

## マイコンを使用した水熱合成炉徐冷制御装置の作成

### A microcomputer-controlled gradual cooling system for hydrothermal reactors

山川 純次 (Junji Yamakawa)\*

河原 昭 (Akira Kawahara)\*

A used 8 bit microcomputer is applied for an instrument of controlling the heating temperatures of hydrothermal reactor furnaces. The temperatures were changed into appropriate values of voltage by thermocouples and additional devices. The interface board, programmable peripheral interface LSI and some IC's for address decoding are assembled into a complete unit. The device is useful for the inexpensive way of the construction of the accurate temperature control system.

**Keywords:** hydrothermal synthesis, cooling control system, personal computer

#### I. はじめに

X線を使用して鉱物の原子構造を決定すること、すなわち構造解析は地球科学の諸分野に対して基礎的なデータを与える。この方法として現在もっとも精度の高いデータを得ることができるのが単結晶を使った方法である。しかし天然に産出する鉱物は組成が複雑なため、結晶が小さかったり不完全であったりして解析が難しい場合が多い。そこで目的の鉱物の化学組成と格子定数や空間群などの基本的なデータをもとに、良質の単結晶を人工的に合成する必要がある。

地殻を構成している鉱物を合成する方法としては水熱合成法が良く用いられる。この方法では反応カプセルに原材料と純水を封入し、テストチューブ型圧力容器内で加圧・加温し合成を試みる。圧力は2500気圧程度、温度は800°C程度まで実現可能であり、これらの条件を適切に設定すれば原材料は純水に対して過飽和状態となり結晶を成長させると考えられている。

しかし水熱合成法を使用して解析に適した大きさの単結晶を成長させるためには溶液の過飽和状態を継続させる必要がある。地球科学分野で結晶合成に使用される原材料の多くは水の温度に正比例した溶解度を示すため、結晶が成長を始めた時点から冷却すればこの目的を達成

することができる。

この冷却は連続的なもの、すなわち徐冷動作である必要があるが、無機結晶の成長速度は遅いので、その温度勾配も1°C/h程度、また冷却は100°C程度必要となり、自動制御を行なう必要がある。しかし市販の温度制御装置の多くは設定温度に保持することはできても、一定の温度勾配に沿った制御を行なうことができない。

一般に合成炉などの温度はフィードバック型の制御が行なわれる。これはシーケンス型の制御が装置の動作を各段階に分け、前段階の動作を引き継いだ分岐制御を行なうのに対して、温度などをあらかじめ設定した希望の値(目標値)に一致させるため制御する量(制御量)を検出して目標値と比較し、その差をもとに装置を制御する方法である。制御量の検出は、物理量を温度センサーなどで電気信号に変換したものをブリッジ回路などで設定値と比較し、その不平衡出力を取り出して行なう。徐冷動作を行なう場合は設定値を連続的に変化させればよい。

フィードバック制御を行なう場合、制御量と目標値の偏差に応じた制御すなわち比例制御(P制御)を行なうと2つの誤差が生じることが知られている。一つは積分誤差で、これは温度がセンサーなどの不感帯に入ると生じる検出不可能な偏差が蓄積されトータルでは大きなものとなる誤差である。これを防ぐため偏差を積分した値に応じた制御(I制御)が必要となる。もう一つは制御量

\*岡山大学理学部地球科学科、〒700 岡山市津島中 3-1-1

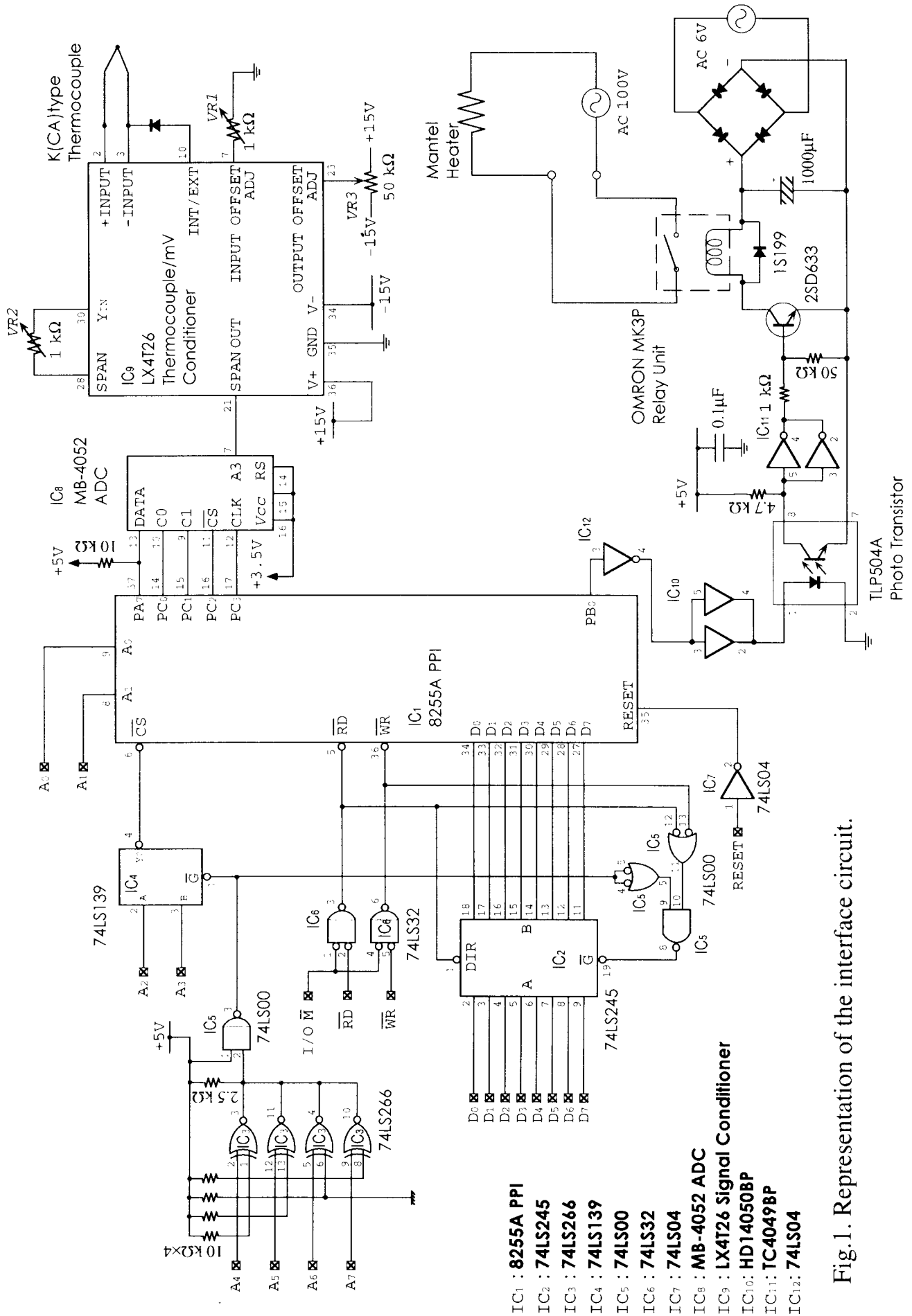


Fig.1. Representation of the interface circuit.

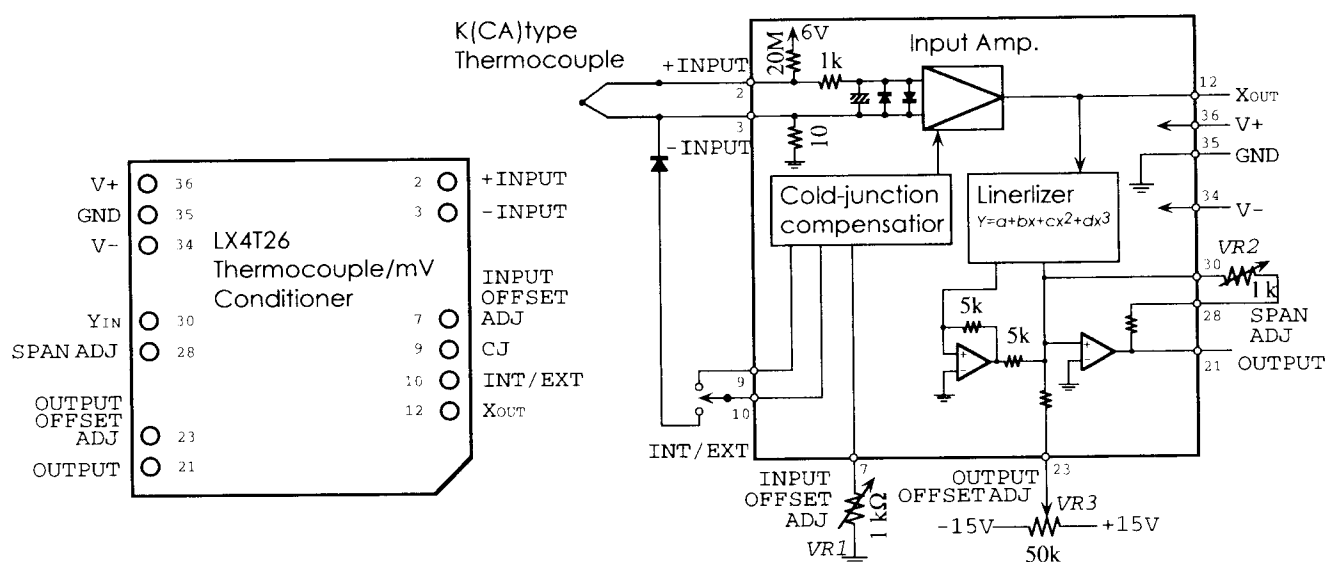


Fig.2. Pin description and block diagram of the Thermodynamic/mV conditioner LX4T26 hybrid IC.

の変化が急激な場合に生じる誤差で、主に制御の時間的な遅れが原因である。これを防ぐため偏差の微分値をもとにした制御 (D 制御) が必要となる。

このような制御が必要となるためディスクリート構成のフィードバック制御回路は複雑なものとなる。さらに制御定数は目標値や周辺環境などの要因によって少しずつ変化するため、鉍物の合成実験のように毎回異なる条件で合成する場合、制御が不十分になる。この問題を解決するため、最近の温度コントローラはマイコンを使ってこれらの制御定数を検出するタイプのものが増えてきている。このタイプでは PID の各制御定数は合成の度に最適のものに設定されるため、ディスクリート回路のように特定の温度のみでしか安定しないといった問題は発生しない。しかしこれらの温度コントローラも徐冷動作を行なえるものは限られていて鉍物の結晶を成長させる目的には不向きなものが多い。

温度コントローラで使用されているマイコンを使った制御回路は、マイコン周辺 LSI やロジック IC を使用すれば比較的手軽に作成することができる。MZ-80B や PC-8801 などの汎用マイコンを使用して制御回路を作成すれば、制御用のプログラムはユーザが任意に設定することができるため、徐冷動作を始め岩石の熱履歴のシミュレーションなど、鉍物合成に必要な温度制御を自由に行なうことができる。

以上のような状況を考慮して、筆者等は今回 8 ビット

マイコンを利用した水熱合成炉徐冷制御装置を作成し、鉍物の合成に適用したので報告する。この装置はマイコンを有効に実験室の機器制御に利用する方法を提供するばかりでなく、製作費用が非常に安価であるため、大学、高校その他の予算の少ない研究室での実験に寄与すると思われる。またマイコンによる自動制御の基礎教育にも役に立つであろう。

## II. 制御装置の概要

今回製作した制御装置は大きく分けて、マイコンとのインターフェース、温度センサー読取そしてヒータコントロールの 3 つの回路ブロックに分けられる。インターフェース回路はアドレス変換回路、プログラマブルパリアフェラルインターフェース (PPI)、データラッチから構成されている。このブロックではマイコンと温度センサー読取回路およびヒータコントロール回路との入出力を行なう。PPI はマイコンから入出力ポートの性格を変更でき、今回のようなインターフェースにはうってつけの LSI である。

温度センサー読取回路は A/D コンバータ (ADC) とシグナルコンディショナーから構成されている。ADC は汎用の 4 チャンネル入力 8 ビット LSI を使用し、シグナルコンディショナーは K(CA) タイプの熱電対専用チューニングされたハイブリッド IC を使用している。

ヒータコントロール回路はリレー駆動回路と駆動用電源回路そしてフォトトランジスタによる絶縁回路で

構成されている。駆動回路はパワースイッチング用トランジスタを使用し、駆動用電源は簡単な全波整流回路を使って供給した。駆動用信号はインターフェース回路のPPIからの信号を一度フォトトランジスタで絶縁し、リレー駆動回路からインターフェース回路に逆流するノイズを防止している。

制御装置全体の回路図を Fig. 1 に示す。なおマイコンには CPU に Z80 を搭載した SHARP MZ-80B および NEC PC-8801 を使用した。

### III. 温度の計測

マイコンにより温度制御を行なうためには、まず適当なセンサーで温度を測定する必要がある。水熱合成装置で設定しているような温度範囲では通常熱電対が使用されている。

#### 1. 熱電対

熱電対は異種金属間で温度差に応じて発生する熱起電力を応用した温度センサである。センサ自身が電圧を発生するためドライブ回路が不要であるが、計測精度を上げるためには工夫が必要である。熱電対には使用されている金属の種類によって K(CA) タイプ、R(PR) タイプ、J(IC) タイプそして T(CC) タイプがある。このうち K(CA) タイプ熱電対は  $-200^{\circ}\text{C}$  から  $+1200^{\circ}\text{C}$  で用いられる。陽極は Ni89.0Cr9.8Fe1.0Mn0.2(wt.%) の合金(クロメル)、陰極は Ni94.0Al2.0Si1.0Fe0.5Mn2.5(wt.%) の合金(アルメル)で構成されている。工業分野で多用され、酸化性雰囲気強く直線性が良いが、 $200^{\circ}\text{C}$  から  $400^{\circ}\text{C}$  でショートレンジオーダーの誤差を含んでいる。

熱電対を使用する場合次の点に注意する必要がある。

1. 起電力は  $\Delta T = |T_2 - T_1|$  に比例。つまり  $T_2$  と  $T_1$  の温度差しか計測できない。このため、 $T_2$  を氷をいれた魔法瓶等で  $0^{\circ}\text{C}$  に保つか、基準接点補償回路を用いる必要がある。また熱電対の出力リード線を延長する場合は補償導線を使用するか、接点の温度を検出する必要がある。さらに通常の導線で延長する場合、同種類のものを使用しないと熱起電力が発生し、誤差の元となる。
2. 起電力と温度の関係は熱電対の各タイプごとに非直線性が存在するため直線化(リニアライズ)が必要である。これは適当な定数を設定した回路で行なう場合とマイコンで行なう場合がある。

#### 2. シグナルコンディショナー LX4T26 の概要

LX4T26 は K(CA) タイプの熱電対を入力とする専用タイプの温度計測用モジュールアンプで、熱電対を用いて温度計測を行なうために必要となる、冷接点補償回路、増幅アンプ、リニアライザー等がハイブリッド化されている。LX4T26 のピン配列と内部構成を Fig. 2 に示す。使用にあたっては、入力オフセット、出力オフセットそしてスパンを調整する3個のトリマー用可変抵抗と  $\pm 15\text{ V}$  の電源を用意するだけでよい。内蔵リニアライザーは3次式近似の関数演算方式によって構成され、出力は  $1\text{ mV}/^{\circ}\text{C}$  に設定されている。

#### 3. 熱電対の接続について

熱電対は測定点と基準温度接点との間の温度差を検出するため、基準側の温度を一定にするか、基準点の温度を測定し、これを元に補償する必要がある。LX4T26 の場合は内蔵の冷接点補償回路でこれをおこなう。9,10 端子を接続すると基準熱電接点は 2,3 端子となり、熱電対は直結あるいは補償導線を使用して接続する必要がある。熱電対を端子板等で受けた後 2,3 番端子に接続する場合、端子板の温度を小信号用ダイオードで検出し、10 番端子に入力する必要がある。

#### 4. 調整

熱電対入力に  $0\text{ mV}$  を入力し  $V_x$  出力が  $0\text{ mV}$  になるように VR1 を調整する。同様の条件下で  $V_0$  出力が  $0\text{ mV}$  になるように VR3 を調整する。熱電対入力に  $48.3\text{ mV}$  を入力し、 $V_0$  が  $1.2\text{ V}$  になるように VR2 でスパンを調整する。

### IV. 温度データのマイコンへの取込

温度センサー読取回路からの温度データをマイコンに取り込んで処理するためにはデジタルサンプリングする必要がある。このため LX4T26 の出力を A/D コンバータで処理する。

#### 1. A/D コンバータ MB4052 の概要

富士通 MB4052 はデータ長 8 ビットで 4 チャンネルの入力端子を持つ汎用アナログデジタル変換用 IC で、バイポーラ型の素子で形成されている。変換方式に逐次比較型を採用しているので変換速度が早く、短時間に多数のアナログ量の処理が可能である。またすべてのデジタル入出力端子は TTL レベルコンパチブルであり、マイクログロッセッサ等との接続も容易である。MB4052 のピン配列と内部構成を Fig. 3 に示す。

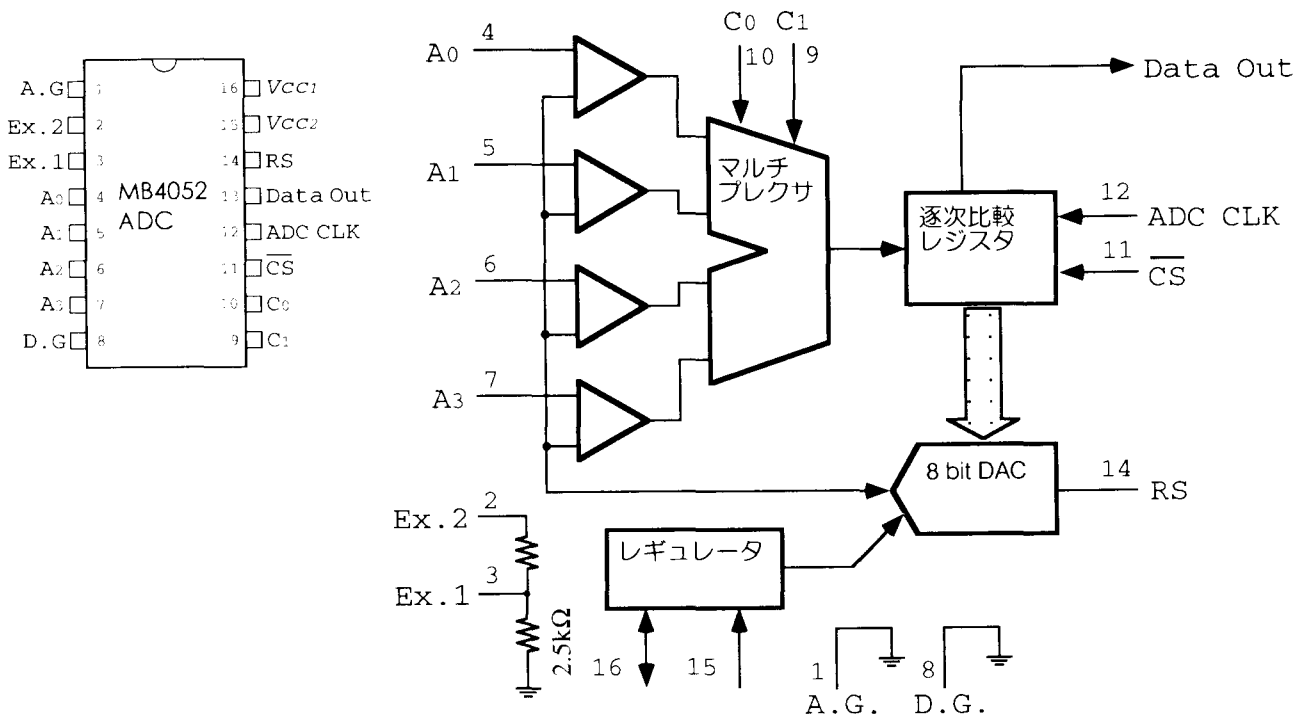


Fig.3. Pin description and block diagram of the 8-bit 4ch. Analog/Digital converter MB4052.

## 2. A/D コンバータとマイコンの接続

A/D コンバータとマイコンは、システムバスに接続されている 8255A を介して行なった。この際必要となるアドレス変換回路等の詳細は山川・河原 (1995) で報告している。

## 3. A/D コンバータの駆動

A/D コンバータからデータを取り込む、すなわち駆動するためのサブルーチンはアセンブラで記述されている。これは 8 ビットマイコンに搭載されている BASIC で記述すると実行速度が遅いために取り込みが間に合わないからである。

このサブルーチンは、C レジスタの下位 2 ビットに変換するチャンネル指定データ (0 3) をセットして Call すると A レジスタに変換されたデータがセットされて戻ってくる。これを BASIC のメインルーチンから Call すればその時点での温度データを取り込むことができる。

## V. ヒータコントロール

水熱合成装置の温度制御は、マントルヒータの電源をリレー OMRON MK3P によって ON/OFF して行なった。リレー駆動はスイッチング用トランジスタ 2SD633(ダートリントン接続・バイアス用抵抗内蔵) を用いたオープン

コレクタ回路で行なった。駆動用電源は簡単な全波整流回路から供給した。またリレーにはサージ吸収用のフライホイールダイオード 1S199 を入れた。ベースには 8255A からの信号をフォトランジスタ TLP504A でアイソレートした後、一度 CMOS バッファ TC4049BP で強化したものを入力した。

## VI. 水熱合成への適用

この制御装置を使用して準長石グループに属する鉱物である霞石 (nepheline,  $(\text{Na,K})\text{AlSi}_3\text{O}_8$ ) の単結晶を行なってみた。どちらも  $60^\circ\text{C}$ 、1000 気圧で 48 時間保持した後冷却を行なった。徐冷を行なわない場合得られた結晶の平均粒径は数ミクロンであるのに対して、 $2^\circ\text{C}/\text{h}$  の冷却レートで  $200^\circ\text{C}$  の冷却を行なった場合平均粒径は数十ミクロンまで成長し、単結晶解析に十分適用できる大きさとなった。

## VII. まとめ

今回作成した制御装置の利点をまとめると次の様になる。

1. このような制御装置を組むことで、市販の温度コントローラの補強し研究に必要な機能を実現することで、さらに広範囲の研究を行なうことができる。

2. マイコンによる自動制御の基礎技術は応用範囲が広く、今回の回路の他にも様々な目的に適用できる。こうした技術を習得することは学生にとってもメリットが大きい。
3. 高度な制御装置の製作費を安く抑えることができる。また1世代前のマイコンでコントロールできるため、破棄寸前の機器を有効利用することができる。

## 引用文献

- 山川純次・河原 昭 (1995) X線発生装置真空度監視システムの試作, OKAYAMA Univ. Earth Sci. Vol.2, No.1 pp103-108.
- 半導体規格表シリーズ (1996), 東京都豊島区巣鴨 1-14-2, CQ 出版社
- 大川善邦 (1982) Z-80 マイコンの作り方, インターフェースとローカルネットワーク入門, 東京都台東区東上野 4-25-18 産報出版 (株).
- PC-8800 ユーザーズマニュアル (1985), 東京都港区芝浦 4-14-22, 日本電気 (株).
- MZ-80B2 オーナーズマニュアル (1985), 大阪市阿倍野区長池町 22-22, シャープ (株).
- MP-85 用インターフェース I/O ボード 解説書 (改訂版), 東京都中央区茅場町 2-13-13, マイテック (株).
- シグナルコンディショナー LX4T シリーズデータシート (1985), 東京都太田区中央 3-19-8, 日本電子機材 (株).