

ワンチップマイコンボードと表計算ソフトウェアを用いた 細線加熱式粘度計からのデータ収集システムについて

Data Acquisition System from Hot Wire Viscometer Using a One-chip Microcomputer Board and Spreadsheet Software

星 祐二*
Yuji HOSHI

A one-chip microcomputer board (Arduino® Uno) was connected to a Windows® 7-based personal computer via USB. Temperature data from the heating element measurement unit sensor and the temperature measuring resistor sensor of a kinetic viscosity monitoring system (Rheocatch SVM-100; Snow Brand Milk Products Co., Ltd.) were collected on Microsoft® Office Excel® 2007. When the peak of the derivative spectrum of the temperature difference curve between the both sensors was defined as gelatinization temperature, that of 3% potato starch dispersion was determined to be 66°C, which was identical to results by amylograph.

Keywords: Hot wire viscometer (細線加熱式粘度計), Gelatinization temperature (糊化温度), One-chip microcomputer board (ワンチップマイコンボード)

1. 緒言

デンプン分散液の糊化などにより粘度が変化すると、系の熱伝達率にも変化が認められ、非ニュートン流体的挙動の示すことの多い高分子分散系の粘度変化を、系に力学的な影響を及ぼさずに測定できることが報告されている¹⁾。また、高分子分散系などのゲル化温度測定法として、示差熱分析計を用いた方法²⁾や凝固反応にともなう吸熱もしくは発熱反応を観測する方法などがあるが³⁾、ゲル化にともなう熱伝達率の変化からゲル化温度を決定する方法も報告されている^{4,5)}。

静止もしくは流動する流体内の伝導および対流による定常熱伝達現象は、3種類の微分方程式(ナビエ・ストークスの方程式、運動媒質におけるフーリエの熱伝導方程式および連続の式)と一連の境界条件によって記述されるが、その一般解は知られていない。しかしながら、いくつかの妥当な仮定のもとで、上記各方程式の実験解が4個の無次元量 Nu (ヌッセル数: 熱が物体の表面を通じて出入りする割合を表す無次元量), Gr (グラスホフ数: 液体の温度差によって生じる浮力の影響を示す無次元量), Pr (プラントル数: 液体の熱輸送に関係する無次元量) および Re (レイノルズ数) の間の関係式

$$Nu = C_0 Gr^{C_1} Pr^{C_2} Re^{C_3} (\theta_s/\theta_w)^{C_4} \cdot (d/l)^{C_5} \dots \dots \dots (1)$$
で近似できる^{4,5)}。ここで

$$Nu = \alpha d / \lambda$$

$$Gr = \frac{d^3 g \beta (\theta_s - \theta_\infty)}{\nu^2}$$

$$Pr = \nu / a$$

$$Re = u d / \nu$$

である。

これらを(1)式に代入して変形、整理すると

$$f_1(\nu, \lambda, \beta, a, u) = f_2(\alpha, \theta_s, \theta_\infty) \dots \dots \dots (2)$$

が得られる。

いま、液体中に設置した細線に一定の電流を流したとすると、細線の表面温度 θ_s は発熱体の温度 θ_w と細線に流す電流 i の、また、熱伝達率 α は、発熱体の温度 θ_w 、液体温度 θ_∞ と電流 i の関数であるので、(2)式は

$$f_1(\nu, \lambda, \beta, a, u) = f_2(\theta_w, \theta_\infty, i) \dots \dots \dots (3)$$

となるため、流速 u 、温度 θ_∞ の流体中で垂直に固定された、たとえば白金線を、電流 i で通電加熱し、細線の温度 θ_w を計測すれば、 $\lambda, \beta, a, u, \theta_\infty$ および i が既知の場合、流体の動粘性率 ν が、またこれらの値が未知であっても実質的に一定と仮定できれば、 ν 値の相対的变化が(3)式から求まる。たとえば、乳凝固工程は静置系で、かつ一定の温度であるので、 u, a および β は一定と仮定でき、さらに、凝固にともなう λ の変化も実質的に無視できるため⁶⁾、 i が一定とすることによって(3)式は、

$$\nu = f(\theta_w) \dots \dots \dots (4)$$

と簡略化され、 θ_w を測定すれば、系の動粘性率が間接的に求められる。

*宮城学院女子大学

上述の理論的背景は定常系という仮定の上に成立するが、非定常系においても発熱体の温度 θ_w と流体の温度 θ_∞ の差、 $\theta_w - \theta_\infty$ を指標として利用できる場合も多い⁴⁾。

【記号略号】

Nu : ヌッセル数	Gr : グラスホフ数
g : 重量加速度	Pr : プラントル数
λ : 熱伝導率	Re : レイノルズ数
β : 体積膨張率	θ_w : 発熱体の温度
ν : 動粘性率	θ_s : 表面温度
a : 温度伝導率	θ_∞ : 流体温度
u : 流速	α : 熱伝達率
i : 電流	$C_0 \sim C_5$: 定数
d : 細線の直径	l : センサの長さ

雪印社製動粘度モニタリングシステム「レオキャッチ (Rheocatch) SVM-100」は、上記の理論を生かし、卓上に開発された細線加熱式粘度計の一種で、一定間隔で設置された2本の温度センサ (白金抵抗体に一定電流を流して、それ自体を発熱させながら温度を測定する「発熱体計測部センサ」と通常の白金抵抗体を利用した「測温抵抗体センサ」) を有し、ゲル化などによる系の粘度上昇にともなう両センサ間の温度差変化を観測する機器である。

著者は、レオキャッチからのアナログ温度データを増幅後、AD変換し、パーソナルコンピュータに取り込み、コンピュータ上でゲル化温度を測定するシステムを構築し^{7,8)}、そのシステムを使用して、寒天や鶏卵の凝固温度測定、レンネットによる牛乳の凝固過程解析、およびデンプン分散液の糊化過程の解析を行った⁷⁻⁹⁾。

著者の開発したシステムは、シングルタスク OS である

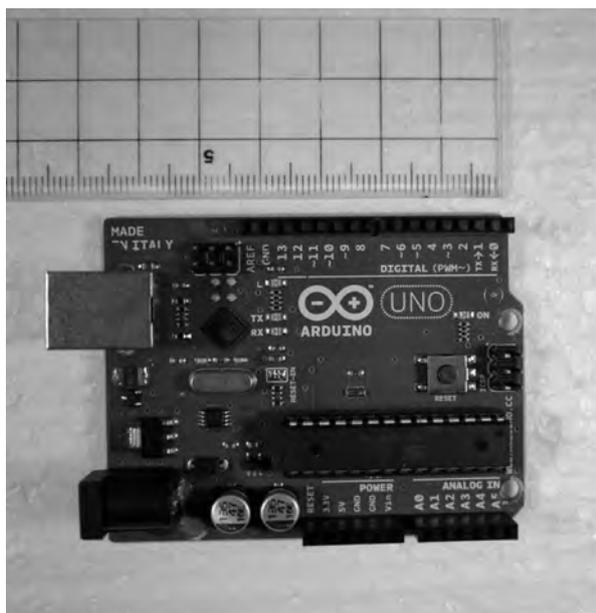


図1 Arduino Uno の外観
スケールは cm

MS-DOS 上で稼働するシステムであり、Windows 環境への移植が待たれた。近年、価格が安価で開発環境も整っていることから、Arduino と呼ばれるワンチップマイコンボード (図1) が、フィジカルコンピューティングをはじめとした種々の分野で活用が進んでいる^{10,11)}。そこで、今回、ワンチップマイコンボード Arduino Uno を USB 経由で Windows 7 PC (パーソナルコンピュータ) と接続し、表計算ソフトウェアの Microsoft Office Excel 2007 から Arduino を制御して温度データを収集するシステムについて検討した。本システムでは、Arduino Uno と Windows PC 間の通信は、木下隆氏がフリーのモジュールとして提供している「EasyCom」を用いて行い^{12,13)}、収集したデータは CSV ファイル形式で出力し、詳細な解析は別途 Excel で行うこととした。

2. システム概要

レオキャッチ SVM-100 からのアナログ出力 (発熱体計測部センサ出力と測温抵抗体センサ出力) には、高周波性ノイズが重畳していたため、抵抗とキャパシタによるローパスフィルタ (6 dB/oct) でノイズ除去を行った。

ローパスフィルタ通過後の電圧を、Arduino Uno のアナログ入力端子 (「A0」と「A1」端子) に接続し10ビット分解能で AD 変換を行った。今回、AD 変換の基準電圧としては、Arduino Uno の内部基準電圧1.1 V を使用することとし、SVM-100 からは1°Cあたり0.01 V が出力されることから、1 digit あたり0.107°Cとなる (1.1 V/1024 digit×1°C/0.01 V=0.107°C/digit)。

Arduino Uno のタイマー機能を使用して、3秒間隔で SVM-100 からの出力電圧を取り込み、Arduino Uno 内でアナログ電圧のデジタル化および温度値変換を行い、変換データを Windows PC 上の Excel に USB 経由で送信した。Excel が取り込んだ温度データは、リアルタイムで専用のウィンドウに表示するとともに、ワークシート上にグラフ化した。

収集した温度データは、CSV ファイル形式で出力できるようにし、別途 Excel 上で詳細なデータ解析を行うようにした。システムの概要を図2に示した。

3. プログラム構成

1) Arduino Uno のプログラム

Arduino Uno のためのプログラム (Arduino ではコンピュータプログラムを「スケッチ」という) 作成は、統合型開発環境 (Arduino IDE) で行った¹⁰⁾。通信速度や AD 変換のための基準電圧などの設定に引き続き、レオキャッチからのアナログ出力のデジタル化および温度データへの変換を3秒間隔で行い、USB 経由で Windows PC 上の Excel ヘテキストデータとして送信するようにした。

レオキャッチからのアナログ温度データの変換にあたり、ローパスフィルタの低周波性信号に対する減衰率をデ

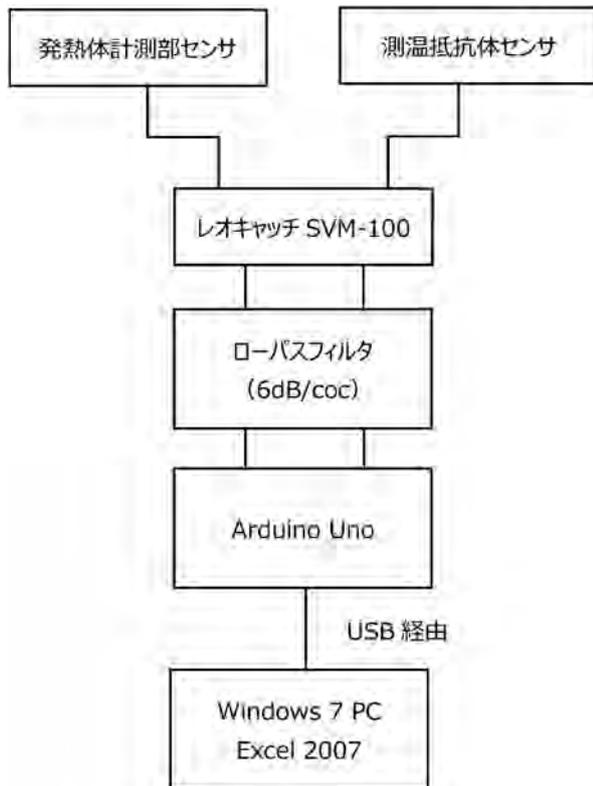


図2 測定システム構成図

デジタルマルチメータ (SANWA XD-770CD) を用いて測定したところ、0.991となったため、その分の補正を行った。さらに、SVM-100のディスプレイに表示される温度値と Arduino Uno が変換した温度値を一致させるため、回帰式を求めて補正した (図3)。

2) Excel 用プロシージャ

Excel 上でのデータ収集およびグラフ化は、Visual Basic for Applications (VBA) を用いて必要なプロシージャを作成して行った。

「ThisWorkBook」オブジェクトには、Arduino Uno からの温度データを入力するセルの小数以下の表示桁数設定などを行うコードを記述した。

「Sheet1」オブジェクト (シート名「DataSheet」) には、計測開始、計測停止、データの初期化、CSV ファイル出力を行うためのコマンドボタンを配置し、それぞれのコマンドボタンに対応するイベントプロシージャは、Sheet1 オブジェクト内に記述した。各ボタンの「caption」プロパティは、「計測 (受信)」「計測 (停止)」「初期化 (計測終了表示後)」「CSV の出力」とした。Sheet1 オブジェクトに貼り付けた各コマンドボタンから呼び出されるイベントプロシージャに対応した VBA プロシージャは、標準モジュールフォルダ内の「Module1」ファイルに記述した。また、計測中の温度変化をリアルタイムで表示するために、散布図グラフオブジェクトを Sheet1 オブジェクト内に配置した。

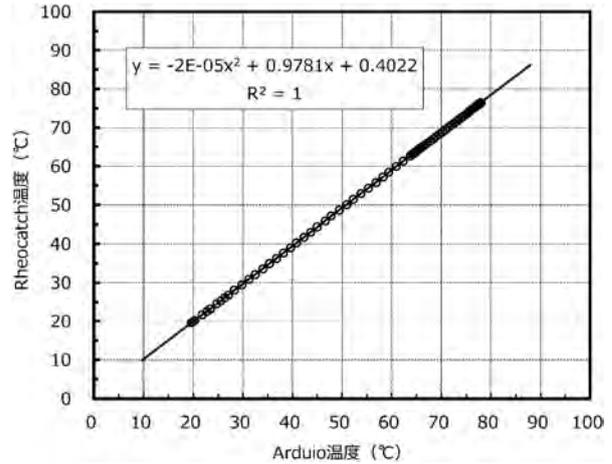


図3 Rheocatch 表示温度と Arduino Uno 変換温度との関係

○ : Rheocatch 表示温度, — : 回帰曲線

Sheet1 オブジェクトには、上記の各コマンドボタンや散布図グラフオブジェクトに加え、F1~G4 のセルには、AD コンバータの分解精度や基準電圧などの情報を、I1~J4 のセルには、Arduino Uno との通信条件を表示するようにした。なお、Arduino Uno との通信に使用する COM ポートは、任意に変更できるようにするため、J1 のセルに COM ポート番号を入力するようにした。

Arduino Uno とのシリアル通信のための VBA モジュールは、木下隆氏提供の「EasyComm」をインポートし、VBA の標準モジュールフォルダ内に「ec.bas」と「ec-Def.bas」ファイルとして登録し、他のプロシージャから呼び出して利用できるようにした¹²⁾。なお、「EasyComm」は諸般の事情から、現在は、提供が終了している¹³⁾。

各オブジェクト類などを配置したシート全体の様子を図4に示した。

Sheet1 上の「計測 (受信)」ボタンをクリックすると、E2 のセルにフラグとして「1」を表示するとともに、H9 のセルに「制御開始」と表示し、セル内も緑色となるようにした。

測定中の経過時間は、A 列の 4 行目以降に、発熱体計測部センサからの温度値 (「Sensor A」) は B 列 4 行目以降に、測温抵抗体センサからの温度値 (「Sensor B」) は C 列 4 行目以降、両センサ間の温度差 (「A-B」) は D 列 4 行目以降に表示するようにした。データ収集中は、アクティブセルを「A1」に固定し、リアルタイムでグラフが表示されるようにしたため、計測中の温度データを表示するウィンドウを別に作成し、必要なオブジェクトはフォームモジュール「UserForm1」に配置した。測定中のワークシートの様子を図5に示した。

「計測 (停止)」ボタンがクリックされると、E2 のフラグがクリアされるとともに、H9 のセルの表示内容が「計測終了」に、セル内も赤色に変更される (図6)。

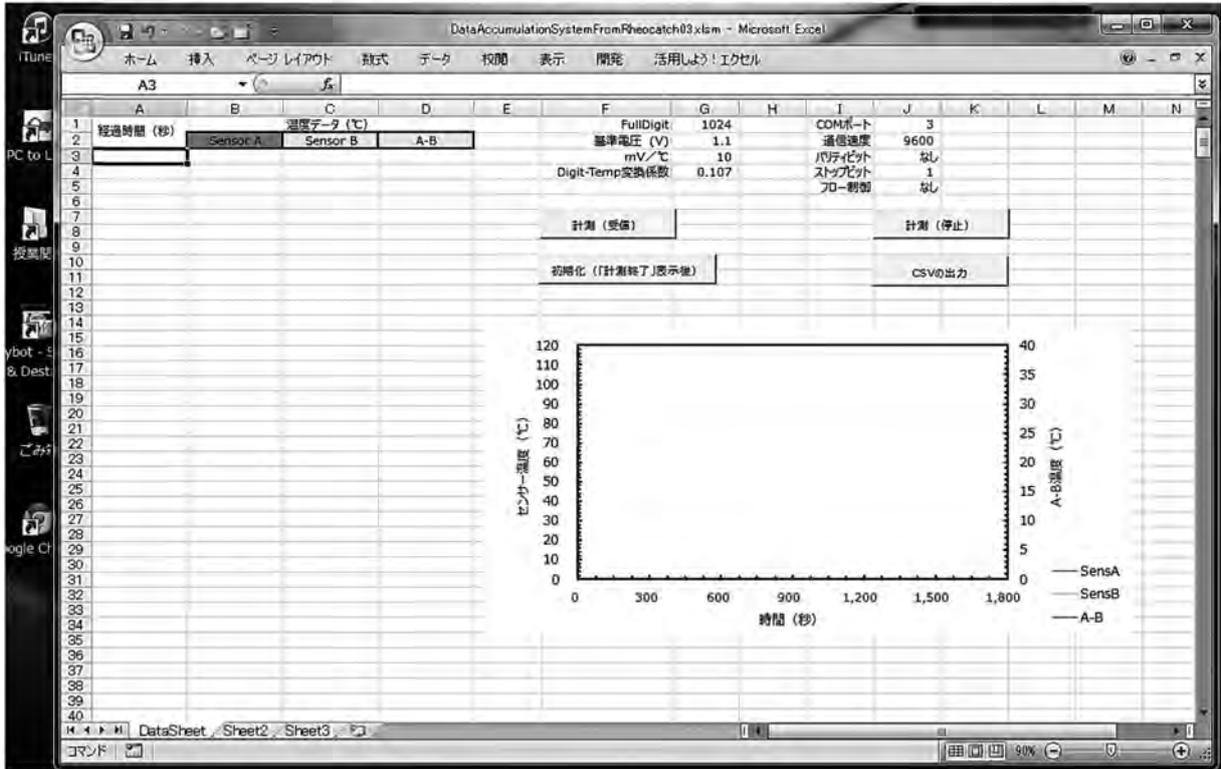


図4 測定用ワークシートへのオブジェクト類の配置

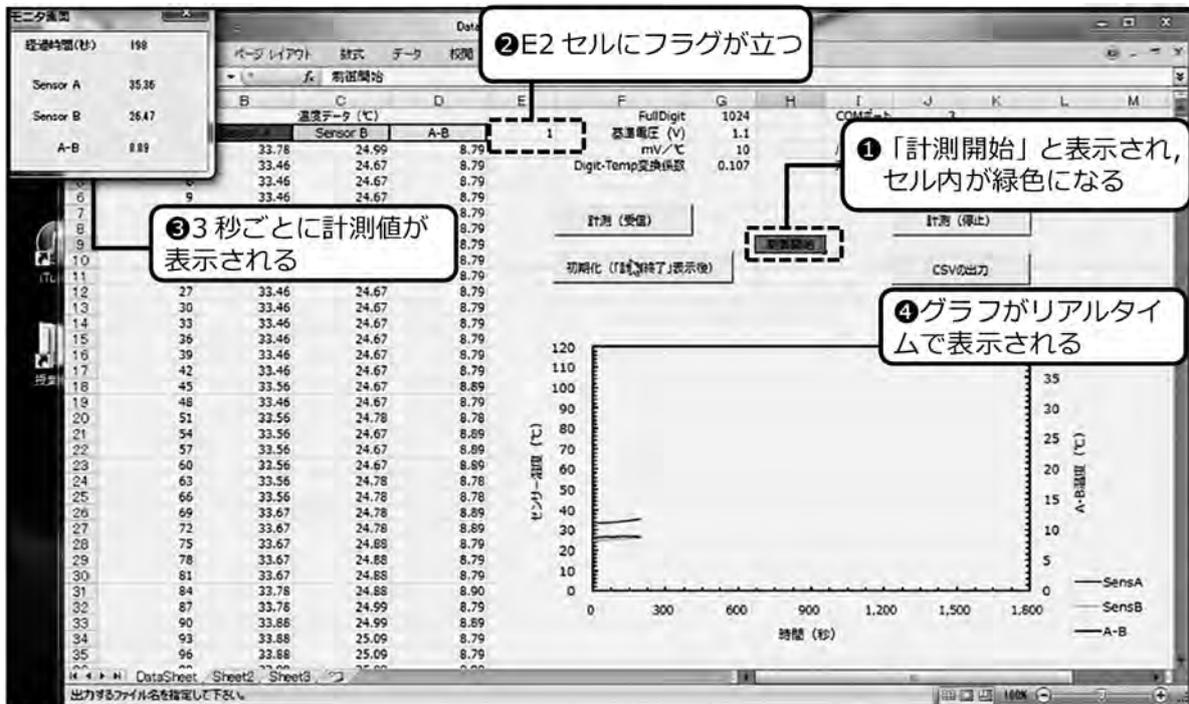


図5 測定中のワークシート画面

収集した温度データをCSVファイル形式として出力するためのVBAプロシージャは、標準モジュールフォルダ内の「Module2」ファイルに記述した。CSVファイル出力のためのコードは文献12のプログラムリストを参考にさせていただいた。

「CSVの出力」ボタンをクリックすると、ファイル名を入力するダイアログボックスが表示されるので(図7)、適切なファイル名を入力して、ダイアログボックスの「保存」ボタンをクリックすれば、Sheet1上のデータがCSVファイルとして保存されるとともに、保存されたデータ数

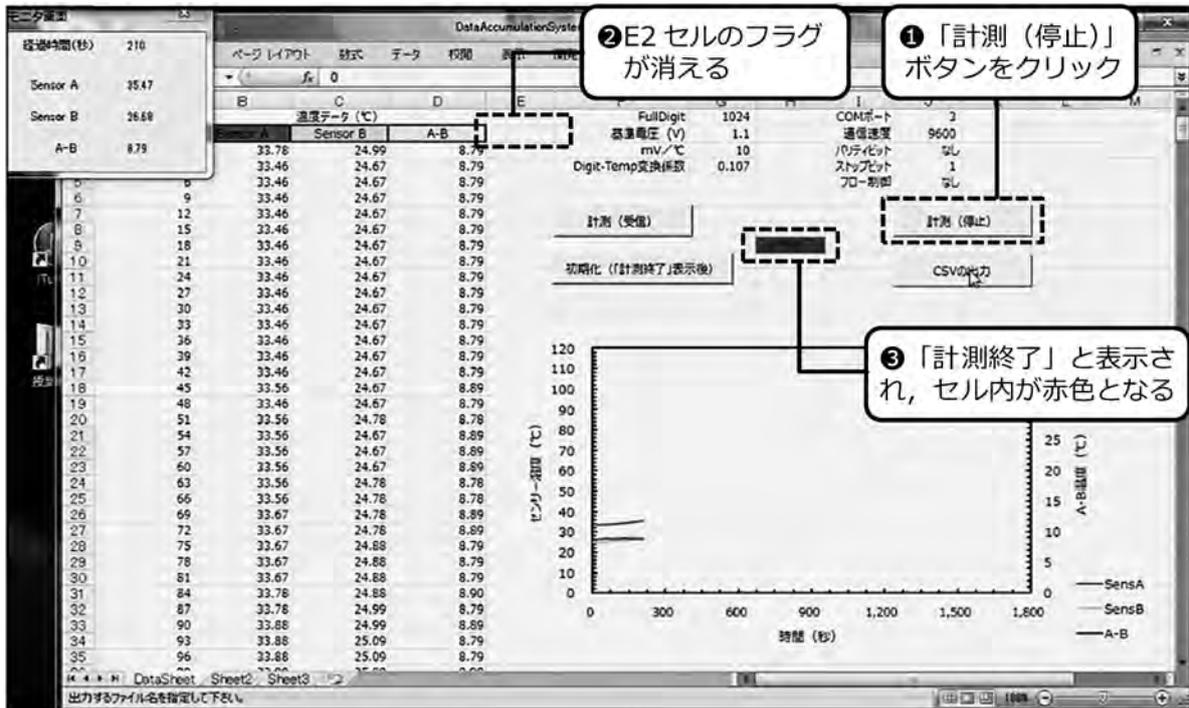


図6 計測停止時のワークシート画面

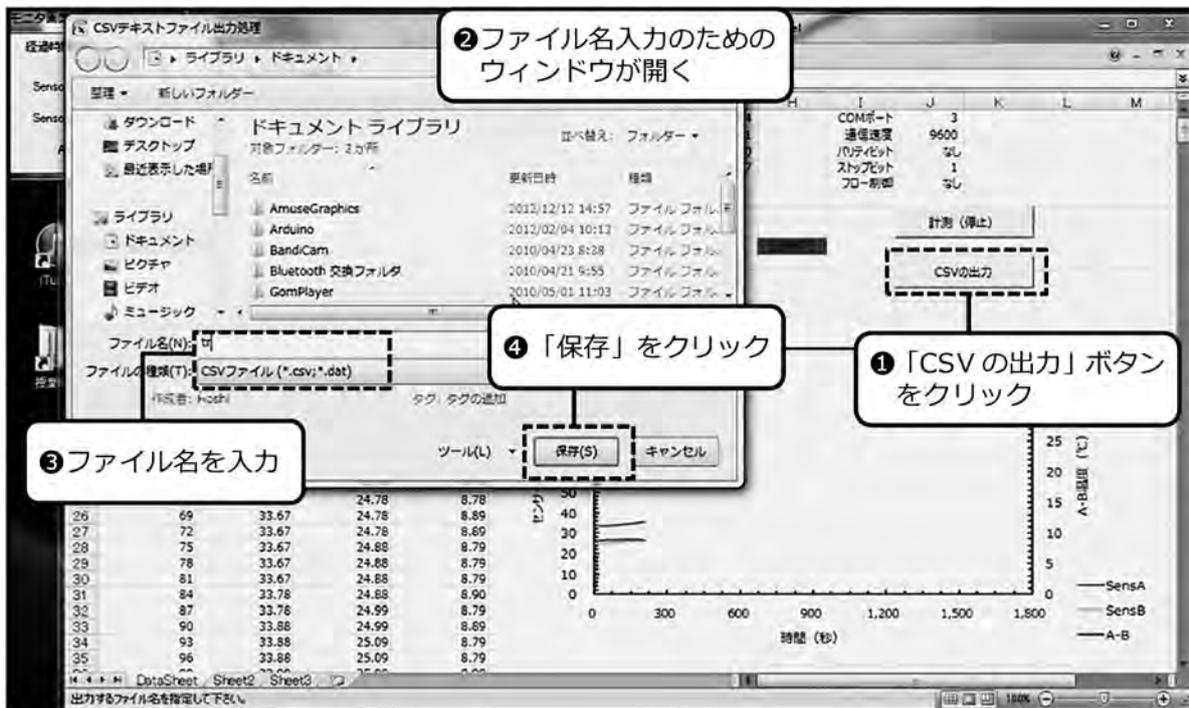


図7 CSV ファイルのファイル名入力画面

が表示される (図8)。

一方、「初期化 (計測終了) 表示後」ボタンをクリックすると、それまでに入力されていたデータが消去されるとともに、H9のセル内の表示が削除され、塗りつぶしも解除され、図4の状態に戻る。

4. 実験方法

1) 試薬

(1) バレイシヨデンプン

バレイシヨデンプンは、和光純薬製を使用した。

(2) コンゴレッド

コンゴレッドは、東京化成製を使用した。

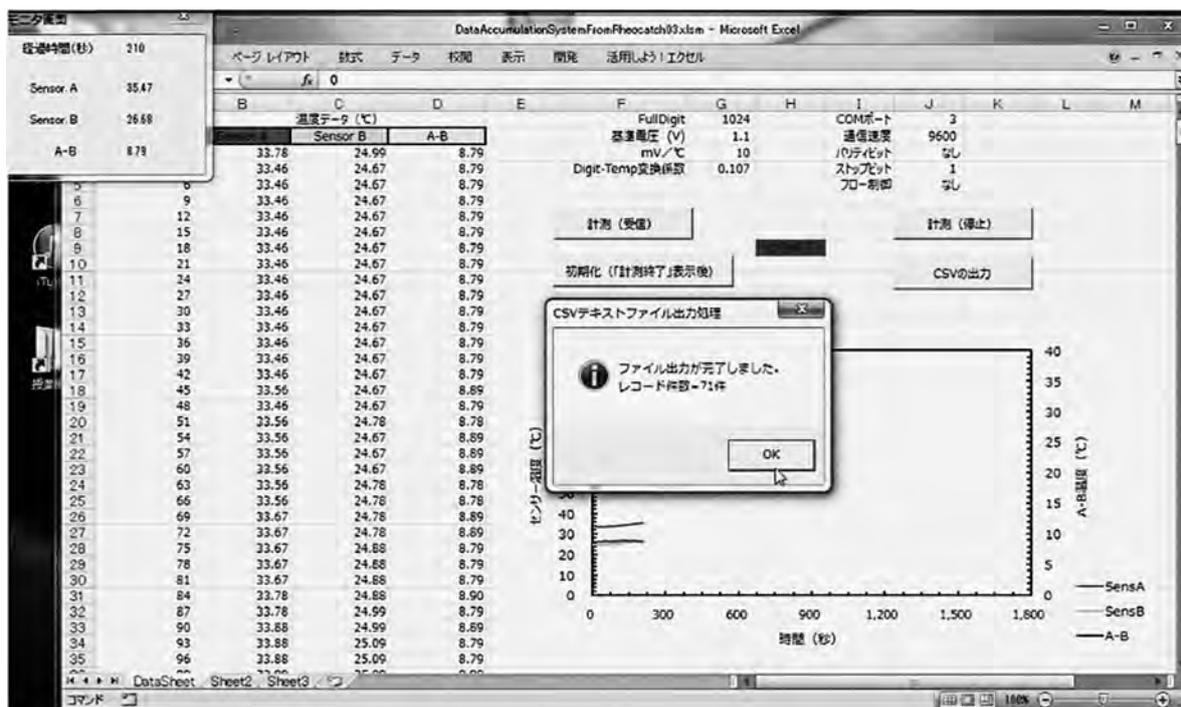


図8 CSVファイル出力時の画面

2) 加熱操作

水または3% (w/w) バレイシヨデンブ懸濁液200 mLを200 mL容積のビーカーに入れ、そのビーカーをウォーターバス (アズワン EW-100) の中心部に置いた。SV-100Mの発熱体計測部センサと测温抵抗体センサは1 cmの間隔をあけて、ビーカー中央部に底部から約3 cmのところを設置した。ビーカーなどを配置したウォーターバスは、マグネチックスターラー (ADVANTEC SR500) の上に置き、加熱中に攪拌を行えるようにした。被験液の加熱制御は、ウォーターバスの電源コードを温度コントローラ (アズワン TXN-700-B) の電源出力コンセントに接続し、25°Cで5分間放置後、45分で95°Cまで上昇させ、その後、30分間95°Cを保持するように設定して行った¹⁴⁾。

3) デンブ粒の観察

調製直後の3%バレイシヨデンブ懸濁液、加熱過程の50°C、および68°Cにおけるデンブ分散液から、それぞれ0.5 mLを分取し、遠心分離を1分間行い (アズワン チビタン)、デンブ沈殿物を得た。このデンブ沈殿物に0.3%コンゴレッド溶液0.5 mLを加え、攪拌後、30分間室温で放置した。染色後、遠心分離により、染色液とデンブ沈殿物とに分離し、沈殿物を一度水洗してから、水0.5 mLを加えて再度デンブを懸濁して、検鏡用試料とした。検鏡は、OLYMPUS社 CH20型光学顕微鏡の鏡筒にDigital Eyepiece HDCE-10C (アズワン) を差し込み、PC上に画像を取り込んで行った。

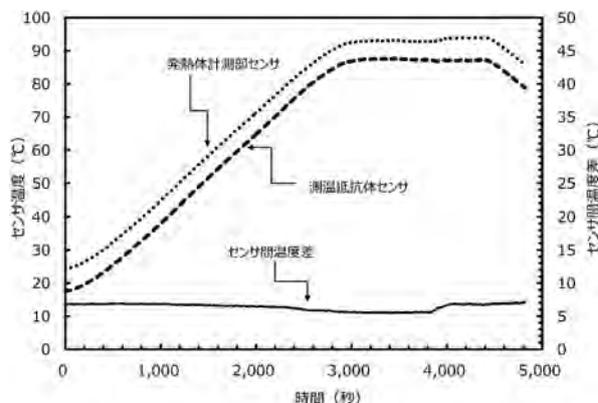


図9 水の加熱過程

5. 結果と考察

水を加熱した際に、SV-100Mの各センサから取り込んだ温度の経時変化を図9に示した。加熱開始後約1分から水温が上昇し始め、50分 (3000秒) 後に88°Cとなり、約25分 (1500秒) 間その温度を維持し、その後、加温の停止とともに水温が低下し始めた。温度コントローラに設定したタイムプログラム通りにはならなかったが、熱電対センサ (K熱電対 クラス2) を含めた温度コントローラの精度面の限界とし、今回は、このまま実験に供することとした。

図10に、3%バレイシヨデンブ懸濁液加熱過程における各センサの温度変化を示した。加熱開始1分後から、発熱体計測部センサ温度と测温抵抗体センサ温度とも直線的に上昇し始めたが、33分 (1980秒) 以降、测温抵抗体

センサの温度上昇が停滞し、45分 (2700秒) 頃から、再度、上昇し始めた。水の加熱の場合と異なり、加熱後80分 (4800秒) まで緩やかに液温が上昇し、それ以降少しづつ低下し始めた。

図11に、加熱開始前、50℃および68℃におけるデンブンの光学顕微鏡による観察像を示した。加熱前は、バレイショデンブんに特有の形態を示しており、コンゴレッドで染色されなかった¹⁵⁾。50℃においても、一部のデンブン粒については、その境界付近が赤色に染色されたものの、大部分のデンブン粒は糊化しておらず、バレイショデンブんに特徴的な形態を保持していた。一方、68℃時点では、すべてのデンブン粒が著しく膨潤し、コンゴレッドにより内部まで染色され、糊化デンブンとなっていることが確認された¹⁵⁾。

図10には、両センサ間の温度差の微分スペクトルも示した。微分スペクトルは、両センサ間の温度差データを、5区間分ずつ単純移動平均した値に、下記の「5点公式」を適用して求めた¹⁶⁾。

$$y'_n = \frac{y_{n-2} - 8y_{n-1} + 8y_{n+1} - y_{n+2}}{12\Delta t} \dots\dots\dots (5)$$

ここで、 Δt は測定の間隔で、今回は3秒となる。微分スペクトルのピーク位置を糊化温度とすると、66

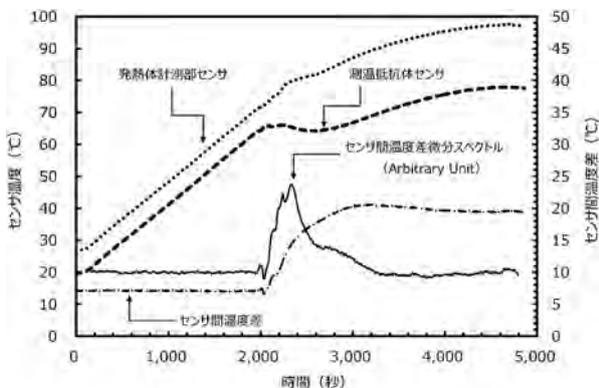
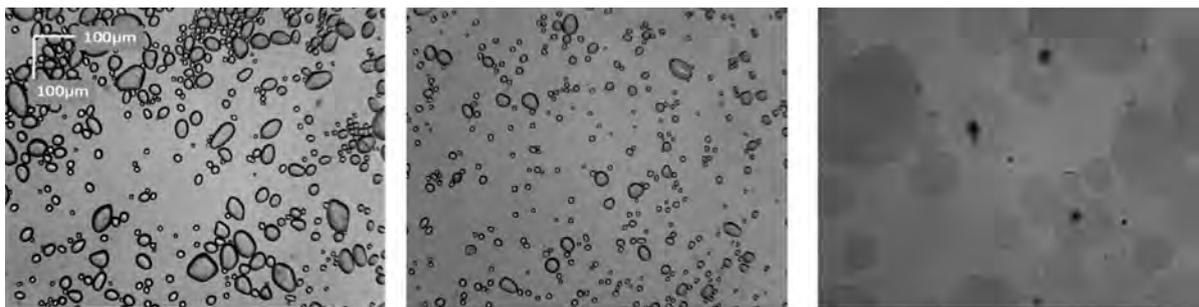


図10 3%バレイショデンブン分散液の加熱過程



バレイショデンブン (未加熱) バレイショデンブン (50℃) バレイショデンブン (68℃)

図11 バレイショデンブン粒の光学顕微鏡による観察像

℃程度となった。デンブンの糊化温度は、偏光顕微鏡による複屈折の消失温度から決定したり、DSCやアミログラフを用いて求めたりするが、アミログラフによる糊化温度は他の方法に比べ高い傾向を示すことが知られている¹⁷⁾。今回のシステムにより求められたバレイショデンブン懸濁液の糊化温度は、アミログラフの結果とよく一致しており¹⁷⁾、本システムは糊化過程解析などへの応用が可能と考えられた。

6. 要約

ワンチップマイコンボード Arduino Uno と Windows 7 搭載パーソナルコンピュータを USB 経由で接続し、Microsoft Office Excel 2007上に、細線加熱式動粘度モニタリングシステム (レオキャッチ SVM-100) からの温度データ (発熱体計測部センサと測温抵抗体センサ) を取り込むシステムを構築した。加熱過程における発熱体計測部センサと測温抵抗体センサからの温度差データを微分して求めた微分スペクトルのピークを糊化温度とすると、試料として用いた 3%バレイショデンブン分散液の糊化温度は 66℃となり、これはアミログラフによる結果と一致するものであった。

7. 引用文献

- 01) O. Miyawaki, Y. Sato, T. Yano, K. Ito and Y. Saeki, *J. Food Sci.*, **55**, 854 (1990)
- 02) T. Itoh, Y. Wada and T. Nakanishi, *Agric. Biol. Chem.*, **40**, 1083 (1976)
- 03) 中浜信子, 家政誌, **17**, 197 (1966)
- 04) 堀 友繁, センサ技術, **7**, 74 (1987)
- 05) 種谷真一, 「やさしいレオロジー工学」, p222, 工業調査会 (1990)
- 06) T. Hori, *J. Food Sci.*, **50**, 911 (1985)
- 07) 星 祐二, 宮城学院女子大学生生活科学研究報告, **26**, 1 (1994)
- 08) 星 祐二, 宮城学院女子大学生生活科学研究報告, **29**, 26 (1997)

- 09) 星 祐二, 宮城学院女子大学生生活環境科学研究所研究報告, **42**, 15 (2010)
- 10) Massimo Banzi 著, 船田 巧訳, 「Arduino をはじめよう」, オイラリー・ジャパン (2011)
- 11) 藤本直明, 神崎康宏他, 「電脳 Arduino でちょっと未来を作る」, CQ 出版 (2011)
- 12) 堀 桂太郎監修, 櫻木嘉典著, 「Excel を用いた計測制御入門」, 電気書院 (2010)
- 13) 木下隆 <http://www.activecell.jp/>
- 14) 卓上型プログラム温度調節器 TXN-700-B 取扱説明書, アズワン
- 15) 久下 喬, 化学と生物, **26**, 102 (1988)
- 16) E. クテツィグ著, 北川源四郎・阿部寛治・田栗正章訳, 「数値解析」, 培風館 (1988)
- 17) 不破英次, 小巻利章, 檜作 進, 貝沼圭二編集, 「澱粉科学の事典」, 朝倉書店 (2003)