

令和 5 年 6 月 15 日現在

機関番号：17201

研究種目：基盤研究(C)（一般）

研究期間：2020～2022

課題番号：20K04329

研究課題名（和文）気体中の微量水分の露点測定および露点推算の高精度化に関する研究

研究課題名（英文）Improvement of accuracy of dew and frost point measurement and estimation for residual water in gas.

研究代表者

石田 賢治（Ishida, Kenji）

佐賀大学・理工学部・講師

研究者番号：20304876

交付決定額（研究期間全体）：（直接経費） 3,300,000円

研究成果の概要（和文）：半導体製造分野や水素ステーションにおいて重要となる気体中の微量水分の高精度な濃度モニターの実現のため、測定動作中の鏡面冷却式露点センサの鏡面上で生じている現象の詳細解析のための近赤外光による鏡面の可視化解析システムを大幅に改良した。また、偏光を用いた可視化光学系を考案して新たにシステムに組み込んだ。さらに、露点測定へのサーモグラフィの適用を提案した。これら3手法の有効性及び試作センサへの導入の可否を検討した結果、「偏光イメージセンサによるセンサ鏡面の可視化と機械学習を導入した画像解析を組み合わせた手法」が最も優位性が高いと判断し、当該手法に基づく試作センサを製作して、その有効性を確認した。

研究成果の学術的意義や社会的意義

本研究の「偏光イメージセンサによるセンサ鏡面の可視化と機械学習を導入した画像解析を組み合わせた手法」に基づく試作センサは、従来型センサと比べて、偏光イメージセンサにより霜を極めて高感度に検出可能、従来型の鏡面冷却式露点センサで必要であったレーザー光学系を取り除く事ができるため高圧化に適する、画像解析に機械学習を導入したことにより光学系設定の厳密さを抑えられる、照明光の選択の自由度が非常に高い等の優位性がある。本手法は、従来型の鏡面冷却式露点センサの課題を克服して高精度化と高圧対応を実現できる可能性があり、今後の改良を経て、気体中の微量水分の濃度モニターにおいて強力なツールとなり得ると考える。

研究成果の概要（英文）：To realize highly accurate concentration monitoring of residual water in gases, which is important in semiconductor manufacturing and hydrogen filling stations, a visualization analysis system using near-infrared light for detailed analysis of phenomena occurring on the mirror surface of cooled mirror dew point sensor during measurement has been significantly improved. In addition, a visualization optical system using polarized light was designed and newly integrated into the system. Furthermore, the author proposed the application of thermography to dew point measurement. As a result of examining the effectiveness of these three methods and the possibility of applying them to prototype sensors, the author judged that the method combining the visualization of the sensor's mirror surface using a polarized image sensor and image analysis incorporating machine learning was the most superior method, and fabricated a prototype sensor based on this method to confirm its effectiveness.

研究分野：熱工学

キーワード：微量水分 露点測定 可視化解析 近赤外光 偏光 サーモグラフィ 機械学習

## 様式 C - 19、F - 19 - 1、Z - 19 (共通)

### 1. 研究開始当初の背景

気体中の微量水分濃度を高精度にモニターして管理することは、半導体製造プロセスの現場で極めて重要である。また、燃料電池自動車の車載水素タンクに高圧水素を急速充填する水素ステーションでは、水素を予冷するプレクーラー内部等の低温部で水素中の微量水分が析出して凝固し、水素供給系の流動不安定や配管の閉塞等に繋がる恐れがあり、水素ステーションの最適な設計および運用のために、水素中の微量水分の凝縮・凝固条件（つまり露点・霜点）の把握が不可欠である。

気体中の微量水分のモニターのためには、専ら露点測定が用いられる。JIS標準の露点測定法は、最も高精度であるとされる鏡面冷却式である。露点測定値から、露点推算法を用いて気体中の水分濃度を算出できる。

半導体製造プロセスにおける試料ガスや水素ステーションにおける水素では、含まれる水分が極めて微量であるため、その凝縮・凝固条件（つまり露点・霜点）の測定は、氷点下の霜点域での測定となる。ここで、市販の鏡面冷却式露点計は露点域だけでなく氷点下の霜点域でも用いられるが、多くの場合にセンサの制御内容は利用者に開示されておらず、特に霜点域での計測精度には十分な注意が必要となる。

上記の背景から、我々はこれまで、測定動作中の鏡面冷却式露点センサの鏡面上における凝縮滴や霜の発生、成長、消滅を近赤外光を用いて可視化して画像解析することで、鏡面上で生じている現象とセンサ信号との関係を詳細に調べ、特に霜点域における露点測定の高精度化を図る研究を実施してきた。

### 2. 研究の目的

本研究では、気体中の微量水分濃度の高精度モニターを可能とするため、微量水分に関する露点測定および露点推算の高精度化を目的とする。具体的には、鏡面冷却式露点センサの鏡面上の現象の可視化と画像解析、露点センサ鏡面の凝縮滴や霜を検出するレーザー光の散乱光強度に関する数値シミュレーション、微量水分に対応した露点推算法の改良、霜点域での測定に適した高圧化に対応できる新しい鏡面冷却式露点センサの提案と試作、等を実施する。

### 3. 研究の方法

(1) 気体中の水分濃度のモニターに用いられる鏡面冷却式露点計では、通常、測定ガス中に置いた鏡面にレーザー光を照射し、鏡面からの反射光や散乱光の強度をモニターしておき、ペルチェ素子等により鏡面を冷却し、鏡面温度が測定ガス中の水分の露点に至り鏡面上で水分が結露・凝固することを、散乱光強度の変化等から検知する。その後、露点測定値から露点推算法により水分濃度を逆算する。数ppm以下の微量水分濃度では、水分は氷点下の鏡面上に霜として析出するが、鏡面上の霜の発生と成長は露点域の凝縮滴と比べて複雑で、高精度な測定の実現には詳細な知見の収集と検討が必要となる。本研究では、市販の鏡面冷却式露点計のセンサ部を改造して組み込んだ試験装置を製作して、センサの鏡面上の現象を可視化と画像解析により詳細に調べる。

装置は、微量水分を調整した測定ガスを導入、排出できる構造とし、恒温室内に設置する。

測定ガス中に置かれた露点センサの鏡面を、可視光と近赤外光による多波長可視化解析システムを用いて可視化し、リアルタイム画像解析を適用する。露点センサを測定モードで動作させ、計測動作中のセンサ鏡面上で生成・消滅する凝縮滴および霜の様相(数, 大きさ, 形)と、センサ鏡面からの散乱光強度の関係を定量化して詳細に調べる。特に、霜点域において、鏡面上での霜の生成・消滅と、鏡面からの散乱光強度の増加および減少の相関に注目する。

(2) 露点判定用のレーザー光が露点センサ鏡面上の凝縮滴や霜で散乱する際の散乱光強度について、波動光学に基づく数値シミュレーションを実施し、計測動作中のセンサ鏡面の可視化・解析結果と照合して、鏡面上の凝縮滴や霜の形状ならびに成長様相と散乱光強度との関係(例えば、凝縮滴や霜の面積, 厚さの増減と散乱光強度の変化の関係)等を議論する。

さらに、申請者らが開発してきた霜点域における気体中の微量水分に対応する露点推算法の高精度化を図る。推算に用いる状態方程式中の相互作用パラメータ, 関数, 混合則等の修正ならびに第2, 第3ビリアル係数の検討等に注目する。

(3) 得られた成果と知見に基づき、鏡面の可視化と画像解析等の手法を用い、霜点域での測定に適する新しい鏡面冷却式露点センサを試作する。鏡面冷却式露点センサを改造して、試作センサのベースとする。将来的な半導体製造プロセスや水素ステーションの高圧水素供給系へのインライン設置も念頭に置き、センサ部は小型で高耐圧となるように配慮する。微量水分濃度を調整した測定ガスを用いた測定実験により、試作した露点センサの性能を確認する。

#### 4. 研究成果

鏡面冷却式露点測定の高精度化を実現するために、測定動作中の露点センサの鏡面上で生じている現象の詳細な解析について、これまで開発してきた近赤外光によるセンサ鏡面の可視化解析システムを改良して感度と解像度を向上させ、撮映像から凝縮滴や霜を抽出して大きさ・個数・厚さ等の情報を得る画像解析ソフトウェアを大幅に改良した。

また、当初の計画には無かったが、近赤外光による可視化光学系を置き換えるものとして、偏光イメージセンサを用いて鏡面を可視化する光学系を考案して新たにシステムに組み込み、その有効性を検討した。

さらに、露点測定にサーモグラフィを適用することを提案し、予備的実験により微小な水滴の凝固過程を解析して、サーモグラフィの適用の可能性を検討した(図1参照)。

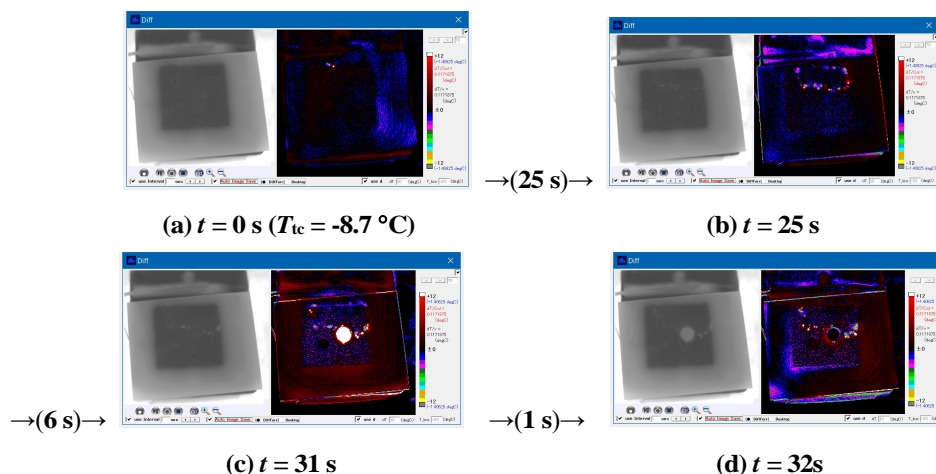


図1 ガラス面上の微小水滴の凝固過程のサーモグラフィによる可視化解析。

凝固潜熱の放出に伴う瞬間的な温度上昇の高感度な検出を、露点測定に応用できる可能性がある。

以上、本研究では、これまで開発してきた近赤外光を用いた鏡面の可視解析手法の改良に加えて、偏光を用いた新しい可視解析手法を導入し、さらに露点測定へのサーモグラフィの適用を提案し、これら3手法の有効性および試作センサへの導入の可否を検討した。その結果、上記の3手法のうち、「偏光イメージセンサによるセンサ鏡面の可視化と機械学習を導入した画像解析を組み合わせた手法」が最も優位性が高いと判断し、最終年度において、当該手法に基づく試作センサを製作して、その有効性を確認した。試作した露点センサの全体図を図2に、偏光イメージセンサの仕組みを図3に示す。

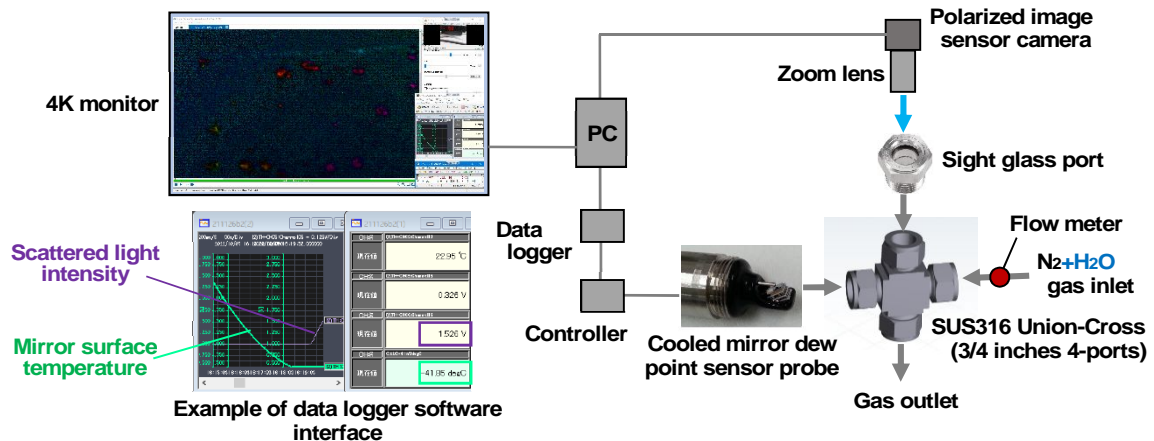


図2 偏光イメージセンサによる鏡面の可視化および機械学習を導入した画像解析を用いた新しい鏡面冷却式露点測定法の試作センサ。

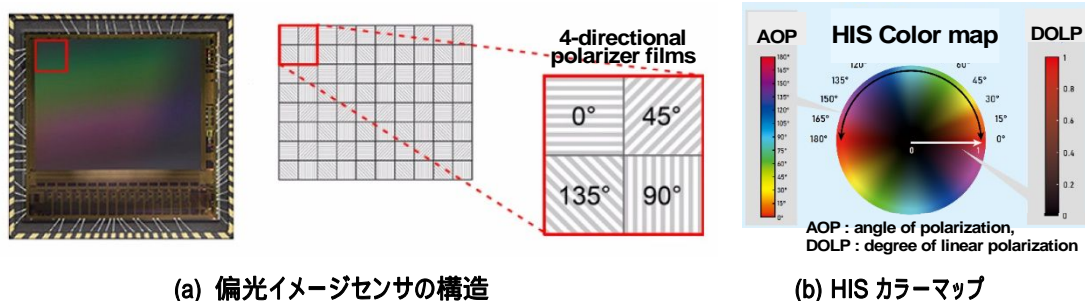


図3 偏光イメージセンサの構造および出力画像の擬似カラー表示形式「HISカラーマップ」。

試作センサにより、露点センサ鏡面上に生成した凝縮滴が鏡面温度の上昇に伴って減少し消滅する過程を検出した例を図4に、鏡面上の霜を検出をした例を図5に示す。図のキャプションに示すように、それぞれ異なる深層ニューラルネットワークによる機械学習を用いた。

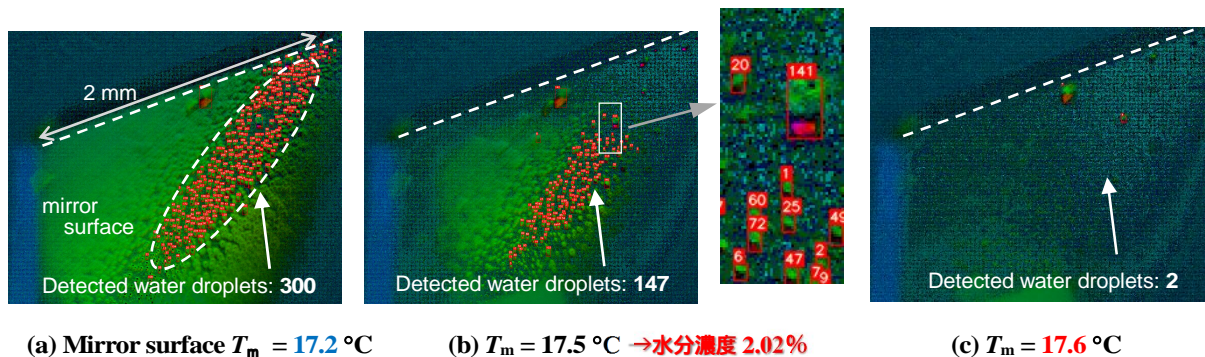


図4 深層ニューラルネットワーク「YOLOv7」を独自データで転移学習させ、鏡面上の凝縮滴を検出した例。鏡面温度の上昇に伴う微小水滴の減少と消滅を高感度に検出できた。バウンディングボックス(囲み枠)出力。

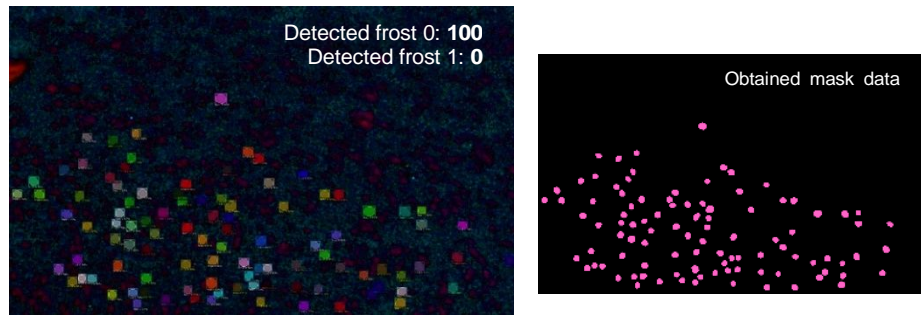


図5 深層ニューラルネットワーク「Detectron2」を独自データで転移学習させ、鏡面上の霜を検出した例。微小な霜を高感度に検出できた。上記は検出対象を塗りつぶすインスタンスセグメンテーション出力。  
(Mirror surface  $T_m = -34.7\text{ }^\circ\text{C}$ ) →水分濃度 230 ppm

一方、センサ鏡面上の凝縮滴や霜からの散乱光により生成・消滅を検知する従来型の露点センサの制御最適化のため、散乱光強度について、波動光学に基づく数値シミュレーションを実施した。これまで提案してきた霜の円柱モデルに対して、半球表面に様々な凹凸パターンを設置した新しい霜のモデルを提案し、系統的シミュレーションにより従来の円柱モデルに対する優位性を確認した。また、これまで開発してきた高圧水素中の微量水分に関する3通りの露点推算法について、高精度化のための改良の視点を詳細に検討した。なお、当初の研究計画には無かった偏光イメージセンサによるセンサ鏡面の可視化法の導入、画像解析への機械学習の導入、露点測定へのサーモグラフィの適用の提案等を実施したため、本研究課題中における散乱光強度シミュレーションと露点推算法の改良の割合は当初計画より減少することとなった。

最終年度に製作した「偏光イメージセンサによるセンサ鏡面の可視化と機械学習を導入した画像解析を組み合わせた手法」に基づく試作センサは、従来型の露点センサと比べて以下の優位点がある。

- ・偏光イメージセンサの導入により、露点センサの鏡面上に生成される凝縮滴や霜で反射された照明光の偏光度(直線偏光の割合)や偏光角(偏光面の回転)の変化を検出して擬似カラー画像として可視化するため、凝縮滴や霜、その周囲の薄い膜状の領域は鏡面とは異なる色や明るさとして可視化され、高感度に検出が可能である。
- ・可視化画像から凝縮滴や霜を検出する画像解析への機械学習の導入により、光学系の設定に要求される厳密さを抑えられる。また、測定時の外乱にも強い。
- ・鏡面で氷が大きく成長した場合、従来の散乱光強度信号をモニターする方法ではそれを検出できなかったが、機械学習を導入した画像解析により氷の発生と成長を容易に検出できるため、鏡面温度を上昇させて鏡面上をリセットするという操作に自動で移行させる事もできる。
- ・照明光の選択の自由度が非常に高い。センサ上部のサイトグラス部から差し込む実験室天井の白色LEDライトの光のみでも可視化が可能であった。
- ・従来型の鏡面冷却式露点センサで必要であったレーザー光学系を取り除く事ができるため、光ファイバをセンサ部に導入する必要がなく、露点センサの高圧化に適した構造である。

以上、本研究で開発した「偏光イメージセンサによるセンサ鏡面の可視化と機械学習を導入した画像解析を組み合わせた手法」に基づく露点測定法と試作センサは、従来型の鏡面冷却式露点センサの課題を克服して高精度化と高圧対応を実現できる可能性があり、今後のさらなる改良を経て、気体中の微量水分の濃度モニターにおいて強力なツールとなり得ると考える。

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計0件

〔学会発表〕 計3件（うち招待講演 0件 / うち国際学会 0件）

1. 発表者名 石田 賢治, 三宅 智哉, 東島 宗一郎, 稲富 啓紘, 植田 光, 野見山 有希乃
2. 発表標題 鏡面冷却式露点計測の高精度化に関する研究（近赤外光と偏光による可視化解析）
3. 学会等名 日本機械学会九州支部第75期総会・講演会
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 石田 賢治, 野見山 有希乃, 津村 陽里
2. 発表標題 サーモグラフィデータの解析支援システムの開発（微小水滴の凝固過程の解析）
3. 学会等名 日本機械学会九州支部第75期総会・講演会
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 石田 賢治, 東島 宗一郎, 佐伯 拓哉, 轟 真秀, 鈴木 智也
2. 発表標題 偏光イメージセンサおよび機械学習ベース画像解析による鏡面冷却式露点計測法の開発
3. 学会等名 日本機械学会九州支部第76期総会・講演会
4. 発表年 2022年

〔図書〕 計0件

〔産業財産権〕

〔その他〕

-

6. 研究組織

氏名 (ローマ字氏名) (研究者番号)	所属研究機関・部局・職 (機関番号)	備考
---------------------------	-----------------------	----

7. 科研費を使用して開催した国際研究集会

〔国際研究集会〕 計0件

8 . 本研究に関連して実施した国際共同研究の実施状況

共同研究相手国	相手方研究機関
---------	---------