

比重計による薬液の濃度測定

現在、幅広い産業分野の生産ラインで液体、特にウエットプロセス用の薬液の濃度管理において電磁式導電率計、超音波式濃度計、分光光度計、屈折計などの様々な計測器が使用されています。それぞれの計測器には測定原理にもとづく測定の精度、安定性、サイズ、使いやすさ、価格など様々な特徴がありますが、最終製品の歩留まりを左右する重要な機器として使用条件に応じた最適な選択をする必要があります。近年、従来の計測器の機能では技術的に計測が難しかった、又は、価格が高額な為に採用が出来なかったなどの課題を持っていたユーザーの生産現場において、新たに比重測定技術を利用した薬液の濃度管理が注目されておりその応用分野が広がっています。本書ではこの比重計に関する測定原理と共にロードセル方式の SG-211ORS 型比重計の概要と用途をご紹介します。

■ 比重計の用途

- ※ プリント基板（PCB）などのエッチング液の比重管理
- ※ 半導体・FPD製造ウエットプロセスにおける表面処理および微細加工用薬液の比重管理
- ※ バッテリー電解液、不凍液の比重管理
- ※ メッキ関連薬液（フラックス、エッチング、酸洗）の比重管理
- ※ 洗浄・排水用化学薬品剤の濃度調整
- ※ スクラバーから排出される廃液の管理
- ※ 塗型液や溶剤などの液体の比重管理

比重計を利用した液体の比重（濃度）測定は、半導体や MEMS デバイスなどの最先端の微細表面加工を含む電子工業から食品製造産業まで様々な分野において応用が可能ですが、本書ではプリント基板(PCB)エッチング 溶液の濃度管理、バッテリーの電解液などに用途が広がっている硫酸の濃度測定を例に従来使用されていたガラス製浮ばかり 及び 電磁式導電率計と比較しながらその特徴を説明致します。

■ 従来のガラス製浮ばかりによる比重の測定

一般的に液体の比重の測定はガラス製の浮ばかり（^{ふひょう}浮秤）図 1 で計測されています。その原理は、以下の通りです。

浮ばかりは一種の錘（おもり）で、その錘を液体の中に入れると錘が液体中に入った体積に相当する液体の重さの分だけの浮力を受けます。その結果、錘はそれ自身の重さと浮力が釣り合う所まで液体の中に入ります。

もし、ある液体が水の比重（通常、水の比重は 1）より大きいと、それだけ錘は水の時と比較して液体の浮力を受け、上方向に浮いた状態で静止します。錘が常に一定の方向で液体の中に入るようにしておき、錘の側面に目盛を付けておけば、液面の位置によって液体の重量、すなわち比重の違いが分かり比重の値を測ることができます。

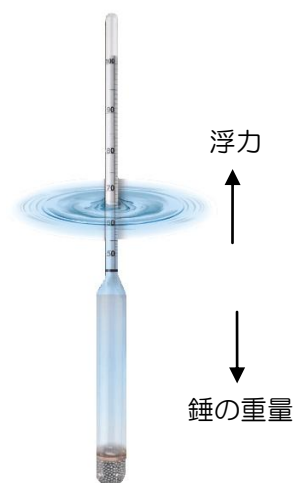
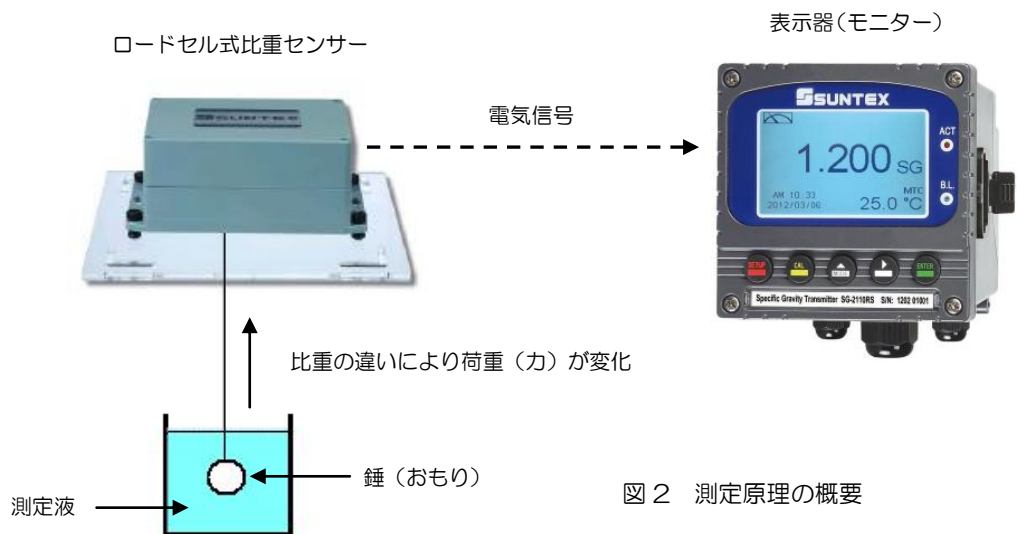


図 1 浮標

■ ロードセル方式による比重の測定

ロードセル方式のSG-2110RS型比重計の測定原理の概要を下記（図2）に示します。ロードセルとは荷重（力）を電気信号に変換する変換器で、当比重計においては錘の重量を検知しその信号を電気信号に変換します。液体の中に入った錘はその体積に相当する液体の重さの分の浮力を受けます。錘が常に一定の体積であれば液体の比重の違いにより錘が受ける浮力が変化します。その結果、ロードセル式比重センサーが検知する荷重も変化するので、その変化を比重の変化として読取り表示器に表示させます。



■ ロードセル方式による比重計のメリット

下記に浮ばかりを使用した時の問題点とロードセル方式による比重計のメリットを記載致します。

【浮ばかりを使用した時の問題点】

- ◆ 目視による目盛の読み取りミスの発生。
- ◆ 液面と浮ばかりの目盛位置の目視による手間。
- ◆ 危険な液体の測定による事故の可能性が大きくなる。
- ◆ 測定精度と測定安定性が低い場合がある。
- ◆ 測定レンジが広い場合は、複数の浮ばかりが必要となる。

【ロードセル方式のメリット】

- ◆ ロードセルからの比重の測定値の信号をモニター上に自動表示する為、手間が省け読取ミスがない。
- ◆ 危険な液体による事故の防止。
- ◆ 過去の測定データのグラフ表示機能により簡易に比重の連続的な変化が確認できる。
- ◆ 高い測定精度（表示分解能 0.001）と安定性により液体の水質（濃度）の微細な変化が確認できる。
- ◆ 外部への信号出力機能によりプロセス用機器としてシステム化が可能。
- ◆ 1台で 比重（SG） / ポーメ度（° Bé） / 塩濃度（ppt） / 濃度（%）の測定表示が可能。

■ プリント基板（PCB）用 エッチング液などの薬液の比重による品質管理

近年、幅広い工業分野、特に電子デバイスの製造プロセス（ウェットプロセス）においては多くの薬液が様々な方法で使用されています。これらの薬液は直接デバイスの品質に影響する為、各ユーザーにより独自の方法で分析され厳密に管理された状態で使用されています。

これらの薬液の一部は、単一の薬液の濃度であれば、一般的な電磁式導電率計を使用する事により簡易に測定することが可能です。しかしながら、塩化第二鉄などのエッチング液のようにプロセスの過程において複数の物質が混入する薬液の場合は測定が不可能です。この課題に対して比重計は複数の物質が混入した液体でも、そのエッチング液の劣化の状態をリアルタイムにしかも簡易に確認することが可能です。

例えばあるエッチング液の中に銅(Cu)イオンを含めて4種類の物質が溶解しているとします。比重計においても4種類それぞれの物質の比重（濃度）の変化を捉えることは不可能ですが、銅以外の3種類の物質の重量（比重）が銅より小さくその値が無視できる程度の場合は、エッチングの過程において溶出した銅の量が増加すると、薬液全体の比重値が変化するため、比重がある値に達したエッチング液に対して、新しい薬液に交換、又は、補給を行なうことで比重値を下げ、適正で安定したエッチングレートを保持する事が可能となります。

■ 硫酸（H₂SO₄）の濃度測定における比重計が持つ特徴

比重計は様々な薬液の濃度の変化を表示させることが可能ですが、ここでは硫酸を例にして説明致します。表1と表2は、それぞれ硫酸の濃度（wt%）の変化に対する導電率（mS/cm）と比重(SG)を数値として表したものです。（測定条件が多少異なる為、参考値として記載しています。）

| 濃度 (wt %) | 導電率 (mS/cm) |
|--------------|----------------|
| 0.0001 | 0.0088 |
| 0.0003 | 0.0261 |
| 0.001 | 0.0856 |
| 0.003 | 0.251 |
| 0.01 | 0.805 |
| 0.03 | 2.180 |
| 0.1 | 6.350 |
| 0.3 | 15.800 |
| 1.0 | 48.500 |
| 3.0 | 141.000 |
| 5.0 | 237.000 |
| 10.0 | 427.000 |
| 20.0 | 709.000 |
| 30.0 | 828.000 |
| 40.0 | 770.000 |
| 50.0 | 620.000 |
| 70.0 | 402.000 |
| 80.0 | 250.000 |
| 84.0 | 233.000 |
| 86.0 | 230.000 |
| 88.0 | 230.000 |
| 92.49 | 234.100 |
| 94.17 | 227.000 |
| 96.11 | 202.000 |
| 98.16 | 152.000 |
| 99.00 | 107.000 |
| 99.56 | 59.000 |
| 99.89 | 47.000 |
| 99.99 | 42.000 |

表1

| 濃度 (wt %) | 比重 (SG) | 濃度 (wt %) | 比重 (SG) | 濃度 (wt %) | 比重 (SG) |
|--------------|------------|--------------|------------|--------------|------------|
| 0.3 | 1.000 | 38.5 | 1.290 | 67.3 | 1.580 |
| 1.7 | 1.010 | 39.7 | 1.300 | 68.2 | 1.590 |
| 3.2 | 1.020 | 40.8 | 1.310 | 69.1 | 1.600 |
| 4.7 | 1.030 | 41.9 | 1.320 | 70.0 | 1.610 |
| 6.2 | 1.040 | 43.1 | 1.330 | 70.8 | 1.620 |
| 7.7 | 1.050 | 44.2 | 1.340 | 71.7 | 1.630 |
| 9.1 | 1.060 | 45.3 | 1.350 | 72.5 | 1.640 |
| 10.6 | 1.070 | 46.3 | 1.360 | 73.4 | 1.650 |
| 12.0 | 1.080 | 47.4 | 1.370 | 74.2 | 1.660 |
| 13.4 | 1.090 | 48.4 | 1.380 | 75.1 | 1.670 |
| 14.7 | 1.100 | 49.5 | 1.390 | 75.9 | 1.680 |
| 16.1 | 1.110 | 50.5 | 1.400 | 76.8 | 1.690 |
| 17.4 | 1.120 | 51.5 | 1.410 | 77.6 | 1.700 |
| 18.8 | 1.130 | 52.5 | 1.420 | 78.5 | 1.710 |
| 20.1 | 1.140 | 53.5 | 1.430 | 79.4 | 1.720 |
| 21.4 | 1.150 | 54.5 | 1.440 | 80.2 | 1.730 |
| 22.7 | 1.160 | 55.4 | 1.450 | 81.2 | 1.740 |
| 23.9 | 1.170 | 56.4 | 1.460 | 82.1 | 1.750 |
| 25.2 | 1.180 | 57.4 | 1.470 | 83.1 | 1.760 |
| 26.5 | 1.190 | 58.3 | 1.480 | 84.1 | 1.770 |
| 27.7 | 1.200 | 59.2 | 1.490 | 85.2 | 1.780 |
| 28.9 | 1.210 | 60.2 | 1.500 | 86.3 | 1.790 |
| 30.2 | 1.220 | 61.1 | 1.510 | 87.7 | 1.800 |
| 31.4 | 1.230 | 62.0 | 1.520 | 89.2 | 1.810 |
| 32.6 | 1.240 | 62.9 | 1.530 | 91.1 | 1.820 |
| 33.8 | 1.250 | 63.8 | 1.540 | 93.6 | 1.830 |
| 35.0 | 1.260 | 64.7 | 1.550 | 97.0 | 1.836 |
| 36.2 | 1.270 | 65.6 | 1.560 | | |
| 37.4 | 1.280 | 66.5 | 1.570 | | |

表 2

さらに上記の数値を模式的に示すと図3と図4の様になります。

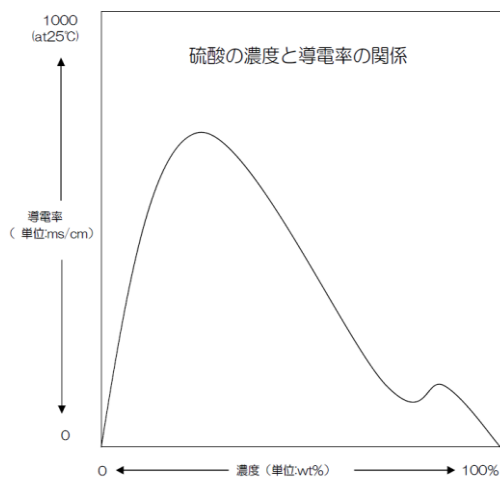


図3

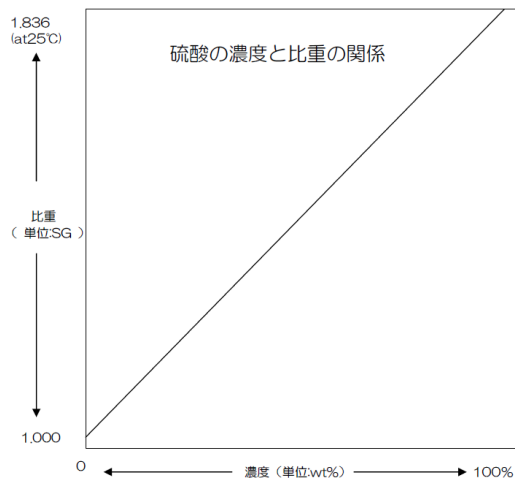


図4

一般的に電磁式導電率計においては測定液の導電率を電磁誘導の原理を利用したセンサーを使用して計測し、その導電率の値を予め設定した検量線を使用して変換器で濃度表示させる方法をとります。しかしながらほとんどの薬液が硫酸と同様に濃度の変化に対して導電率が直線性を持たない為、結果として限られた範囲でしか濃度を表示させることができません。ちなみに硫酸の場合は0~25wt%と93~95wt%の範囲でしか濃度を表示させることができませんが、比重計の場合は、ほぼ0~100wt%の範囲において検量線を設定し表示させることが可能です。

■ 任意の検量線データ設定機能と外部信号出力機能

一般的に薬液の濃度管理においては、そのアプリケーションの多くがごく限られた範囲における高精度な濃度コントロールが求められます。その要求に対しSG-2110RS型比重計は任意の範囲における薬液の濃度と比重の検量線データ設定機能を搭載しています。

図5は実際の検量線データの設定画面で、濃度範囲27.7~33.2 (wt%) に対し10点の比重データを設定してる例を示しています。当機能と測定値の外部信号出力機能により、高精度な薬液濃度管理を目的としたプロセス用機器として利用することができます。

| Table Setting | | | |
|---------------|-------|------|-------|
| % | SG | % | SG |
| 27.7 | 1.200 | 30.8 | 1.225 |
| 28.3 | 1.205 | 31.4 | 1.230 |
| 28.9 | 1.210 | 32.0 | 1.235 |
| 29.6 | 1.215 | 32.6 | 1.240 |
| 30.2 | 1.220 | 33.2 | 1.245 |

>Setting Completed

SET:Back ▲:▲ ▼:▼ ENT:Enter

図5

■ 便利な過去データ表示機能

一般の計測器においてはリアルタイムに測定値を表示させる事はできても、過去の測定データを表示させる事は不可能です。SG-2110RS 比重計は図 6 の様に直近の 3 分前から 4 週間までの範囲で過去の測定値を画面上に表示させることができます。当機能により記録計などを外部に設置する事なく、連続的な比重や濃度の変化の傾向を簡易に読取る事ができるため、トラブルの事前の回避など様々な対策を取る事が可能です。

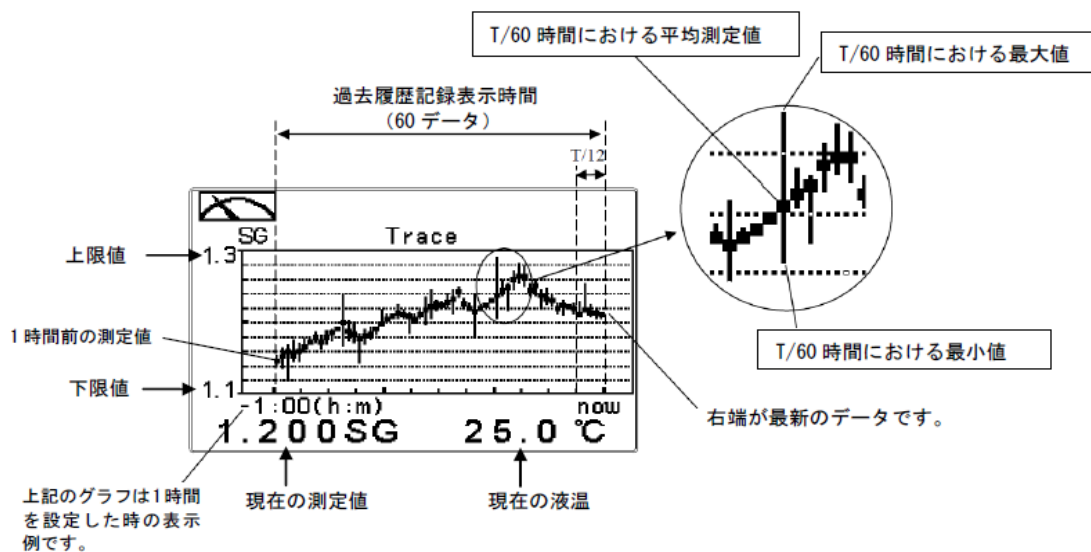


図 6

■ SG-2110RS 型 比重計の標準構成品と設置例

下記の図は SG-2110RS 型・比重計の標準構成品と一般的な設置例を示しています。おもりが測定液の脈流によって大きく振れる場合は、下図の様に緩衝板を測定槽内に設置します。

