マイコン制御電気伝導度検出装置による塩濃度の高速マルチチャンネル測定法

村上 光 正

姫路工業大学 産業機械工学科*

電気伝導度法による塩濃度測定法とマイクロコンピュータ制御を組合せることによって、複数ブルーブで塩濃度を測定する方法を提案した。

マルチプレクサを用いて、各ブルーブに順次方形波電圧を印加した。ブルーブからの検出信号は、増幅、ピークホールド、A/D 変換を行い、最後に 256K バイトの外部 RAM にメモリさせた。計測制御プログラムにはマシン語を使用した。

このシステムの性能は 32 チャンネル、サンプリング周期 100 μsec /チャンネル、応答時間 50 μsec 、安定度 $\pm 0.15\%$ 、精度 $\pm 0.5\%$ 、測定範囲 200~3500 mg NaCl/l (または 50~1200 mg NaCl/l) であった。

測定データは、メインルーチンが BASIC 言語からなるプログラムで処理し、塩トレーサの濃度偏差、等塩濃度曲線図などをプリントできるものとした。

緒 言

攪拌槽などの流体混合の研究には NaCl 水溶液などの強電解質溶液をトレーサとし、電気伝導度の電解質濃度依存性を利用する方法がよく用いられる。

この電気伝導度法は中和法^{1,2)}や染料トレーサを用いる方法などに比べ電解質濃度を定量的に把握でき、局所的混合状態の測定が可能であり、槽が不透明でも測定できるなど利点が多い。

しかし、ブルーブを槽内に複数セットして正確な混合時間や濃度分布を求めようとすると、ブルーブ間の相互干渉が起こり、正確な値を得ることができなかった。この相互干渉という難問をアナログ的方法によって解決したのが長瀬ら³⁾である。長瀬らは各ブルーブにそれぞれ異なった周波数の交流電圧を印加し、ブルーブからの検出信号をバンドパスフィルターで処理した。この方法は検出信号を記録計に出力させることも可能であり、操作が容易である。短所としては、チャンネル数に制限のあること、各ブルーブの検出性能が同一になりにくいことがあげられる。

本研究はブルーブ間の相互干渉を除去するためにデジタル制御方式の導入を試みたものであり測定の精度向上および大幅な高速化とチャンネル数制限の除去を目標とした。

1. 測 定 法

1・1 測定原理

ブルーブが複数の場合は、ブルーブ間に電流が流れるため、何らかの対策を立てない限り、相互干渉が起こり

測定不可能となる。本法はマイクロコンピュータ制御を用いて常に 1 組のブルーブのみに交流電圧を印加し、この干渉作用を完全に除去しようとするものである。

発振器からの交流電圧をマルチプレクサを用いて、GND 側も含め、1 組のブルーブだけに印加する。このブルーブからの出力信号はピークホールドされたのちデジタル化され、RAM にメモリされる。以上の手順を複数ブルーブで順次行えば、結果として、多点測定が可能となる。

この方法は不連続測定であるが、高速サンプリングを行うことでこの不連続性をカバーする。したがって経時変化を見る場合は、必然的にデータ数が大となるので RAM 増設などの対策が必要である。

測定用プログラムは制御速度の関係からマシン語でなければならない。市販マイコンは 8 ビット機と 16 ビット機があるがマシンプログラミングの容易な前者を使用した。

本報告では、システム開発用 8 チャンネルおよび実測用の 32 チャンネルシステムについて述べるが、原理的には 100 チャンネルを越えるシステムも作製可能である。

1・2 ハードシステム

測定システムのフローチャートを Fig. 1 に示す。全体の制御・データ解析には シャープ MZ-80K2 を用いた。データのメモリには 256K バイトの外部 RAM (I/O データ機器、PIO-2034) を用い、最終的にはディスクに格納した。A/D コンバーターボードは宝和産業(株)の ADL-1224 μ を改造し、マルチプレクサ部を別ユニットとして分離した。プリントアウトはすべてグラフィックプリンター(精工舎、GP-80D)を用いた。

* 〒671-22 姫路市書写 2167

Fig. 1 Schematic diagram of measuring arrangement

プローブの制御方法は、下記の順序によって行う。

ピークホールド OFF→n 番目のチャンネル ON→タイムデレイ→ピークホールド ON→タイムデレイ→A/D スタート→タイムデレイ→データ格納

発振器から 63 KHz (8 チャンネル系では 45 KHz), 1.5 V の方形波電圧を出力させ、マルチプレクサユニットを通して 1 組のプローブに印加する。電気伝導度の測定では sin 波を用いるのが一般的であるが、出力の安定度およびピークホールド処理の適性を考えて方形波とした。

プローブの形状は Fig. 2 に示すようにステンレス管に白金線 2 本を通したもので、先端の 1 mm だけを露出させた。このプローブは、白金露出部を切りそろえることが容易で、二本の間隔が微調整できる。

ピークホールド回路は、他の整流回路に比べ大幅に検出時間を短縮できるが、ノイズの最大値をホールドする傾向があるので組込むには特別な対策が必要であった。その主なものは

- (イ) バッテリー電源の使用
- (ロ) 回路への入力信号の低ノイズ化
- (ハ) ピークホールド時間の適性化
- (ニ) マイコンの高周波ノイズ除去対策

などである。この回路からの出力は安定しており、デジタル化に問題はなかった。

1・3 ソフトシステム

1) 使用した管理ソフト 計測用プログラムの開発・管理には、使いやすい管理ソフトが必要である。市販ソフトは改造して使用した。

(イ) 計測用——シャープマシンランゲージおよび新しく開発したマシンランゲージ⁴⁾

(ロ) ミニフロッピー管理——ハードソン社の H-DOS を改良した。

(ハ) BASIC——MU-BASIC を使用した⁵⁾。このソ

Fig. 2 Schematic diagram of conductive probe

Fig. 3 Flow chart for data processing

フトは外部 RAM に 54000 個の配列変数を取ることができかつ変数をそのまま生かして、プログラムだけを交換できる。

2) 計測用プログラム ハードシステムの性能を十分発揮させるため改良を重ね、高速化・多データ化を計り、使いやすいものとした。

データは、最初、8 チャンネル用システムではマイコン本体上にメモリさせ、測定終了後はテープに格納したが、この方法ではデータ数が最高 20000 個 (40KB) しか取れずメモリ不足であった。そこで実測用の 32 チャンネル用では外部 256KB RAM を使うこととした。データは必要に応じ本体 RAM 上に引き出すことにし、測定終了後はディスクに格納した。またこの 32 チャンネル用ではチャンネル数 1~32、データ数 1~128000 個でサンプリング速度も任意に選択できるようにした。

3) データ処理システム 測定データ処理用プログラムは、外部 RAM からのデータ取込みとグラフィック部分をマシン語として高速化した。

二次元モデルの曝気槽におけるデータ処理手順を Fig. 3 に、その時のメモリマップを Fig. 4 に示す。データの 1/5 ずつをメインメモリで処理し、主要な計算結果は外部 RAM 変数域にストアし、プログラムを変更しても前の計算結果が使えるようにした。

Fig. 4 Typical memory map under data processing

Fig. 5 Typical calibration curve for NaCl

1・4 NaCl 水溶液の検量線

ブルーブ数が複数となると、検量方法について十分に検討しておく必要がある。検量線は検出アンプ部の特性およびブルーブの形状などによって大きな影響を受ける。前者の影響は一定であるので問題とはならない。ブルーブ表面における分極は低周波では問題となる³⁾が、数 10 KHz では特に考慮する必要はなかった。問題は、電極表面の汚れによる表面抵抗の上昇である。水道水を使用した場合は表面抵抗が測定中に増加するため定量的

測定は不可能となったがイオン交換水を使うことでこの問題は解決した。

次にブルーブ形状の影響であるが、形や寸法が変われば感度——すなわち塩の測定範囲、さらに塩の活量係数範囲も変化し、結果としてブルーブごとに検量線が異なることになる。しかし、これらの検量線は感度にあまり大きな差異がなければ Fig. 5 に示すように類似した曲線となる。したがって、基本検量線を決定し、これに対する各ブルーブの補正係数をもってすべてのブルーブを検量することができる。

本法でこのファクター補正法を用いたところ、検量誤差は無視できる大きさであった。また、この方法は検量が容易であり、マイコンによる自動化にも適している。補正値は測定前または後で基準液の値を測って求めることができる。実際の曝気槽の測定では混合終了後の値をそのまま基準液の値とし、特に検量操作は行わず自動検量した。

2. 測定性能

2・1 測定可能な塩濃度範囲

ブルーブの測定可能な抵抗値の範囲は 500 Ω ~ 20 k Ω である。これを NaCl 換算すると、Fig. 2 のブルーブで 200 ~ 3500 mg/l の濃度となる。ブルーブの白金線の直径を 0.5 mm、長さを 2 mm、間隔を 1 mm とすれば、50 ~ 1200 mg/l の濃度範囲となる。500 Ω 以下ではマルチプレクサのチャンネル間 ON 抵抗差の影響が大きくなる。また 20 k Ω 以上ではノイズのため測定できなかった。

2・2 応答時間およびサンプリング周期

ワンサンプリング時間はブルーブ応答時間より短くしてもあまり意味がないので、測定の高速化を計るにはブルーブの応答性を良くすることが大切である。ブルーブの応答時間はピークホールド回路への入力波形およびこの回路自体の応答速度に依存する。今回の場合は 30 ~ 50 μs である。

最小サンプリング周期はハード・ソフト両面によって決定される。実測用システムは最高速の時で 10000 データ/sec となった。32 チャンネルを 1 サイクルとして、3.3 ms/サイクルであるから、流速が 1 m/sec の場合でも次のサンプリングまでにわずか 3.3 mm 流れるだけであり、連続測定と同等に取扱うことができる。

2・3 測定精度

実測用システムでは感度 5 mV (フルスケール 13 V)、S/N 比 53 dB である。NaCl 換算を行った場合は 500 mg NaCl/l 時で安定度 ±0.15%、絶対精度 ±0.5% 以内である。ブルーブ間の誤差はソフトで自動検量を行うため無視できる。

Fig. 6 Experimental narrow basin (120 mm section)
a-i: tracer throwing point
1-8: probe setting point

Fig. 7 Typical memorized voltage on RAM board

2・4 ブルーブ間相互干渉の除去能力

ブルーブ間の出力信号分離性能について試験をした。

Fig. 6 はこの実験に使用した曝気槽 (容量 15 l) の形状を示す。通気速度 3 l/min とし、11% NaCl 水溶液 20 ml を水面より投入した時の3つのチャンネルの測定データを Fig. 7 に示す。Fig. 7 は1つのチャンネルが高濃度 NaCl を検出しても他の2つのチャンネルは全く影響を受けておらず、相互干渉は完全に除去されていることを示している。

Fig. 8 C/C_f vs. time

Fig. 9 σ vs. time

Fig. 10 Experimental narrow basin (80 mm section)

Fig. 11 Contour map of salt concentration in a spiral flow basin

Table 1 The relation between mixing time and tracer throwing point

Position	t_M	Position	t_M
a	20.0	f	19.2
b	15.0	g	21.6
c	19.9	h	20.1
d	20.8	i	20.3
e	16.8		

3. 適用例

3・1 曝気槽の混合時間の測定

曝気槽における混合時間の測定条件について調べた。使用した槽は Fig. 6 に示したものと同じである。NaCl トレーサーは Fig. 8 に示すように次第に混合される。トレーサー投入後の各時刻における n 個のブルーブの塩濃度 C_i 間における偏差 σ を次式で表すものとする。

$$\sigma = \sqrt{\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \{(C_i - C_f) / (C_f - C_0)\}^2} \quad (1)$$

混合時間は得られた $\log \sigma - t$ の結果から、Fig. 9 に示す作図法により $\sigma = 0.01$ に至るまでの時間とした。

しかし、この作図法を曝気混合に適用しようとする、混合に至るまでの循環回数（無次元混合時間）が小さく σ の時間変動が大きいため作図が困難な場合がある。そこで再現性の良い（偏り 10% 以内）条件を求めたところ、ブルーブは 3~4 個以上でかつ混合終了時に $\sigma < 0.01$ を満足する程度までファクター補正を行えば良いことが判明した。

次に NaCl 水溶液の投入点を Fig. 6 の a~i としたところ、Table 1 に示す結果が得られた。全体として大差ないが投入点 b および e の値が小さい。この時の循環回数は 2.2~3.0 であった。以上のことから判断すれば、これらの点から投入された NaCl トレーサーは、

その直後に大きな混合を受けていることになる。逆に言えば、よく混合の起こるところと、混合しにくいところがあることを明らかにしている。いずれにしても混合時間の測定には、トレーサー投入点についても考慮しておかねばならない。

3・2 曝気槽内における等塩濃度曲線の一例

容量 10 l、水深 314 mm、横幅 400 mm の二次元モデル槽で、側壁下部から、3 l/min で通気し、白金線の直径 0.2 mm のブルーブを用いて 32 チャンネル測定を行った。Fig. 10 に使用した曝気槽を示す。気泡がブルーブを通過した時のデータは大幅な変動が見られ、他の正常なデータと区別できるのでこれを除外して等濃度曲線図を作成した。その等濃度曲線の一例を Fig. 11 に示す。NaCl トレーサーが旋回流と共に流れながら拡がってゆくが、気泡域に入ると流れ方向に大きく拡大している。すなわち気泡域で激しく混合することを示している。NaCl トレーサーが 2 循環目に入ると渦の中心にも NaCl トレーサーは拡がり、濃淡が少なくなる。

等塩濃度曲線を求めることは NaCl トレーサー法による流れの可視化を行ったものであり、混合流動を的確に把握するものとして有用である。

以上、データ処理例を示したが、測定データは各時刻における濃度分布データであるから、これを種々解析することによって非常に多くの情報を得ることができる。

結 言

マイクロコンピュータによる制御を取入れることによって、塩濃度の高速マルチチャンネル測定法を確立した。各ブルーブに順次電圧を与えるため、ブルーブ間の相互干渉がなく、高精度で測定できた。

本法は曝気槽の研究に用いる場合、応答性が良好であ

り、気・液それぞれに対応した値を測定できるが、データ処理時の両者の自動区分法がまだ見出せていないなど、検討すべき事項も多いのでさらに改良を加えてゆく予定である。

Nomenclature

C	= concentration of tracer	[mg/l]
C_f	= final concentration of tracer	[mg/l]
C_0	= initial concentration of tracer	[mg/l]
f	= factor for calibration	[—]
n	= number of probes	[—]
t	= time	[s]
t_M	= mixing time	[s]
v	= voltage	[V]
v_c	= collected voltage(= $f v$)	[V]

σ = deviation, see Eq. (1)

[—]

Literature cited

- 1) Fox E. A. and V. E. Gex: *AIChE J.*, 2, 539 (1956)
 - 2) Fujita, M. and S. Hashimoto: *J. Ferment. Technol.*, 53, 808 (1975)
 - 3) Kamiwano, M., K. Yamamoto and S. Nagata: *Kagaku Kōgaku*, 31, 365 (1967)
 - 4) Murakami, M.: *I/O*, 7, No. 7, 339 (1982)
 - 5) idem: *ibid.*, 8, No. 2, 248 (1983)
 - 6) Nagase, Y. and S. Ogawa: Preprints of the 46th Annual Meeting of The Soc. Chem. Eng., Japan, Nagoya, H320 (1981)
- (1984 年 1 月 30 日受理; 化学工学協会第 47 年会 (東京, 1982 年 3 月), 化学工学協会第 48 年会 (京都, 1983 年 4 月) にて発表)

High-Speed and Multi-Channel Measurement of Salt Concentration with a Microcomputer-Controlled Conductivity Detection System

Mitsumasa Murakami

Dept. of Chem. Eng., Himeji Inst., of Tech., Himeji 671-22

Key Words: Mixing, Salt Concentration, Microcomputer, Probe, Multiplexer, Spiral Flow

A new method of multi-channel measurement of salt concentration is proposed on the basis of a microcomputer control technique for separation of electric resistivities on platinum probes which sense electrolytes.

Using analog multiplexers, square-wave current is supplied to each of the probes in due order. The signal detected synchronously is amplified, peak-held, digitalized and stored on the 256-Kbyte RAM which is the outer memory of the microcomputer. The control program codes by machine language.

This system has six following performance features: 32 channels, high-speed sampling of 100 μ sec/channel (max.), response time of 50 μ sec, stability of $\pm 0.15\%$, accuracy of $\pm 0.5\%$ and wide range of salt concentration (50–1200 mg/l or 200–3500 mg/l NaCl).

The outline of the data processing program codes by BASIC language and some useful graphs such as deviation graph of NaCl tracer and contour map of salt concentration can be obtained.