

コンピューターの応用研究 (第1報)

ガスクロオンラインシステム

松	崎		充
加	藤	喬	雄
松	下		駿
竹	貞	博	美
兼	重	隆	男
石	田	博	章
木	原	啓	一
生	重	哲	男
小	野		勲
崎	山	和	孝

Laboratory Automation System I.

Gas Chromatograph On-line System

Mitsuru MATSUZAKI
 Takao KATO
 Susumu MATSUSHITA
 Hiromi TAKESADA
 Takao KANESHIGE
 Hiroaki ISHIDA
 Keiichi KIHARA
 Tetsuo IKUSHIGE
 Isao ONO
 Kazutaka SAKIYAMA

As a first step in the laboratory automation, the computer on-line system for gas chromatographic analysis has been developed. The present article outlines the fundamentals and practice of digital processing of analytical data based on the IBM Laboratory Automation Monitoring System 7.

1. はじめに

当社（東洋曹達工業株）はクロム、マンガン等の金属、カセイソーダ、セメント、臭素、肥料等の無機化学用品、ブタンジオール、THF等の有機化学用品、ポリエチレン、塩化ビニール、ゴム等の高分子化合物、その他広い範囲の製品を扱っており、研究所はこれら現存プロセスの改良ならびに新規発展のための研究を行なっている

ため、非常に多種類の分析、あるいは試験機器を使用している。拡大する研究分野と増大する分析業務に対処するには、人員増加かあるいは自動化が不可欠である。企業研究という立場において、人員確保は制約が多く、必然的に自動化の重要性が増す。自動化により一次的には分析精度の向上、分析の迅速化、処理能力の向上、省力化が得られ二次的に研究者のより有効な思考時間の拡大、研究の質的向上が得られる。

分析、試験機器のデータ処理自動化の方法には次の2つが考えられる。

1) Instrument Automation

1台の分析装置に1台の自動化装置を対応させる。機器台数が少ない場合には経済性が高い。

2) Laboratory Automation

複数台の分析装置を1台の自動化装置で処理する。機器台数が多い場合には経済性が高く、保守も容易である。

当研究所は機器の使用状況を考慮した場合ラボラトリーオートメーションの方が有利であると結論を出した。なお、基礎化学におけるコンピューター使用技術の向上等の項目を大きく評価したことを付記する。

当社のラボラトリーオートメーションシステムは50年4月稼動を開始して以来まだ日が浅いが、ユーザーが実験室から手軽に使用できるシステムであるため、便利に利用されている。現在はまだ自動化の第一歩を踏み出したばかりであり、GCのみサポートしているが、今後、対象機種を徐々に拡大していく。以下に開発の経緯、システム構成、実施例等を紹介する。

2. 開発の経緯

〔1〕基本構想

研究所におけるデータ処理自動化により、最も効果を発揮する対象機種としては、データ処理時間、使用頻度、その他を考慮した場合、ガスクロマトグラフィー(GC)であると結論され、第1次自動化機種と決定した。

また、システムはユーザーが便利に使用できることを目標に次の項目をシステムが満たすべき条件として重視した。

- 1) 実験者の手元から簡単な方法で、データ処理の要求、開始ができること。
- 2) 実験者の手元に解析結果が得られること。
- 3) 30台程度の接続で10台程度の同時稼動ができること。
- 4) 精度、処理スピード等の向上が得られること。
- 5) 研究という多種多様のサンプル、すなわちピークに対処できること。

〔2〕機種選定

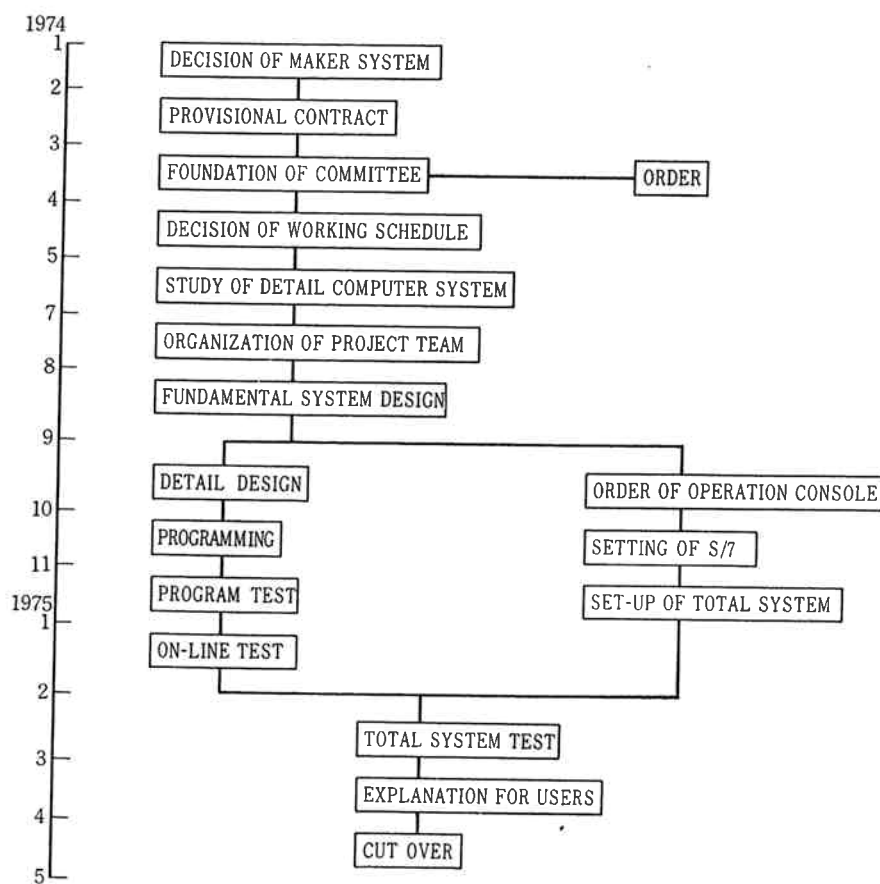


Fig. 1 Introduction schedule of gas-chromatograph on-line system in Central Research Laboratory of TSK

48年3月より、前項の条件を満たすべき各システムの調査を行なった。たまたま、IBM社よりSYSTEM/7のもとでのラボラトリーオートメーション用プログラム(LAM/7)が発表され、この改良により我々の条件を満たし得ることを知った。GCのみならず他機種のデータ処理も容易であるという。LAM/7の拡張性と基礎研究におけるコンピューター使用技術の向上という研究所の方針を満たすシステムであることを大きく評価し、SYSTEM/7の導入を決定した。

〔3〕導入実行

システム導入のため、システムのユーザーと成るべき各研究部と関連部門より成る実行委員会が編成され、さらに、プロジェクトチームが49年7月編成された。プロジェクトチームの構成員はマネージャー、コンピューター関係者1名、研究員2名、および研究補助員2名であり、全員が従来の仕事との兼務という形で、50年4月の本格稼働までの実際業務を担当した。

3. SYSTEM 概要

本システムは1973年10月に日本IBMにより開発されたラボラトリーオートメーションモニタリングシステム(以下LAM/7)をベースとし、その概念を発展的に拡張し、当研究所の実状に合わせたシステムとして開発されたものである。すなわち、解析方法の多様性、解析結果の正確性はいうまでもないが当研究所のGCの使用形

態が基礎研究用、短期ルーチンワーク、長期ルーチンワークに分かれ、また、距離的にはコンピュータールームより300mの広範囲に散在しているなどの特殊性のため、分析条件の変更が容易であり、かつ、ルーチンワークにも適している事、また、解析結果の入手も容易である事を最大の条件にして、ハードウェアの選択、ソフトウェアの検討がなされた。

4. ハードウェア

本システムはシステム7を中心に Fig. 2 のように構成されており、GC 32台を4グループに分割し、各々のグループに初期設定盤と1053プリンターを設置している。また、GC 個有に操作卓を置き、分析要求やデータ処理のスタート、ストップの指令を行なっている。以下、主要機器について概要を述べる。

〔1〕中央演算処理装置

IBM・S/7 はセンサーベースの入出力操作を必要とする適用業務を処理するために設計された高速度リアルタイム計算機システムである。ストレージサイクルタイムは400ナノ秒であり、4レベル毎の割り込み順位と16のサブレベルを持ち、各レベル毎にアキュムレーター、命令アドレスレジスター、7個のインデックスレジスターを持っている。本システムでは24 kW (16 bit) の記憶容量を必要とする。

〔2〕補助記憶装置

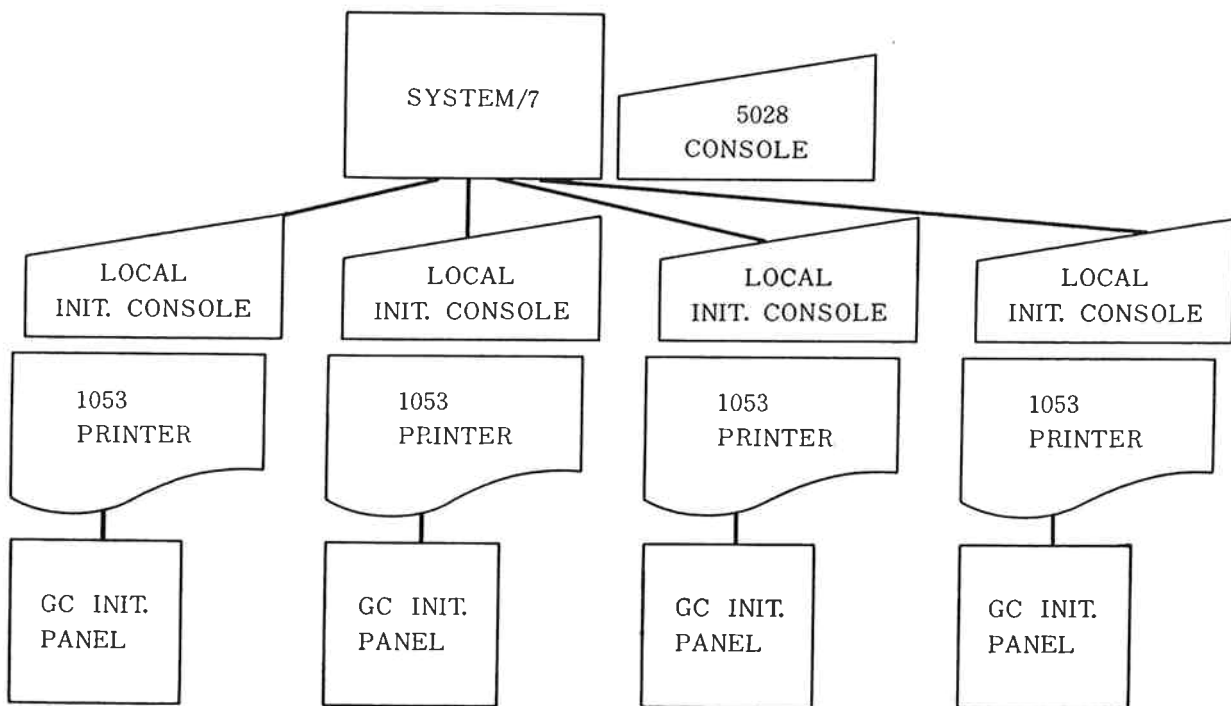


Fig. 2 System assembly

本システムは生データ収集方式を採用しており、分析計からの波形信号や各分析計の分析条件定義ファイル、また、本システムに必要なプログラム類はすべて5022磁気ディスクモジュールに格納されている。なお、本システムではディスクサイクルスチール機構を備えており高速データ収集がより円滑に行なわれる。

〔3〕自動ゲイン切替A/D変換器

分析計からの波形信号は高速 A/D 変換器により数値化される。アナログ信号は 10 mV, 20 mV, 40 mV, 80 mV, 160 mV, 320 mV, 640 mV, 5.12 V のいずれかのレンジで読み取られ、各々のレンジで 12 bit の分解能を有しており、本システムでは1台の分析計から400点/SECのスピードで読み取る事ができる。

〔4〕タイプライター

本システムでは IBM—5028システムタイプライターと4台の IBM—1053 タイプライターを有している。5028はコンピューターールームに設置されシステムプリンターとしての役割の他、本システムにおける万能操作卓の機能を持つ。従って、分析条件の定義、データセットの定義、削除等はすべて5028操作卓より行なわれる。次に4台の1053プリンターは解析結果の印刷用として用い、GCが所属しているグループのプリンターに結果が印刷される。

〔5〕オペレーターコンソール

本システムでは32台のGCを4つのグループに分割し、そのグループ毎に初期設定盤(Fig. 3)を置いている。初期設定盤は1053プリンターと対になっており、会話形式で分析条件の変更を行なえる他、初期設定中のJOBのキャンセル、1053プリンターのビジョセットとリセットの機能がある。初期設定盤のキーは数字キーと小数点エンドキーで構成され、数値以外のデータはパラメーター形式でインプットしている。

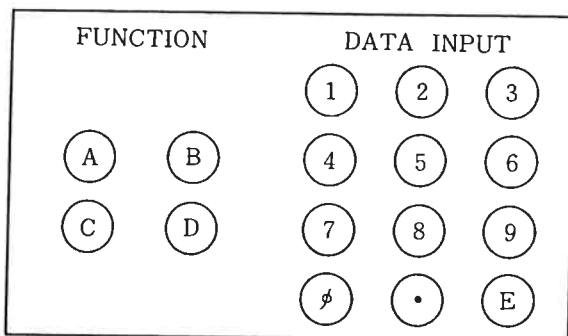


Fig. 3-A Local init

- A : busy reset
- B : busy set
- C : request
- D : cancel

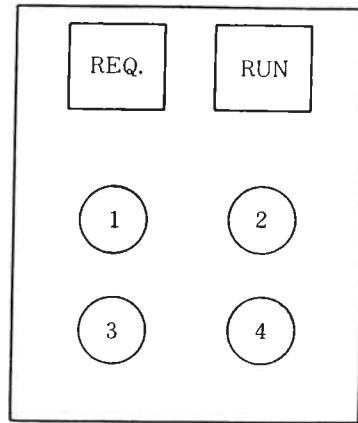


Fig. 3-B Local operation panel

- 1 : start
- 2 : stop
- 3 : request—1
- 4 : request—2
- REA. : ready lamp
- RUN : run lamp

Fig. 3 Local init console and local operation panel

次にGC操作卓は分析計1台に必ず必要でありFig. 3に示すように4つの押ボタンとレディー、ランランプより構成されている。これらの押ボタンはルーチンワークの分析要求としてリクエスト1、リクエスト2の2種類が用意されており、また、GCの波形信号収集の開始および停止の指令を与える。これらのボタン、ランプはS/7のデジタル入力カード、デジタル出力カードに直結されており、中間的なインターフェースは特に設けておらず、初期設定盤と同様に低コストな操作卓を得る事ができた。

5. ソフトウェア

本システムでベースにしているLAM/7は従来の分析自動化システムを総合的に検討され、研究所に最も適した概念を導入し、あらゆるインストルメントの自動化が可能なシステムである。しかしながら、システムの入出力操作は1台の5028操作卓へ集中しており、かつ、1バックグラウンドエリアのみであるため、データ収集における同時処理は保障しているもののJOBの初期化から解析結果の入手までのスループットは良くない。そこで当システムではシステムの効率化を図るため解析結果のスプリーング、および各グループへの分散印刷、また現場からのJOBの初期化を可能にしている。

〔1〕プログラムの構成

本システムのプログラム、ブロックダイアグラムをFig. 4に示す。

システムは大きくは前景部プログラムと背景部プログ

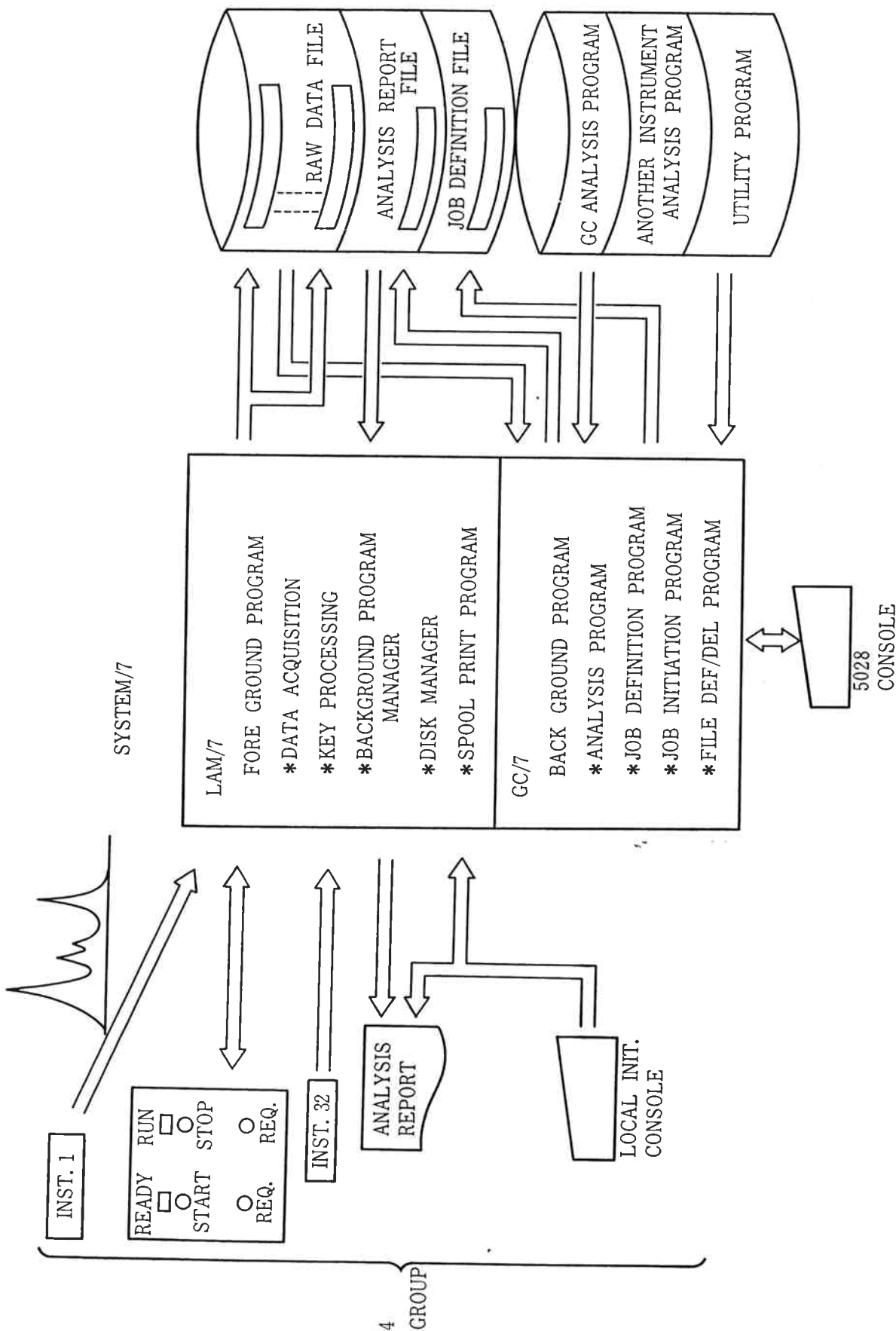


Fig. 4 TSK system flow

ラムに分かれ、前景部プログラムは次の6つのモジュールを持っている。

- (1) コールドスタートモジュール
 - 1) システムの初期化
 - 2) データセット (バックグラウンドプログラムライブラリー、生データファイル) のオープン
 - 3) プロセス割り込みの準備
 - 4) レディー、ランランプの消灯
 - 5) 時間の設定
- (2) 背景部プログラム実行管理モジュール
 - 1) 待ち行列機能
 - 2) 優先順位管理
 - 3) 背景部プログラム実行管理
- (3) 5028操作卓要求処理モジュール
 - 1) 背景部プログラム実行要求
 - 2) 背景部プログラムのデキュー
 - 3) 背景部プログラム実行管理モジュールの初期化
 - 4) 機器のモニタリングスタート
 - 5) 機器のモニタリングストップ
- (4) ディスク入出力管理モジュール
 - 1) あらゆるレベルのあらゆるプログラムのディスク入出力操作
- (5) 機器データ収集監視モジュール
 - 1) スタート、ストッププロセス割り込み処理
 - 2) 初期設定盤プロセス割り込み処理
 - 3) ローカルリクエストプロセス割り込み処理
 - 4) JOB終了時のランプ消灯
 - 5) 機器からのデータの読み込み
 - 6) 入出力バッファフルによるデータ転送
 - 7) コントロールアクションの遂行
 - 8) データ採取終了時の背景部プログラムへの受け渡し
- (6) 解析結果プリントモジュール
 - 1) 解析結果ファイルのスプールプリント

次に背景部プログラムは大きくは、4つのモジュールに分かれ、約50本のプログラムより構成されている。
- (7) GC解析プログラム
 - 1) ノイズフィルタリングおよびスムージング
 - 2) ピーク検出
 - 3) ピーク分割
 - 4) 最終計算およびリポート
- (8) GC JOB 定義プログラム
- (9) GC JOB 初期化プログラム
 - 1) 5028操作卓
 - 2) 初期設定盤

- 3) GC操作卓
- (10) ユーティリティープログラム
 - 1) ファイル定義プログラム
 - 2) ファイル削除プログラム
 - 3) ファイルダンププログラム

[2] プログラムフロー

Fig. 5 に本システムのゼネラルフローを示すが、プログラムは機能上、次の6つに区分できる。

(1) 分析条件定義

分析者はデータ処理に先だち必ず一度は分析条件の定義を行なっておく必要がある。定義するものとしてデータの収集に関するもの、データの解析に関するものがあり、これらの分析条件定義は5028操作卓より行なわれ、分析条件定義ファイルに格納される。

(2) 分析受け付け部

分析者が実験を行ないたい時、システムに実験要求を出す必要がある。この実験要求には前述のように3種類の方法がある。第1の方法はルーチンワーク用として、各GC個有のGC操作卓のリクエストボタンを押す方法であり、2種類の選択が可能である。これらのルーチンワークの分析条件は前述の分析条件定義時に設定する。第2の方法はそのGCから最も近くにある初期設定盤から実験要求を行う場合であり、現場から分析条件の変更を1053プリンターとの会話形式で行う事ができる。第3の方法は5028操作卓から実験要求を行う場合であるが、コンピュータールームまで足を運んで行く必要があり、実質的にはあまり用いられていない。これらの操作フロ

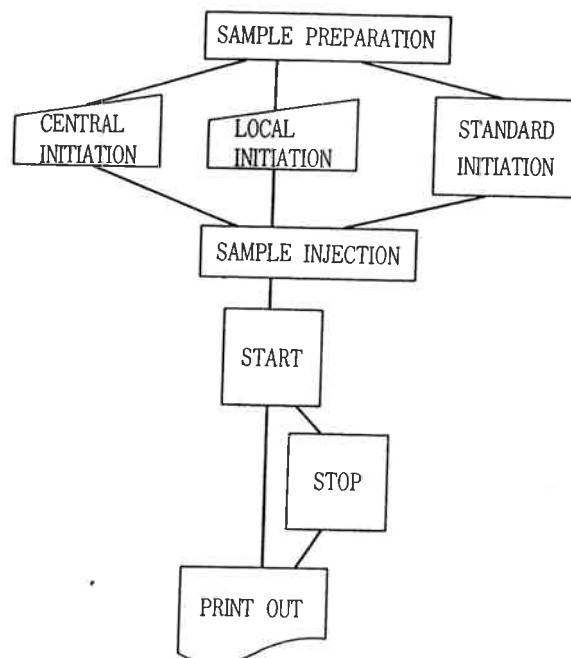


Fig. 6 User's operation flow

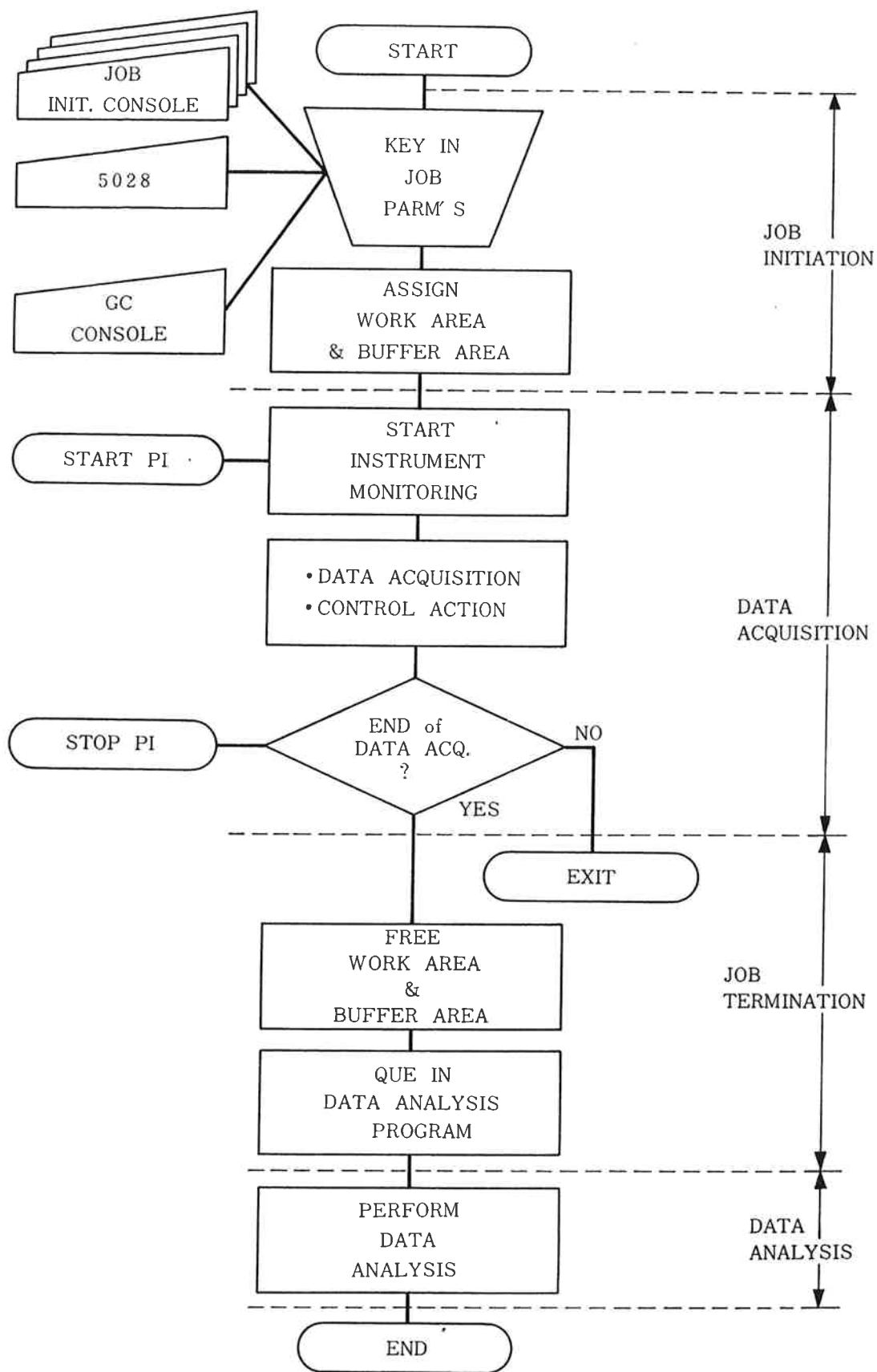


Fig. 5 General flow

を Fig. 6 に示す。

以上、3種のいずれかの方法による実験要求に対してシステムが必要なチェックを行なったあとデータ収集の準備が整えばGC操作卓のレディーランプを点灯する。

(3) データ収集部

レディーの状態でGCにサンプルを注入し、スタートボタンを押せばシステムは自動的にGC波形信号を収集し、生データファイルにストアする。この生データファイルには20分用、30分用、60分用および特定ファイルが設けてあり、特定ファイルを除き、各GC個定生データファイルとはせず、システムが自動的に割り付けを行ない、生データファイルの効率化を図っている。また、本システムでは、接続32台の内、16台の同時稼動を許している（メモリーの制限によるもの）。定義した分析時間、生データ個数に達した時、あるいはGC操作卓のストップボタンを押した時、システムは生データファイルの採取を打ち切り、GC解析プログラムへ制御を渡す。

(4) データ解析ルーチン

LAM/7により収集されたデータの解析は Fig. 7 に示す FORTRAN 1V によって書かれたプログラムフローに従って解析される。ピーク解析で重要な部分はデジタル化されたデータをもとに

- 1) 平滑化
- 2) ピークの検出
- 3) ベースライン補正
- 4) ピーク分割
- 5) 重量計算を行うプログラムである。

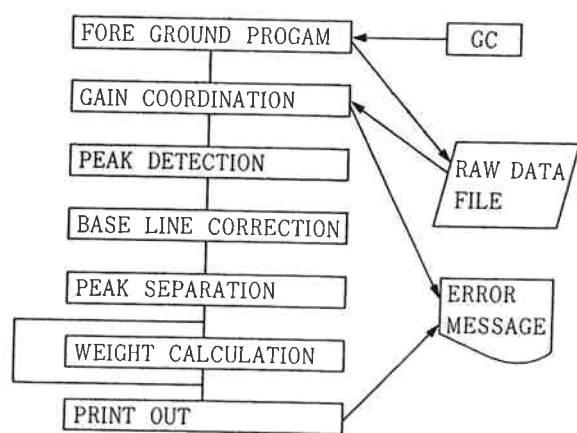


Fig. 7 Analysis program flow

1) 平滑化とピーク検出

ノイズ対策としてハード上、あるいはソフト上からの両面対策が不可欠であるが、ここではハード上のノイズ対策は十分に行なわれて、それでもなおかつ入ってくる

ノイズに対するソフト上の対策について述べる。

本プログラムの平滑化はデジタル化されたデータのスパイクキラーと移動平均による平滑化を行なった後で、二次曲線近似による一次微分値と二次微分値を求めている。

一方、GCピークはシャープまたはブロード、大または小、分離または非分離あるいはスライスピークなど多種類にわたっている。

本プログラムのピーク検出は、一次、二次微分値をもとにその変化のしかたによって、ピークの判定を行うものである。

これらの値がいずれもハイデッドバンド、ローデッドバンドを確認回数だけすぎると初めて新しい状態に移ったとして認める方法をとっている。これによってノイズによる一次的な微分値の変動による誤認を防いでいる。

2) ベースライン補正とピーク分割

ベースラインは通常ベースラインよりスタートしたピークのスタートポイントとベースラインにもどったピークのエンドポイントを結ぶ線をベースラインとしているが、ベースラインに傾斜が生じたような場合、ピーク間の谷間がベースラインより下になれば、さらにベースラインの補正を行なっている。

一方、ピークの重なりやスライスピークの面積計算に対しては6通りの分割方式が可能である。

3) プリントルーチン

最終結果の打ち出しは解析プログラムから直接行うのではなくて、最終結果をいったんディスク上のスプールファイルに書きこみ、順次プリンターに打ち出すスプーリング方式を採用している。これにより、バックグラウンドが専有される時間が飛躍的に短縮され、本当の意味の16台同時稼動が達成された。

次図について、分割例を Table 1 に示す。

内部標準法によって得られたプリントを Table 2 に示す。

6. 本システムの特徴

本システムは、実験室から手軽に使用できるという最大の特長を有しているが、以下、簡単に要点をリストする。

[1] 3通りの初期設定方式（データ収集要求）

ユーザーは、いつでも3種の初期設定のいずれかを選ぶことができる。

(1) セントラルイニシェーション

コンピューター室にあるシステム操作卓からの初期設定で、データ収集用、データ解析用のすべての

Table 2 Internal standard method

GC. ANALYSIS REPORT **ALCOHOL** DATE 10/01/75 TIME 13:53

GC NO.=02 CALCULATION BY INTERNAL STANDARD METHOD

NORMALIZATION FACTOR 100.0000

TIME BAND	COMPONENT	RATIO (WT)	TIME (SEC)	AREA (MV-SEC)	WEIGHT (GM)	PEAK SYMBOL
01	PEAK 1	60.4860 .0000	66	15.7940 .0000	.3472 .0000	
02	STANDARD		213	4548.8736	(100.0000)	*
03	PEAK 2	39.5139 .0000	517	10.3178 .0000	.2268 .0000	
	UNKNOWN PK		46	28.7910		
	UNKNOWN PK		110	608.7229		
	UNKNOWN PK		163	826.8041		
	TOTAL	100.0000		26.1119	.5740	

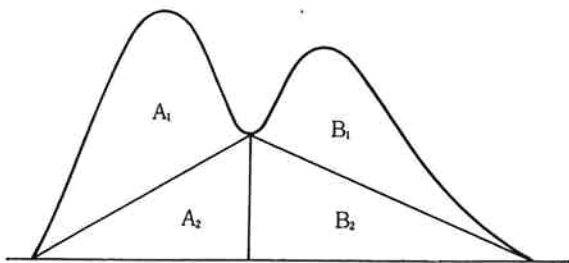


Table 1 Peak separation

TYPE 1	$A = A_1 + A_2$	$B = B_1 + B_2$
TYPE 2	$A = A_1$	$B = B_1$
TYPE 3	$A = A_1 + A_2$	$B = B_1$
TYPE 4	$A = A_1 + A_2$	$B = B_1, B_2$
TYPE 5	$A = A_1 + A_2 + B_2 * f$	$B = B_1 + B_2 * (1 - f)$
TYPE 6	$A = A_1, A_2$	$B = B_1, B_2$

パラメーターを変更できる。

(2) ローカルイニシエーション

プリンターと対になって初期設定盤が4ヶ所に設置され、対話形式により、上記パラメーターの一部を変更できる。変更方法も非常に簡単である。

(3) スタンダードイニシエーション

各GCに対応するローカル操作卓よりのワンタッチの初期設定であり、パラメーターの変更はできないが、非常に手軽な初期設定である。

[2] レポート分散方式

プリンターが4ヶ所に配置され、解析結果が実験者の手もとにプリントアウトされる。

[3] スプールプリント機能

プリントアウトに要するむだな時間を省き、バックグラウンドエリアとデータ解析に解放した。

[4] 同一装置からの連続的解析が可能である。

生データの解析が終るまでそのデータは保護されねばならない。すると連続的なデータ収集は不可能となる。本システムでは生データファイルの自動割り付けに同一装置からの連続的解析を可能にした。

[5] キャンセル機能を有する。

初期設定時のキャンセルおよびデータ収集中のキャンセルが可能である。

[6] 低コストシステム

プロセス割り込みの節減が計られておりました、ローカル操作卓、初期設定盤が非常に安価に作られている。

7. おわりに

IBMシステム/7によるGCのオンラインデータ処理システムを完成した。本システムは、ユーザーに便利に設計されており、すでに、分析の迅速化、処理能力の向上、分析に要する時間の縮減等の効果が当然得られている。今後GCのみならず、他機種への拡大およびオフラインでの技術計算を計っていく方針である。

なお、このシステムの開発にあたり、ご援助をいただいた日本ポリウレタンKK、およびIBM徳山営業所に深く感謝いたします。また本報告はすでにIBMラボラトリーオートメーションシンポジウム(1975)で発表された。