24	1.47	2.83	0.32	0.31	6.59	93	0.43		
5	大分(B) 湖 成	Cyclotella	84.45	1.99	1.05	0.69	2.43	9.90	—	0.40		
6	秋 田 海 成	Coscinodiscus	88.24	3.26	1.66	0.44	0.22	5.30	39.4	0.40		
7	鹿 児 島 湖 成	Coscinodiscus	89.64	2.00	1.22	0.69	0.72	4.50	35	0.40		
8	岡 山 湖 成	Stephanodiscus Niagarae Ehrensbers	89.40	4.10	1.50	0.70	0.20	3.00	89.4	0.35		

珪藻土は産地により化学組成は勿論、珪藻殻の形状、嵩比重、表面積等が異なるので、これ等と分離能の関係を求めた。

第1表は供試品の珪藻土の化学組成、珪殻の形状、嵩比重、比表面積である。

- 加熱処理温度による珪藻殻の収縮、結晶構造の転移、吸着性能の消失等の事実⁽²⁾に着目し、これらの性質と分離能との関係を求めてみた。第1図は供試 No. 4 大分県産の珪藻土の加熱処理温度と収縮率および吸湿量との関係、第2図は珪殻の電子顕微鏡写真である。

- また粘結剤を添加することによって、機械的強度の増加が考えられるので、木節粘度、カオリン、ペントナイト等を適当に添加し焼結してみた。

以上の試作品を次の如き条件で、クロロホルム、四塩化炭素およびアセトンの等量混合液の分離を行い、その理論段数を求めて比較した。

(1) 装置：日立 KGL-2 形ガスクロマトグラフ

(2) 分析条件

粒度および液相：30~50メッシュ、DOP 20%(w)含浸

カラム……………内径 4 mm φ×2 m

温 度……………80°C

試料量……………0.02ml

キャリア……………N₂ 30ml/min

(3) 理論段数の計算

理論段数は下式によった。

$$n = 16 \left(\frac{Rt}{W} \right)^2 \dots\dots\dots (1)$$

但し W はピークの底辺の幅、Rt はリテンションタイム。

結果は第4図および第5図の如くで、加熱処理温度は1,000°C附近、産地は大分県産のものが特に秀れていることが分った。

- 加熱処理温度の分離能におよぼす影響

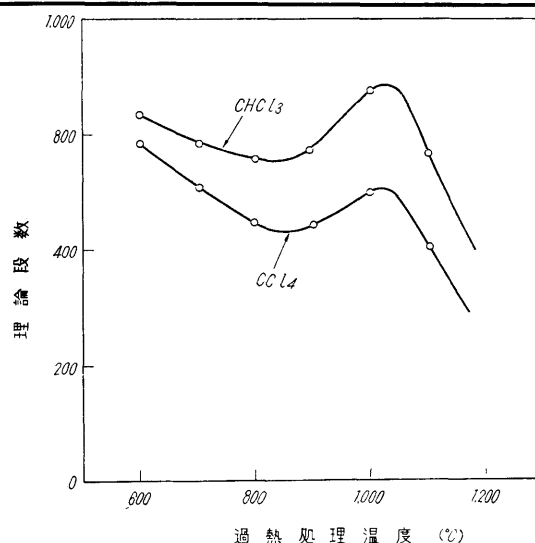
1,000°C 附近の焼結品が最良であることは、珪藻土自体の特異な多孔質構造がこの温度附近で変化し、それにつれて珪藻土の吸着能が微弱化されることに関係があると考えられる。事実高温になると珪殻の微細構造が崩れてしまい、したがって分離能も悪くなる。

- 珪殻の種類による影響

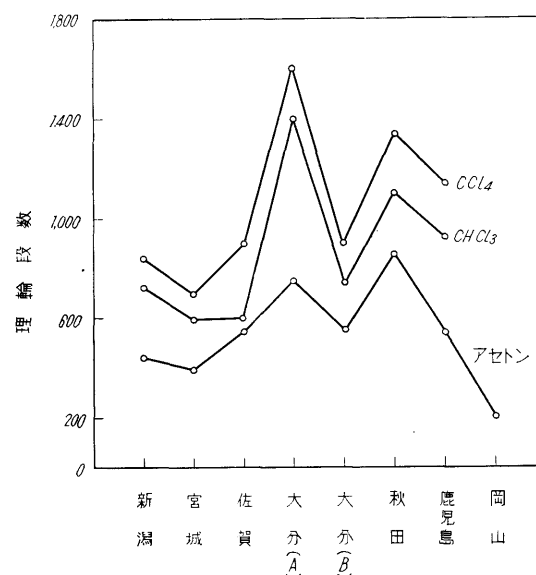
供試 No. 8 の岡山県産のものでは、クロロホルムと四塩炭素は全く分離されなかった。これは形状の大きいわりに珪殻が薄

第2表 日立担体と C-22 との分析所要時間と理論段数の比較 (キシレン異性体の分離に対する)

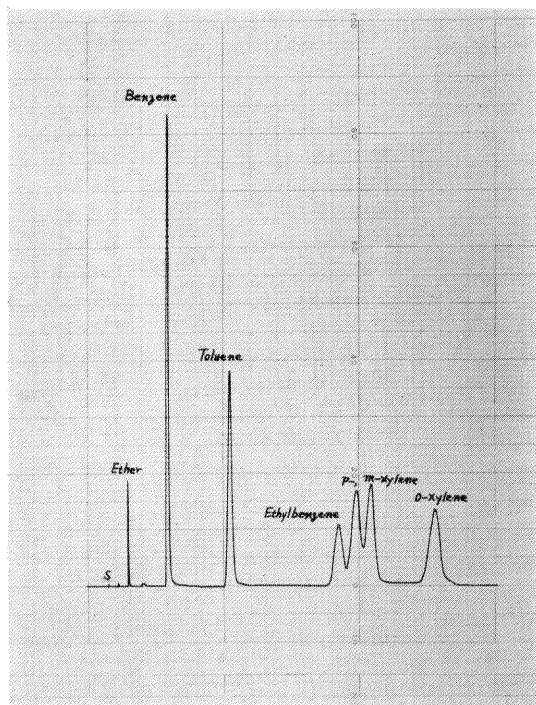
区 分	分 析 条 件				分析所要理論段数 (0-キシレン)
	カラム長さ (m)	温 度 (°C)	流 速 (ml/min)	時 間 (min)	
日立担体	5	90	60	53.0	5,500
日立担体	5	100	70	24.2	3,010
C-22	5	80	50	56.2	3,600
C-22	8	80	50	95.3	4,700



第4図 過熱処理温度と理論段数の関係



過熱処理温度 1,000°C
岡山県産のものでは、CCl₄とCHCl₃は全く分離されなかった。
第5図 産地別と理論段数の関係



第6図 キシレン異性体の分離（日立担体使用、分析所要時間24分）
 カラム……………7.8 ベンゾキノリン 5m
 キャリヤ……………He 70ml/min
 温度……………100°C
 チャートスピード…5 mm/min

いので熱的变化を受け易いと思われる。逆に珪殻が厚く、殻面の細孔が比較的大きいものでは良好な結果を得た。

3. 比表面積と分離能の関係

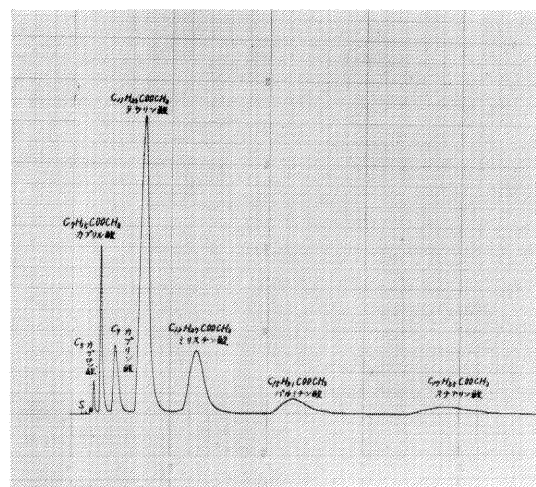
大分県産（No. 4）だけが例外で、比表面積の大きい宮城県産（No. 2）と岡山県産（No. 8）のものは特によくない結果となった。つまり当初の仮説とは逆の結果となった。これは、例えば、活性炭、活性アルミナのようにその表面積が 1,000mm² 近くまであるようなものでは、細孔の大部分が Micropore であるため、液体を浸ませると、細孔深く浸み入るか、含浸せずに表相だけを被ってしまうかの何れかで、実際には、気体との接触表面積はいずれの場合も小さくなる。以上の例からも判断できるように担体としては Micropore の多い—即ち中庸の表面積のものが望ましいという雨宮⁽³⁾氏の推論と一致する結果となった。即ち当初に掲げた表面積とは、気体と実際に接触するところの実効表面積であるといわねばならない。

4. 嵩比重と分離能の関係

M. Dimbat 等⁽¹⁾は嵩比重は 0.45 以下がよく、0.65 以上はあきらかに悪いと述べている。また武内氏等⁽⁴⁾はあまり明確ではないが、しかし嵩比重の小さいものは大体において最高理論段数は大きいといえると述べているが、以上の実験の限りでは、嵩比重の小さい新潟（No. 1）および岡山県産（No. 8）のものが特に悪く逆の結果となった。

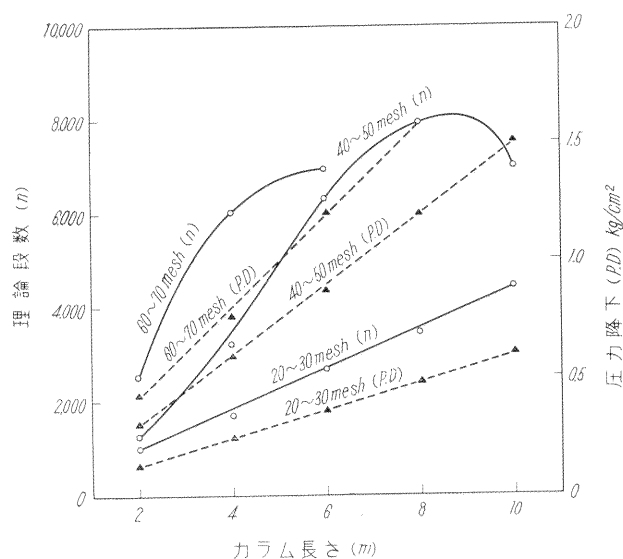
5. 粘結剤添加による影響

担体としての機械的強度をもたせるため、木節粘土、カオリン、ベントナイト等を添加して焼結してみたが、いずれも予想通りの強度のものを得た。しかし分離能は逆に低下する結果と



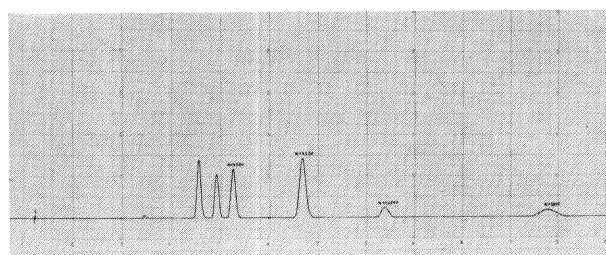
第7図 高級脂肪酸メチルエステル（日立担体使用）

カラム……………D C シリコンハイパックグリース 2m
 キャリヤ……………He 60ml/min
 温度……………230°C
 チャートスピード…10mm/min



第8図 粒度とカラム長さとの理論段数および圧力降下の関係

カラム……………D O P 20%(w) 内径 4mm $\phi \times 2$ m
 温度……………80°C
 キャリヤ……………N₂ 30ml/min
 試料……………石油ベンジン 0.02ml（第9図 P山）



第9図 石油ベンジン（日立担体40~50メッシュ）

カラム……………DOP 8m
 キャリヤ……………N₂ 30ml/min
 温度……………80°C
 チャートスピード…10mm/min

なった。

この原因は有効な多孔性微細構造が粘結剤によって阻害されるものと考えられる。（第3図参照）

以上担体の試作について述べたが、諸種の問題につき明確な結論を得ることはできなかった。今後の研究に待つ外はない。

ともあれ更に試作を重ねた結果、現在は珪藻土中の夾雑物と鉄分を適当な方法によって除去し、この高純度の原料を1,000°C附近で焼結して、機械的にも強い担体を得ている。即ちすでに商品化している日立担体である。これと C-22 との比較を行った結果は第2表の如くで、C-22 を用いカラム長さを 5m にした場合の分析所要時間は 56.2分 を要するが、日立担体では半分以下の24.2分で分析でき、しかも O-キシレン の理論段数は前者に比し僅か 16.7%の低下にすぎない。また日立担体でカラム長さ 5m、90°C では 53 分で分析でき理論段数は5,500 である。これは C-22、5m の 1.5 倍、8m の 1.17 倍に当り、且つ分析時間も短く済んでいる。

分析条件は表中に記載した外は全く同じで、担体の粒度は30~40メッシュ固定液相は、7、8-ベンゾキノリンを 15~30% 含浸した。キャリアは H₂ ガス、試料は容量%で、ベンゼン 21.2 トルエン 18.3 エチルベンゼン 11.0 p-キシレン 16.6 m-キシレン 16.6 O-キシレン 16.3 の割合に混合し、0.03ml を注入した。分析条件が全く同一でないで、前提に問題はあがあるが、要は分析所要時間であるので、これを基準としての比較を試みたものである。

第6図は以上の比較における日立担体を用いてのキシレン異性体の分離例（分析所要時間 24.2 分）、第7図は高級脂肪酸メチルエステルの分離例である。

尚試作品の粒度とカラム長さで分離能および圧力降下の関係を探求してみた。結果は第8図の如くで、20~30メッシュでは、10m まで接続しても直線的に理論段数は増加してゆくが、その最高値は 40~50 メッシュのものの 5m の値に相当する程度である。40~50メッシュでは 9m の理論段数約 8,000（第9図）を最高として 10m では約 7,000 近くまで逆に低下している。60~70メッシュでは、直線関係が初めからなく、6m で既に飽和しはじめている。

1m 当りの圧力降下は、20~30メッシュで 0.06、40~50メッシュで 0.15、60~70メッシュで 0.21kg/cm² でカラム長さとの関係はいずれも直線的である。キャリアガスは N₂ で、条件は第9図記載の如くである。

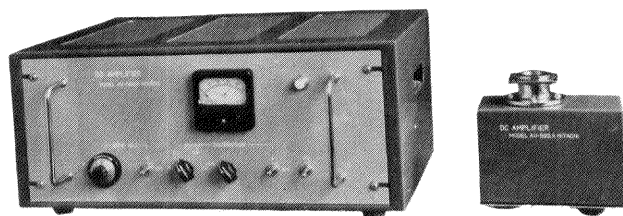
充分に多孔質のものは、粒度によらず表面積は一定に近く、したがって理論段数も一定であるといわれ、D.W. Grant等⁽⁵⁾ が、セライトで行った結果でも粒度の細かいものの方が少しよいようであるが、吾々の実験結果ではこれを裏切り大きく変るものであることを知った。ともあれ、標準品として、30~50メッシュのものを採用することにした。因みに、P.E 社では公称 60~100メッシュ、F 社では 30~60メッシュのものを発売している。

参 考 文 献

- (1) A. I. M. Keulemans, Gas chromatography Reinhold Publishing Corporation, New York. (1957)
- (2) 河嶋千尋：珪藻土の性状とその応用 化学工業 Vol. 4, No. 4
- (3) 雨宮良三：ガスクロマトグラフィー 共立出版社 昭一34
- (4) 武内次夫、高山雄二：入門ガスクロマトグラフィー 南江堂 1958
- (5) D.W. Grant and G.A. Vavghan, J. Appl. chem, 6, 145 (1956)

質量分析計用振動容量形 直流増幅器

内海由春* 米田国治* 阿部善右衛門**



直流増幅器 MODEL AU-12 外観

振動容量形直流増幅器は、入力抵抗を極めて高くしうる、変調して増幅をおこなうので真空管フリッカ雑音の影響を軽減できる、ドリフトが少ないという諸点で直結形真空管増幅器に比し秀れた特性をもっている。特に高い信号源インピーダンスを有する微小電流、電荷の測定器としては入力抵抗を容易に 10¹⁴Ω 以上にしうるので、測定抵抗に超高抵抗を用いて電流感度の高い増幅器を実現することができ、又容易に微小電荷の測定が可能である。

さて質量分析計用イオン電流検出増幅器としてはエレクトロメータチューブを用いた直結形帰還増幅器がながく賞用されてきたが、微量分析や連続長時間観測特にプロセスへの応用等の目的から、更に高感度のものおよび長時間安定な増幅器が望まれておりこうした目的に、多賀工場では振動容量形直流増幅器 MODEL AU-12 を成完了。

第1図はこの増幅器のブロックダイアグラムであって、入力電流 I_i から出力電圧 V_0 への伝達インピーダンス関数 Z_f は、入力から出力迄直交変換、同期整流を含めた増幅回路の電圧利得を G_1 、帰還回路の利得を G_2 とすると

$$Z_t = \frac{Z_f G_1}{1 + \frac{Z_f}{Z_g} + G_1 G_2}$$

$G_1 G_2 \gg 1 + Z_f/Z_g$ を満足するよう構成せしめれば

$$Z_t \approx \frac{Z_f}{G_2}$$

となり、 G_2 が単なる抵抗分利得回路であれば Z_f のみで定まる伝達特性をもたせることができる。

本増幅器は前置増幅器と主増幅器から構成され、特性上使用目的により高感度形と速応形の二種がある。両者の特性を第1表に示す。

入力信号は交流に変換されるが、心臓部とも言うべき変調回路にはバイブレーティングリッド形振動容量 VR-7 を用いてあり、変調周波数は 380c/s、音片の動作原理に基づいて振動周波数は極めて安定に保たれ、又整流帰還方式により振動振幅も安定化されている。変調出力は高信頼管 6136 による初段増幅を経て、選択増幅、同期整流が行われる。初段管ヒーターはトランジスタ安定電源により点火されている。これら増幅回路はすべて交流回路のみからなり、直結形直流増幅回路をもたないから、調整が容易で、

* 日立製作所多賀工場 ** 日立製作所中央研究所

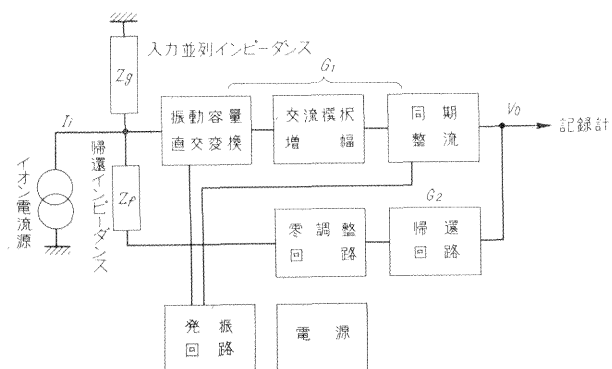
第1表 直流増幅器 MODEL AU-12 特性

	高 感 度 形	速 応 形
ノイズレベル* (尖尖頭値)	$1 \times 10^{-15} \text{amp}$	$1 \times 10^{-14} \text{amp}$
ドリフト	$< 1 \times 10^{-15} \text{amp}/10\text{h}$	$< 1 \times 10^{-14} \text{amp}/10\text{h}$
レスポンス タイム (98%)	2 sec	0.2 sec
測 定 範 囲	$1 \times 10^{-15} \sim 6 \times 10^{-11} \text{amp}$ 2レンジ切換	$1 \times 10^{-14} \sim 6 \times 10^{-10} \text{amp}$ 2レンジ切換
帰 還 抵 抗	$10^{12} \Omega$	$10^{11} \Omega$

*〔註〕 信号源容量 5 pF 以下の場合、5 pF 以上では、容量に応じて雑音レベルは増加する。

電源回路も単純化されている。又振動容量の表面電位差により必然的にオフセット電圧を生ずるが、これを打消す零調整電圧はツェナーダイオードによる安定回路から供給され、乾電池等の消耗品を用いるのをさけている。出力はマルチガルバノメータ、ペン記録計等に接続される。

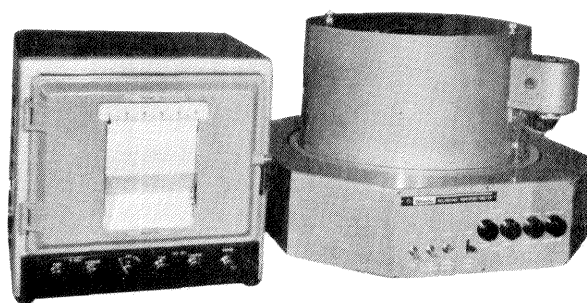
この増幅器は本来質量分析計用として設計されたものであるが、各種電離電流、光電流等の微小電流測定に広く用いることができる。



第1図 振動容量形直流増幅器ブロックダイアグラム

真珠測定用自記変角光度計

吉田 霞* 檜山好延*

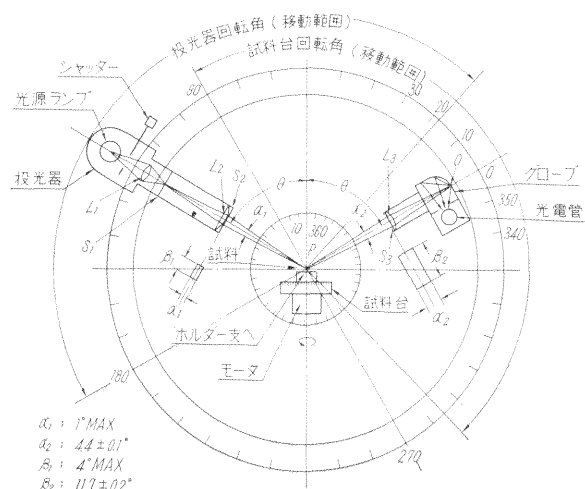


日立真珠測定用自記変角光度計

合成樹脂、織物、紙等平面状の物体の光沢度を測定する標準形自記変角光度計 EPG-2 については、先に S・I・News, Vol. 2, No. 2 に発表したが、今回さらにこれに改造を加え真珠の光沢度を測定する専用機 EPG-2 P を完成したので、この装置の概要と測定例を紹介する。

1. 光 学 系

第1図は本装置の機能および光学系を示す。標準形の自記変角光度計の光学系は ASTM 光沢度測定法 Converging Beam Type に準拠したもので、出射光は受光部の開口に収斂し、試料面における光束面積は 10mmφである。しかし真珠は 4~15mmφの球形であるため、その照射面を出来るだけ小さくし平面に近い条件に保つ必要がある。そこで本器ではレンズ L₂ により出射光を試料の球面の尖端に収斂させピンホール S₁ を置くことにより受光面積を約 1mmφとした。且つ ASTM に準ずる測光条件を得るため、投光器と受光器の開口 S₂S₃ に長方形の絞りを入れ試料から見た角度を規格値に合わせられるようにした。投光器、試料台受光器の動作範囲と測定条件は標準形と同じである。



第1図 機能系統図

* 日立製作所多賀工場

2. 試料の保持法と調整

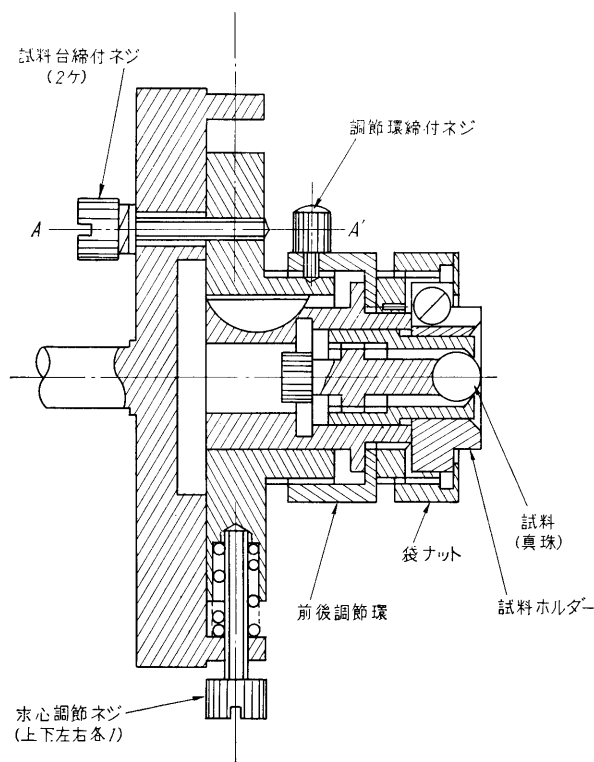
真珠が球形で個々の大きさも異なるため特殊な保持装置が必要となる。第2図と第3図はその構造を示す。試料保持台は調整ねじにより芯出し及前後微動が可能で、その前端部は試料ホルダーを袋ナットで緊定する構造になっている。試料ホルダーはエポナイト製のケースに試料を入れ、押えねじで固定したのち基準平面の上に垂直に置き、ねじBを弛め真珠の先端を台上O点に一致させてから再びねじBで確実に緊定する方式になっている。このため試料ホルダーを保持台に取付けた場合真珠の先端は正確に入射光の先端の焦点におくことが出来、数個の試料ホルダーを用意しておくことにより、寸法の異なる真珠を順次迅速に同一条件で測定することが可能である。反射率の基準には第3図bに示す標準反射板を使用するが、これに使用しているガラス板は屈折率1.520で反射率は入射角 20° において87.3%、 45° で88.8%、 60° では92.4%である。又第3図cは試料測定にさきだち、予め試料保持台の調整を行っておくための芯出しゲージである。

3. 測定例

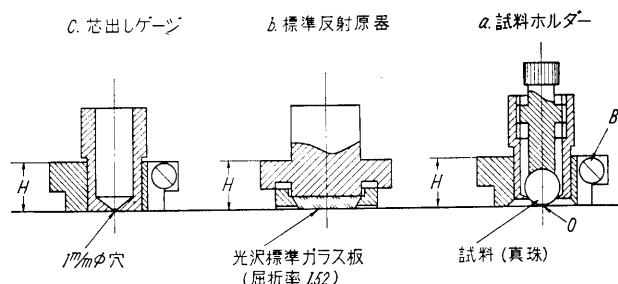
第4～6図は直径8mmの真珠の測定例で、照射角は 20° 、 45° 、 60° に固定し受光角を変えて記録したものである。

フルスケールは前以て標準反射板を測定し規正しておるが、その記録が幅約 3° の矩形状になっておるのは投光器と受光器の開口絞りによる結果である。試料の反射率は正反射の角度で最高となり、この位置から遠ざかるにつれて低くなっており、光沢度の高いもの程、山が高く傾斜は急となる。この測定に使用したものは真珠としては中級程度の光沢を有するものであった。又山の形が対象でなく、局部的に凹みのあるのは試料が真珠でないためとおもわれる。

本装置は水産庁真珠研究所の依頼で製作したものであるが、同所では肉眼による真珠の色と艶、あるいは真珠質層の厚さ等が測定値に如何に表われるかを実験し、従来肉眼の判定に任せられておった真珠の評価を計器によって裏付けることを計画されている。



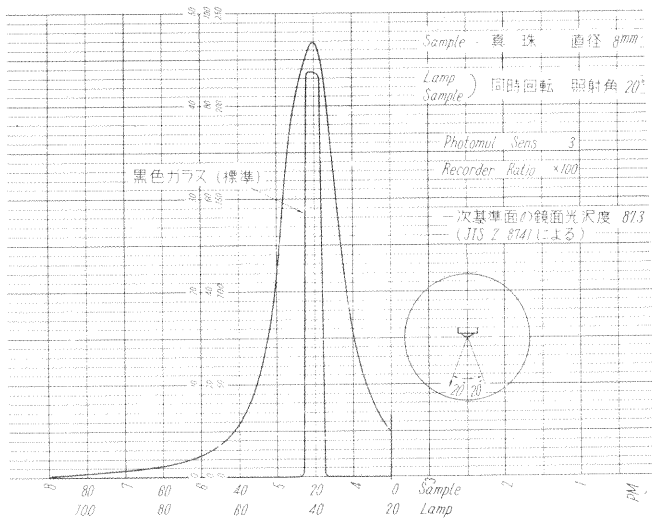
第2図 試料保持台



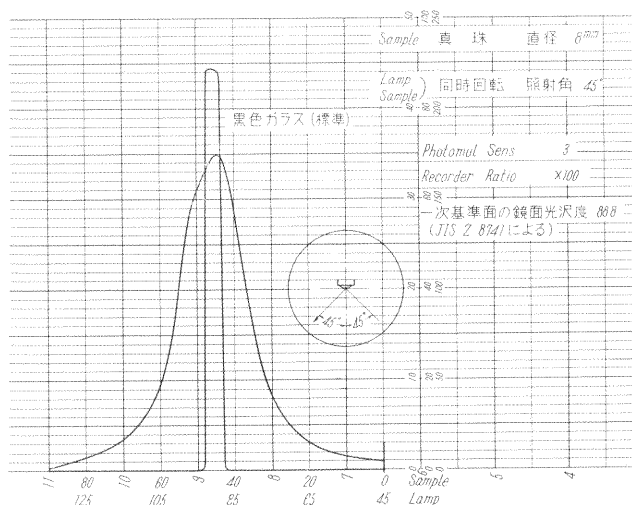
第3図 試料ホルダーおよび調整原器

自動光度滴定装置について

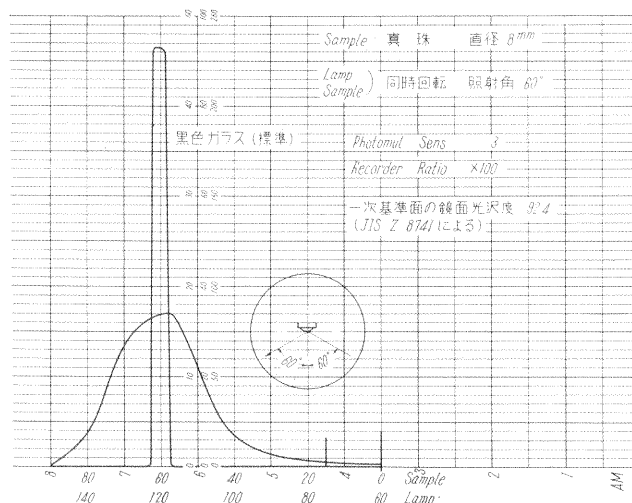
小沼武男*



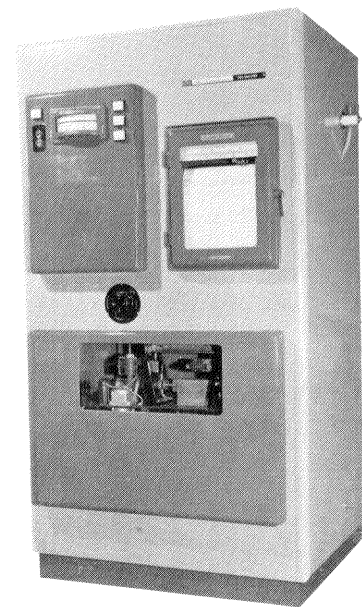
第4図 8φ 真珠測定例 (照射角 20°)



第5図 8φ 真珠測定例 (照射角 45°)



第6図 8φ 真珠測定例 (照射角 60°)



日立自動光度滴定装置

最近各方面の工場で各種作業が大幅にオートメーション化されつつあるが、化学分析作業だけは旧態依然として人的労力のみに頼るものが多い。戦後機器による分析が普及して分析の能率向上が進められたが、化学分析には機器による測定操作の前に薬液計量または化学操作が伴い、これが分析操作の大きな割合を占めている。日立製作所では化学分析の完全自動化のため、さきに比色分析を自動化したシリカ分析計を完成したが、さらに光度滴定分析を自動化した自動光度滴定装置を完成し実用に供している。

光度滴定分析法は機器分析に最も広く利用されているものの一つであるが、これは溶液中に溶存している目的物と反応を生じ、吸光度の変化する点を検出して目的物の濃度を定量する分析法である。これを操作の順序に列挙すれば

- (1) 試料定量計量
- (2) 希釈および pH 調整
- (3) 指示薬添加
- (4) 標準溶液滴下
- (5) 終点検知
- (6) 滴下中止、滴下量読取

等に分けられるが、これらの操作を全自動化するためには二、三の重要な困難を伴うが、自動化することによって操作条件が一定化されて、人力操作によっては得られない高い再現性を得ることができる。

* 日立製作所多賀工場

1. 試料の正確な定量計量

光度滴定において定量される試料の絶対量は数 ml 以下であることが多い。このような少量液の定量計量器としては溢流による計量とか、定量ポンプによる計量、電気接点により液面を制御する方法、回転円筒に計量孔を設けた方法等があるが、何れも器壁に液が付着するか、あるいは工作上の困難が伴い満足できるものではない。

我々は工作の容易さを考慮して3個の平面板の摺動による計量器を考案した。第1図にその構造説明図を示す。

計量孔をもった平面円板が回転して試料によって洗われた後、流れの一部を切り取り、その計量孔が希釈液の通路に連通したとき洗い出されて採取される。この方法によると前回の測定液の影響をうけることなく又希釈液により洗い出されて滴定槽に入るので試料の一滴をも器壁に付着することがなくなるので、計量精度は極めて高くすることができた。

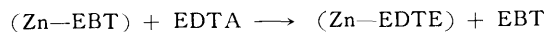
2. 標準溶液滴下量の迅速測定

手動による滴定分析では予備分析によって概略の分析値を知り概略値の近くまで標準溶液を迅速に添加して、以後は1滴づつ反応の完了を確認しながら徐々に滴下するのを常道とするが自動分析器においては同様の予備分析を行うことは困難であるから、滴定の始めから徐々に滴下するとすれば反応の完了するのに1滴毎に数秒ないし、十数秒を要するため、終点までの全量の滴下を完了するには甚しく長時間を要する。

本装置においては迅速に滴下する際、局部的に化学反応が終結する現象をとらえて、滴下速度を2段階に制御する方式を考案した。

3. 亜鉛の分析例

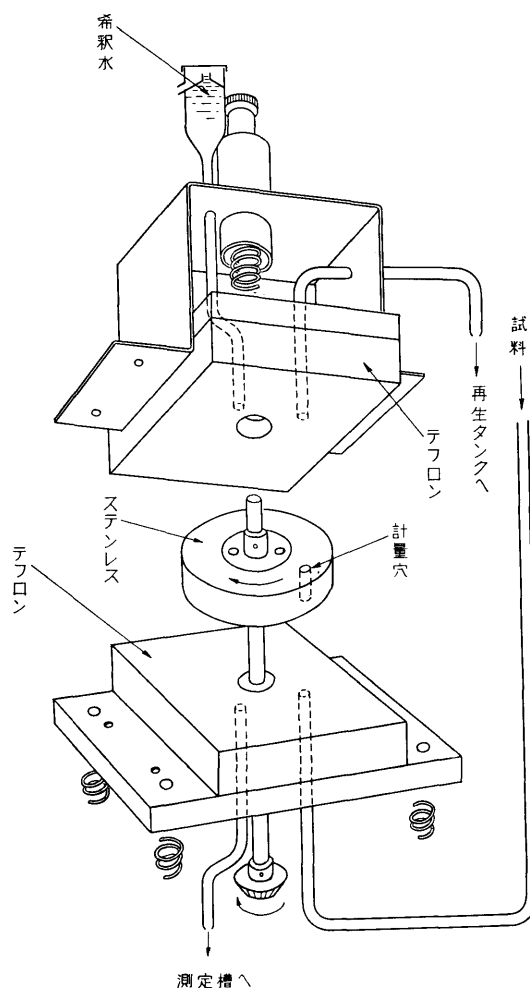
亜鉛はキレート滴定法により分析した。即ち亜鉛を含む試料をpH調節した後、指下薬として EBT (Eriochrome Black-T) を添加して Zn-EBT 錯塩(赤色液)とし、これに標準溶液として EDTA (Ethylene diamintetra acetate) を滴下することにより下式の反応を生ぜしめ、遊離した EBT の青色に変化したときが終点である。



赤 色 pH 7~10 青 色

これらの希釈液、指示薬、pH 緩衝液はそれぞれ1日の連続測定所定量を貯蔵槽に貯えて、そのうちから所定量を計量注加する。以上の操作は20分に1回、第2図のプログラムに従って行ない、滴定の所要時間は試料の濃度により3~5分の間に完了し、その分析値は試料計量後17分後に記録する。さらにその後滴定用ピストンの復帰、廃液の排出等の操作を経て1行程を完結する。

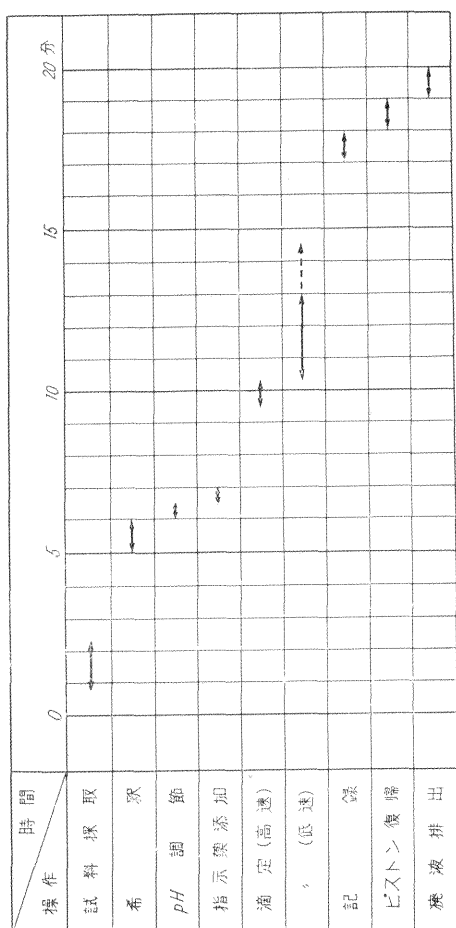
本装置による再現性試験の記録例を第1表および第3図に示す。これによりフルスケールの±1%に入ることが認められ、充分実用に供し得ることが確められた。



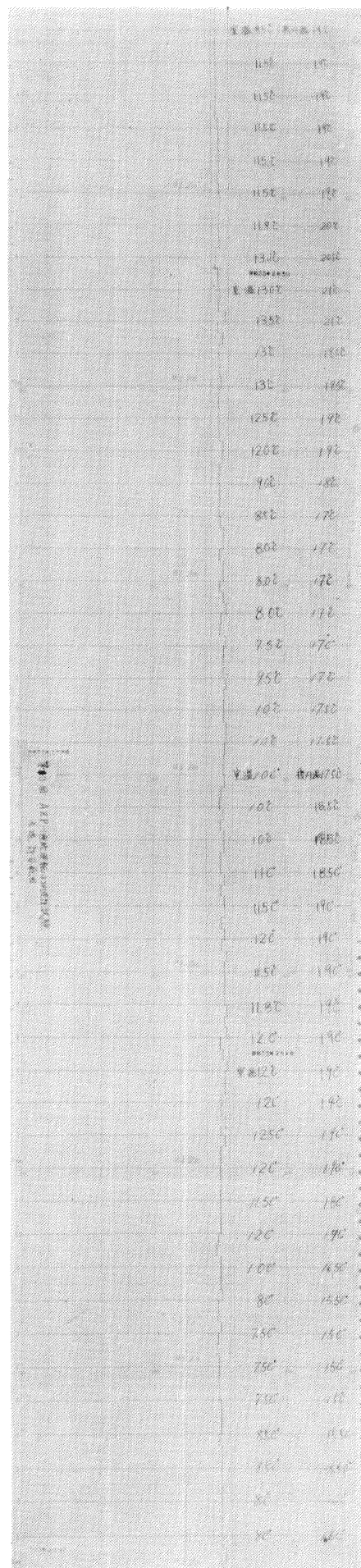
第1図 試料採取部縦方向分解図

第 1 表 AZP-1 形亜鉛自動分析計による亜鉛記録値

Zn 添加量 測定回数	275.5g/l	Zn 添加量 測定回数	275.5 g/l	Zn 添加量 測定回数	275.5 g/l	Zn 添加量 測定回数	275.5 g/l
1	275.5	37	275.1	73	276.5	109	276.2
2	276.8	38	275.1	74	276.8	110	275.5
3	275.5	39	276.8	75	277.1	111	275.4
4	275.3	40	275.3	76	277.8	112	275.3
5	275.3	41	277.0	77	277.8	113	276.8
6	275.3	42	275.3	78	276.8	114	274.8
7	275.3	43	275.6	79	276.8	115	277.8
8	275.3	44	276.9	80	276.8	116	275.2
9	275.3	45	276.9	81	277.7	117	275.7
10	275.2	46	277.7	82	276.8	118	275.2
11	275.3	47	276.2	83	276.8	119	275.1
12	274.3	48	275.1	84	276.9	120	273.9
13	275.1	49	277.7	75	277.6	121	273.9
14	275.1	50	276.9	86	275.4	122	275.3
15	275.0	51	277.8	87	275.8	123	275.1
16	274.2	52	276.8	88	277.8	124	275.1
17	274.2	53	276.8	89	276.8	125	275.4
18	274.2	54	277.0	90	275.4	126	275.6
19	274.2	55	276.9	91	276.8	127	275.0
20	273.5	56	277.8	92	276.8	128	274.5
21	274.0	57	275.8	93	275.3	129	275.0
22	275.2	58	276.9	94	276.8	130	275.2
23	274.0	59	276.6	95	276.8	131	274.9
24	273.9	60	277.0	96	275.6	132	275.1
25	275.6	61	276.9	97	275.3	133	274.8
26	275.1	62	275.6	98	275.5	134	273.9
27	275.2	63	277.0	99	275.5	135	273.9
28	275.2	64	275.5	100	275.2	136	274.0
29	273.4	65	275.4	101	275.4	137	274.0
30	274.2	66	276.8	102	276.8	138	274.0
31	275.1	67	276.8	103	276.8	139	274.0
32	275.1	68	275.4	104	275.3	140	274.0
33	275.1	69	276.5	105	275.3	141	274.0
34	275.1	70	275.1	106	275.3	142	273.9
35	275.4	71	275.7	107	275.1	143	273.9
36	275.2	72	276.9	108	275.2	144	273.9
平 均		275.63g/l		最 大 偏 差		+2.3g/l	
標準偏差 (σ)		1.11g/l		最 大 偏 差 %		0.71%	
$\sigma\%$ (フルスケールに対し) 0.34				(フルスケールに対し)			



第2図 フログラム



第3図 AZP-1 連続運転による再現性試験