

2022（令和4）年度 修士学位論文

高温場における微小液滴の蒸発挙動解明
に関する研究

Study on evaporation behavior of Microdroplets
at high temperatures

2023年3月3日

高知工科大学大学院 工学研究科基盤工学専攻
知能機械工学コース

1255032 草下 圭太

指導教員 川原村 敏幸

第1章 序論	1
1.1 はじめに	1
1.2 ライデンフロスト現象.....	1
1.3 ミスト CVD 法.....	3
1.4 研究目的	5
1.5 論文構成	6
第2章 これまでの微小液滴蒸発挙動の観測と粒径計測.....	7
2.1 概要	7
2.2 第1世代	7
2.2.1 流路装置.....	8
2.2.2 加熱装置.....	8
2.2.3 撮影装置.....	8
2.2.4 光源装置.....	9
2.2.5 噴霧装置.....	10
2.2.6 液滴粒径計測.....	11
2.2.7 第1世代の問題点.....	11
2.3 第2世代	12
2.3.1 流路装置.....	12
2.3.2 流路装置の平行設置.....	14
2.3.3 噴霧器の変更.....	15
2.3.4 液滴粒径計測プログラム.....	16
2.3.5 第2世代の問題点.....	17
第3章 微小液滴観測装置の改良.....	18
3.1 概要	18
3.2 流路装置の改良.....	19
3.2.1 流路装置I(流れ場幅 1 mm 仕様)の開発.....	19
3.2.2 流路装置II(流れ場幅 5 mm 仕様)の開発	22
3.3 流入口接続部品の開発.....	24
3.4 加熱装置	25
3.5 撮影装置	26
3.5.1 レンズの変更.....	26
3.5.2 カメラの変更.....	30
3.6 本観測装置群の課題.....	32

第4章 深層学習を用いた液滴粒径解析プログラムの開発.....	35
4.1 概要.....	35
4.2 ボケの認識手法.....	35
4.2.1 フーリエ変換.....	36
4.2.2 ラプラシアンフィルタ.....	38
4.2.3 深層学習.....	38
4.3 深層学習による物体検出.....	39
4.3.1 深層学習の変遷.....	39
4.3.2 YOLO (You Only Look Once).....	43
4.4 YOLO を用いた液滴認識アルゴリズムおよびプログラムの作成.....	46
4.4.1 YOLO を用いた学習.....	46
4.4.2 学習 1.....	49
4.4.2 学習 2.....	51
4.4.3 学習 3.....	53
4.4.4 学習 4.....	55
4.4.5 学習 5.....	59
4.4.6 YOLO による液滴像推論.....	61
4.5 液滴粒径解析プログラム.....	62
4.6 全自動液滴認識解析プログラム.....	65
4.7 本解析プログラムの課題.....	67
第5章 微小液滴蒸発挙動の観測と解析.....	69
5.1 概要.....	69
5.2 倍率算出実験.....	69
5.2.1 実験方法.....	69
5.2.2 実験結果.....	71
5.2.3 考察.....	72
5.3 動画検証実験.....	73
5.3.1 実験方法.....	74
5.3.2 実験結果.....	74
5.3.3 考察.....	76
5.4 流路装置後部流温度計測実験.....	79
5.4.1 実験方法.....	79
5.4.2 実験結果.....	80

5.4.3	考察.....	80
5.5	流路装置I(流れ場幅 1 mm 仕様)観測実験.....	81
5.5.1	実験方法.....	81
5.5.2	実験結果.....	83
5.5.3	考察.....	85
5.6	流路装置II(流れ場幅 5 mm 仕様) 観測実験	86
5.6.1	実験方法.....	86
5.6.2	実験結果.....	87
5.6.3	考察.....	99
5.7	光学系II(波長フィルタ)による液滴観測実験.....	102
5.7.1	光学系II 実験方法	102
5.7.2	光学系II 実験結果	105
5.7.3	光学系II 考察	116
5.8	倍率×2 による液滴観測実験	117
5.8.1	倍率×2 光学系I 実験方法	117
5.8.2	倍率×2 光学系I 実験結果	118
5.8.3	倍率×2 光学系I 考察	124
5.8.4	倍率×2 光学系II 実験方法	125
5.8.5	倍率×2 光学系II 実験結果.....	126
5.8.6	倍率×2 光学系II 考察.....	130
5.9	観測実験のまとめ.....	130
第6章	結論	131
6.1	微小液滴観測装置の開発.....	131
6.2	液滴粒径解析プログラムの開発.....	131
6.3	微小液滴蒸発挙動の観測.....	132
付録	133	
Apx.1	機械学習の評価指標.....	133
Apx.2	YOLO 学習 1 他条件.....	134
Apx.3	YOLO 学習 2 他条件.....	139
Apx.4	YOLO 学習 3 他条件.....	140
Apx.5	YOLO 学習 4 他条件.....	141
Apx.6	YOLO 推論時リサイズ比較.....	142
Apx.8	YOLO 推論時 confidence 比較	144

Apx.9	液滴粒径解析プログラム 二値化比較.....	146
Apx.10	フィルタ対応二値化検証.....	147
Apx.11	液滴粒径解析プログラム モルフォロジー変換.....	149
Apx.12	液滴粒径解析プログラム ハフ変換.....	150
Apx.13	平均自由行程の算出.....	151
Apx.14	蒸発時間計算.....	153
Apx.15	フィルタ比較実験.....	157
Apx.16	低温度帯観測実験.....	159
Apx.17	噴霧直後観測実験.....	161
Apx.18	流量変化による液滴観測実験.....	163
Apx.19	メタノールを用いた液滴観測実験.....	178
Apx.20	プログラム環境.....	190
	参考文献.....	194
	謝辞.....	200

第 1 章 序論

1.1 はじめに

私たち人類はこれまでに様々な事柄について研究、開発に取り組み、そこで培われた技術を身の回りの生活に活用し利便性、快適性を向上している。微小液滴もそのような技術の一つである。微小液滴は、僅かな外乱であっても大きな影響を受けてしまうため、正確な制御が困難である。加えて、肉眼で観測が困難であるにもかかわらず様々な分野で利用されており、これまでに多種多様な領域において研究が行われてきた。一例として、インクジェットプリンターではインクミストの挙動を分析することで、鮮明な印字、汚染防止などに役立っている。^(1.1) また、エンジンにおいて微小液滴に関する研究は活発であり、例えばエンジンの内部壁面に付着した燃料液滴の蒸発挙動を分析することで燃費改善などに貢献している。^(1.2) さらに、新型コロナウイルス(COVID-19)の防疫対策の一つとして消毒液をミスト化して空間全体を除菌する方法などが提案されているが、ミスト化された消毒剤が人体へ及ぼす影響について国際的に確立された評価方法は未だ無く、^(1.3) ミスト状態の消毒液がどのような蒸発挙動を示すのかを分析することで、空間除菌の安全性を評価する方法を確立するための研究などが試みられている。加えて本研究室では、原料溶液をミスト化し反応炉内に供給することで機能薄膜を形成するミスト CVD 法の研究開発を行っており、反応メカニズムを理解するために微小液滴の挙動の解明が求められている。このように微小液滴の挙動は過去から現在まで様々な領域で注目されている。今後、微小液滴の挙動を解明していくことは、人類の発展に十分に貢献する重要な研究対象であると言える。

1.2 ライデンフロスト現象

液滴の蒸発挙動の一つにライデンフロスト現象がある。ライデンフロスト現象とは、図 1.1 に示すように、ある液滴がその液体の沸点よりも高温な壁面に接触した際に、壁面と液滴の間に形成された薄い蒸気膜によって、高温壁面上を浮遊した状態になり、壁面から液滴への熱伝達が阻害されることで結果として液滴の蒸発時間が大幅に増加する現象である。この現象は、1756 年にドイツの医師である Johann Gottlob Leidenfrost (1715-1794) によって報告^(1.4) され、現在では様々な研究者がこの特異な挙動の解明に努めており、多くの研究結果が報告されている。^{(1.5)~(1.20)} また本研究室においても、ライデンフロスト状態の液滴挙動について、ミリオーダーとマイクロオーダーの液滴に着目して研究が行われてきた。^{(1.21)~(1.33)}

加熱された高温の固体表面に液滴を滴下した際、液滴が示す挙動は 4 つの領域に分けることができる。第 1 の領域は、加熱面の温度が液体の沸点よりも非常に低い場合で、液滴は重力に従い加熱面を濡らしながら、周囲空間が飽和蒸気量に達するまで徐々に蒸発する領域である。第 2 の領域は、加熱面の温度が液体の沸点と同等、もしくは少し高い場合で、発生する蒸気量が少ないため、液滴が加熱表面を濡らしながら、核沸騰の状態を形成し蒸発する領域である。第 3 の領域は、加熱面の温度が液体の沸点よりも高く、部分核沸騰と部分膜沸騰

が混在する遷移沸騰領域であり、液滴が加熱面上をあらゆる方向に動き回りながら蒸発する領域である。第4の領域は、加熱面の温度が液体の沸点よりも非常に高い場合で、液滴と加熱面の間に発生した蒸気は安定した状態となり、液滴は発生した蒸気により加熱面上で浮遊し、ライデンフロスト状態である膜沸騰領域となる。液滴を熱する基板表面温度と、液滴蒸発の時間の推移を表した概要図を図1.2に示す。基板表面温度が液滴の沸点を100℃程度超えると、液滴蒸発時間が極大点となる。本研究ではこの点をライデンフロスト点と呼ぶ。

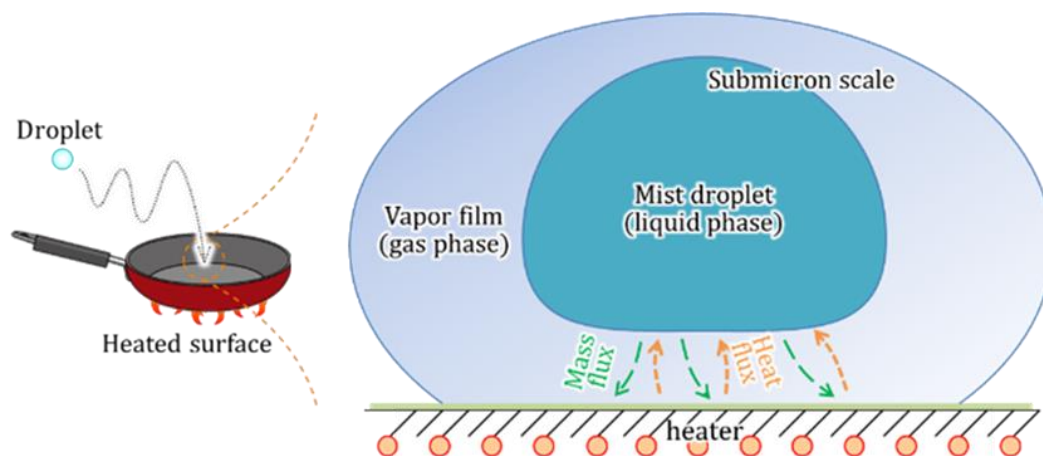


図 1.1 ライデンフロスト現象の模式図

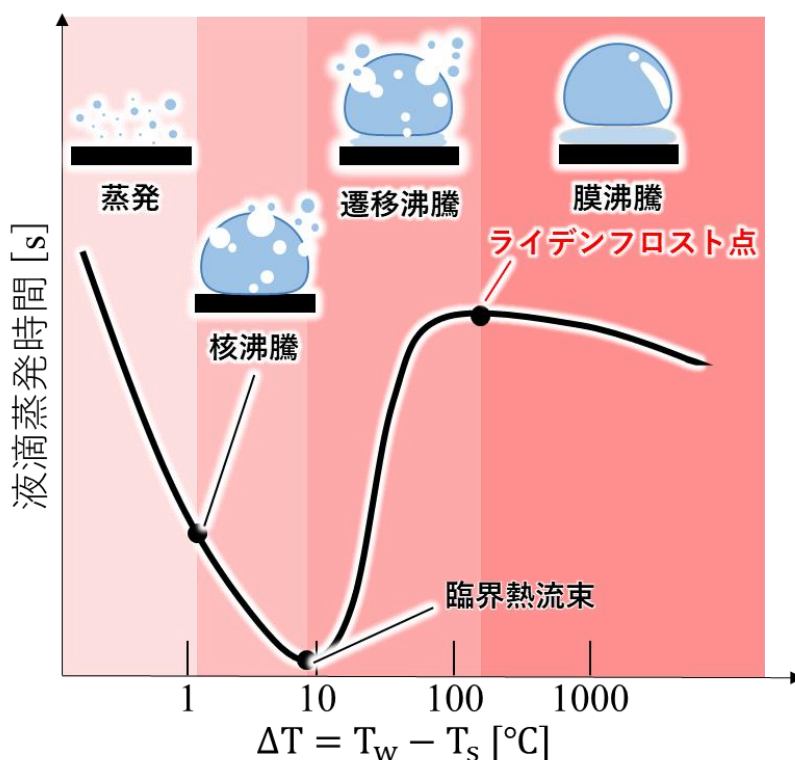


図 1.2 基板表面温度に対する液滴蒸発時間の推移^(1,34)

1.3 ミスト CVD 法

本研究室では、ミスト CVD (Chemical Vapor Deposition : 化学気相成長) 法の開発とそれを利用した機能性薄膜の作製に関する研究を行っている。機能性薄膜は、電子回路や半導体、レンズなどの反射防止や、抗菌などに用いられており、製品の機能を高めたり、本体の材料が本来保有する機能とは別の機能を付加でき、私たちの生活をより快適にする材料である。ミスト CVD 法の概略図を図 1.3 に示す。ミスト CVD 法は近年注目されている成膜手法であり、真空環境や、大型な装置、大きなエネルギーを必要とせず、簡単且つ小規模な装置で構成されているため、安全で安価、省エネルギーに機能性薄膜を成膜できる手法である。^(1.35) ミスト CVD 法では、成膜したい材料の前駆体を溶解した溶液をミスト化し、その原料ミストを不活性ガスにより反応炉まで搬送し、成膜したい基材上で熱分解させることで基材への機能性薄膜の成膜を叶えている。



図 1.3 ミスト CVD 法の概要

本研究で用いられているミスト CVD では Fine Channel (FC) 式の反応炉が用いられている。この FC 式反応炉は、高さ 1 mm 程の狭差二平板構造になっており、成膜するときには加熱されたその狭い空間内にミストを流し、熱分解反応を進行させる。この反応炉内において、原料を含むミスト液滴がどのように反応しているのか 3 つの仮説が立てられる。1 つ目は液滴が蒸発する前に基板に付着し、液相下で反応が進行する場合。2 つ目は液滴が完全に蒸発し、気相下で反応が進行する場合。3 つ目は液滴がライデンフロスト状となり気液混相下で反応が進行する場合である。1 つ目の仮説については、反応炉内設定温度が溶媒の沸点（蒸発温度）よりも多少なりとも高ければ発生しないことが判明している。^(1.36) しかし、2 つ目、3 つ目の仮説については反応炉内を飛翔する液滴を直接観測したわけではないため断定に至っていないが、これまでに行われてきた研究からミスト CVD、特に FC 式反応炉を用いるミスト CVD では、単純な気相下での反応だけでは説明できない結果が報告されている。

例えば、過去にミスト CVD 技術を応用したエッチング加工が試みられ、基板温度によって高品質な加工が実現できることが分かった。^(1.38) また、後述する本研究室の先輩らにより

B.S.Gottfried らの提案するライデンフロスト液滴の蒸発時間の式を修正した式を用いて、直径数 μm の微小液滴の蒸発時間を算出したところ、流路長 500 mm では完全蒸発に至らず、流路出口において微小液滴が充分残留していそうなのが判明した。これらの結果を踏まえると、ミスト CVD 法では液滴が基板に直接付着せず、ライデンフロスト状態下となり基板上を転がりながら、液滴から発生した蒸気によって成膜が行われていることが推測された。

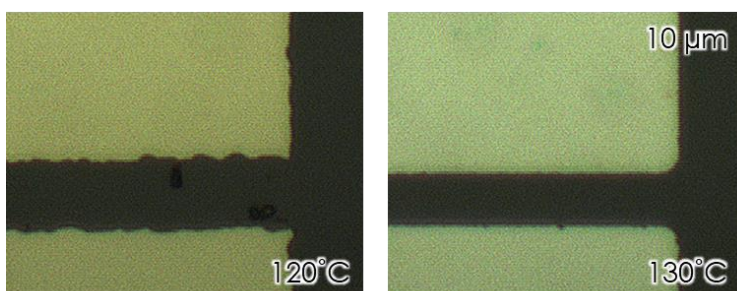


図 1.4 温度によるエッチング加工の変化^(1.38)

また、ミスト CVD は原料の流れ方向などの影響による成膜ムラが少ない特徴がある。ガスを利用する一般的な CVD 法では、原料が上流から下流に移動する際に熱分解反応が進行し、流路内に設置されている基板上に機能性薄膜が成膜される。この時、上流と下流では原料濃度が異なるため、薄膜の形成に偏りが生じ、成膜ムラとなる。もちろん、ミスト CVD 法でも同様に成膜ムラが生じるが、反応炉内に均一な温度場を設けたり、反応律速過程を操作するなどの工夫をすることで均一膜が成膜される。FC 式反応炉にはまさにはそういった工夫が講じられている。ところで、仮に微小液滴であってもライデンフロスト状態になり得ると仮定すると、この FC 式反応炉内ではライデンフロスト状態の微小液滴が基板上を転がり、液滴の周囲に形成された原料蒸気を介して薄膜の形成が進行する。この時、上流から下流にかけてライデンフロスト状態の液滴から一定量の原料供給が行われることにより均一な成膜を実現していると考えられている。

加えて、通常、平板に挟まれた空間内を流体と物体が流れる場合、流体の速度勾配は 2 次元ポアズイユ流れのようになる。この流れの中に物体が存在すると、流体の流れに沿った力が働きその物体は回転する。加えて、マグヌス効果により物体には進行方向に対して垂直な力である揚力が発生する。^(1.37) また、平板間の空間が狭い場合、粘性によって搬送ガスは減速するが、この流れの中に存在する物体は、慣性によって搬送ガスから打ち出されたように進行するため、搬送ガスの相対速度は物体に対して負となり、図 1.5 に示すように、先の説明とは反対方向への揚力が作用する。ミスト CVD の反応炉内でも微小液滴に対してこのような力が働きの基板に対して押し付け効果が期待できる。^(1.35)

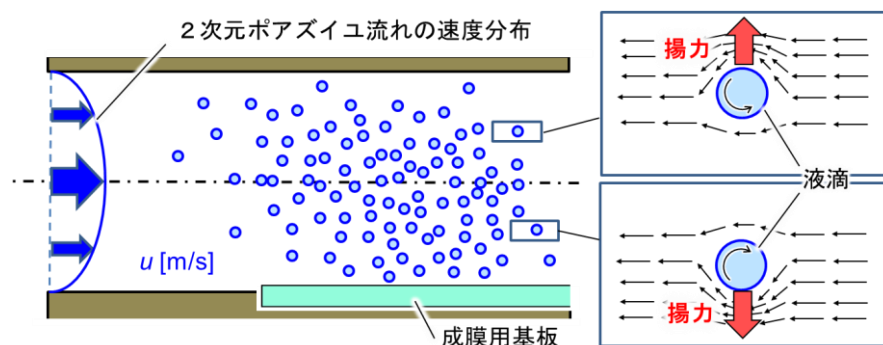


図 1.5 狭差二平板空間内における液滴に作用する揚力

1.4 研究目的

前節で述べたように、ミスト CVD 法において微小液滴がライデンフロスト状態となり成膜が行われていることは、これまでの実験結果などから間接的に証明がなされているが、実際に観測によって証明されたわけではない。また、ライデンフロスト状態における蒸発時間を予測するモデル式が B.S.Gottfried らの研究^(1.10)によって提唱され、本研究室の先行研究^{(1.22),(1.23),(1.25)}によってそのモデル式の再検証や、新たなモデル式の検討がなされてきた。しかし、これまでに提唱されたモデル式は対象としている液滴粒径がミリオーダーであり、マイクロオーダーの液滴に対して、それらのモデル式が成り立つかどうかは明らかになっていない。また、微小液滴の蒸発挙動は、冒頭で述べたように新型コロナウイルス対策として近年注目が高まっている空間中へ噴霧される除菌剤の人体への影響を調査するうえでも詳細に理解しておく必要がある。

この微小液滴の蒸発挙動を観測するためには、特殊な観測装置が必要であり、これまでに本研究室にて観測装置と粒径計測システムの開発が行われてきた。^{(1.21),(1.22),(1.24),(1.27),(1.29)}しかしながら、それらの装置には数多くの問題点があり、定常的かつ正確な観測、計測が困難であった。

そこで、本研究ではマイクロオーダーの微小液滴の高温場における蒸発挙動の解明を目的として、先行研究で開発が進められてきた微小液滴を光学的に直接観測できる特殊な観測装置群の改良と、新たな液滴粒径計測システムの開発を行い、定常的かつ正確な液滴径計測の実現に取り組んだ。

1.5 論文構成

本論文の構成は以下の通りである。

第1章 本研究に至った背景と目的，ライデンフロスト現象とミスト CVD 法について説明を述べた。

第2章 先行研究で開発された観測装置群と粒径計測システムの概要と考察を述べる。

第3章 観測装置の改良の詳細，結果，考察を述べる。

第4章 粒径計測システムの詳細，結果，考察を述べる。

第5章 開発した装置群，粒径計測システムを用いた微小液滴観測実験の結果，考察を述べる。

第6章 本研究で行った内容をまとめ，最終的な研究成果を述べる。

第2章 これまでの微小液滴蒸発挙動の観測と粒径計測

2.1 概要

本研究の対象であるマイクロオーダーの微小液滴は肉眼で観測することは困難である。また、微小液滴は大気中ではたとえ風などの外乱を避けられたとしても空気分子の熱流動により容易に浮遊したり流動して浮き上がってしまい一点に留めることは困難である。特に高温表面上では熱対流を発生するためなおさら制御は困難である。そのため、高温環境下において液滴蒸発挙動を観測するための専用の観測手法を開発する必要があった。そこで、過去に本研究室にて特殊な観測装置群の開発と、装置群で取得した観測データから液滴粒径を計測するシステムの開発が行われた。(1.21)(1.24)(1.27) 本節ではその詳細について述べる。

2.2 第1世代

第1世代として、ミスト CVD 法の FC 式反応炉を模した流路装置を用いた観測装置群が開発された。観測装置群は以下の装置で構成され、各装置は図 2.2.1 のような配置で設置される。

- 流路装置 (Flow system)
- 加熱装置 (Heater)
- 撮影装置 (Camera)
- 光源装置 (Pulse light system)
- 噴霧装置 (Mist generator)
- 光学系 (Lens system)

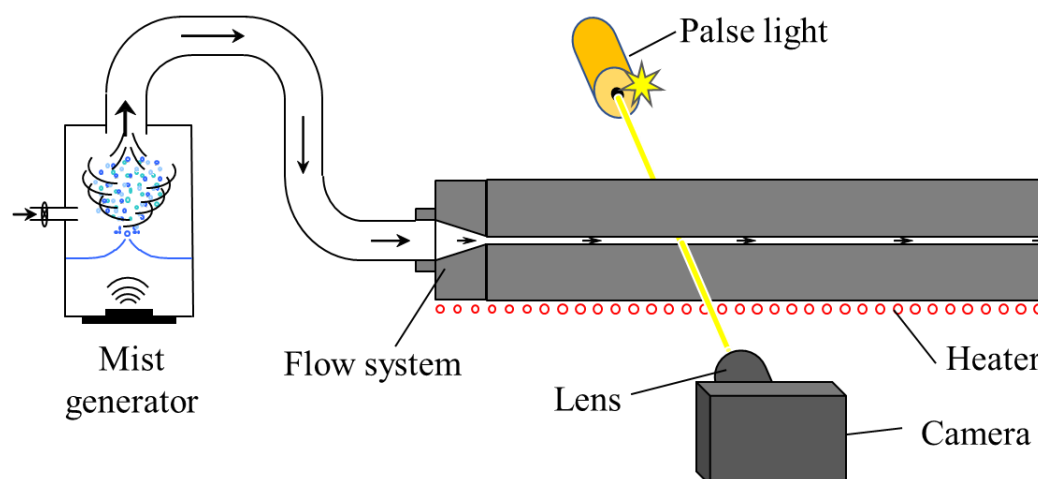


図 2.2.1 各装置群構成図

2.2.1 流路装置

流路装置を図 2.2.2 に示す。アルミニウム合金を石英ガラスによって挟み込む構造によって FC 式反応炉の構造が再現された。流れ場は 1 mm 四方，長さ 451 mm であり，側面の石英ガラスを通して光学観測が可能である。流路装置の断面図を図 2.2.3 に示す。



図 2.2.2 第 1 世代流路装置

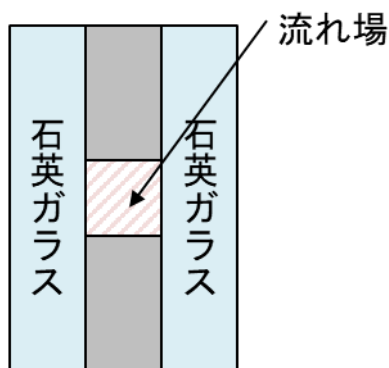


図 2.2.3 第 1 世代流路装置断面図

しかし，当初開発された流路装置は流入口付近でミスト流のリークが見られたため，流入口の接合と流路の圧力損失を考慮して流路幅を 1 mm から 10 mm に変更した。

2.2.2 加熱装置

加熱装置は，流路装置下部に出力 1200 W のカートリッジヒーターを 1 本挿入し，流路装置全体を加熱するように設計された。流路下部に差し込んだ熱電対によって温度を計測し，制御装置を用いてフィードバック制御を行うことで流路内温度を一定に維持した。

2.2.3 撮影装置

撮影装置の構成を表 2.2.1 に示す。また，撮影装置の全体像を図 2.2.4 に示す。ビデオ・マイクロスコープ鏡筒に，顕微鏡用対物レンズと一眼レフカメラ用アダプターを接続し，アダプターを介してミラーレス一眼カメラに接続している。顕微鏡用対物レンズの作動距離は 13.8 mm である。画像の解像度は，横 6000 pixel，縦 4000 pixel であり，この光学系で撮影された画像の横幅は約 250 μm であった。よって，1 pixel は約 41.2 nm に相当する。

表 2.2.1 撮影装置構成

レンズ	:	Nikon 製	CF IC EPI Plan SLWD 50×A
鏡筒	:	メイジテクノ製	VM-1V
カメラアダプター	:	メイジテクノ製	MA150/50
接眼レンズ	:	メイジテクノ製	MA986
マウントアダプター	:	メイジテクノ製	T2-11
カメラ	:	SONY 製	NEX-7

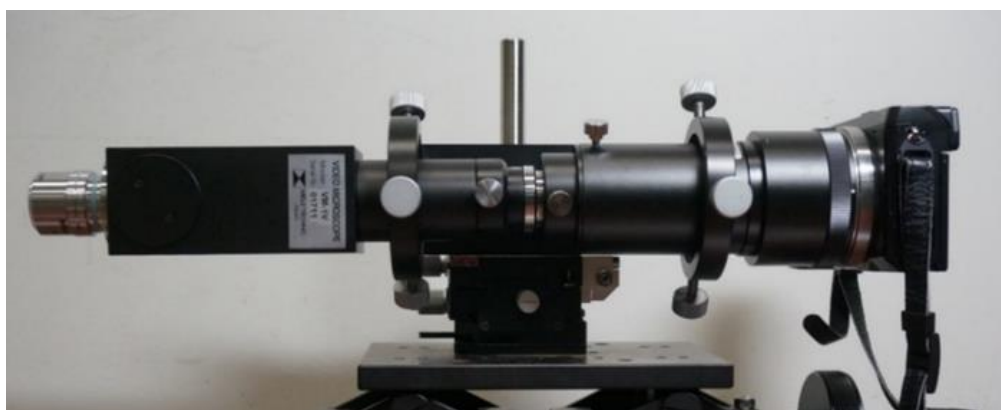


図 2.2.4 撮影装置全体像

2.2.4 光源装置

光源装置は HIGH-SPEED PHOTO-SYSTEM 製 NANOLITE KL-L Flashlamp, 制御装置は同社の NANOLITE DRIVER を使用した. 光源装置を図 2.2.5 に示す. この光源装置は発光時間 22 ns, 発光エネルギー 25 mJ の火花放電を 0~25 Hz の間隔で行うことができる. この特殊光源を用いる理由は, 流路内部を液滴を完全に停止させて撮影を行うためである. 先行研究で用いられたミラーレス一眼カメラにおけるシャッタースピードの最高速度は 1/4000 秒である. 体積流量 2.0 L/min のミスト流を縦横幅が 1 mm の流れ場に導入すると, ミスト流の速度は 33 m/s となり, 約 7 μm の液滴は 1/4000 秒の間に 8.3 mm 移動する. これは液滴 1190 個分となるため, 写真には液滴が線状に写ってしまうため液滴の粒径観測を行うことはできない. この条件では約 7 μm の液滴は 0.2 μs で液滴 1 個分移動するため, これを停止しているように写すためには少なくともその 1/10 の時間, つまり, 数十ナノ秒単位のシャッタースピードが必要となる. そこで, カメラのシャッターは開放した状態 (実験時はシャッタースピード 1 秒に設定) とし, シャッターが開いている間に上述の光源装置を発光させることで, 疑似的に 22 ns のシャッタースピードでの撮影を実現している.

ちなみに, ハイスピードカメラを用いても同様の撮影は可能であるが, 100 Mfps 以上のフレームレートが必要である. 仮にそのようなシステムで撮影を行えば, 1 秒間で 1 億枚以上の画像が取得され, データコストが莫大となるため本研究では使用していない.



図 2.2.5 光源装置

2.2.5 噴霧装置

噴霧装置はミスト CVD 法に用いられている噴霧装置を用いた。噴霧装置を図 2.2.6 に示す。超音波噴霧装置は本多電子製 HM-2412 の超音波振動子を 3 つ搭載しており、発生した超音波振動を噴霧容器内部の溶液へと伝達し微小液滴を発生させる。ミストの発生量は超音波噴霧装置へ印加する電力を調整することで制御できる。

発生した微小液滴を流路内部に送り込むため、コンプレッサーによって圧縮された空気を用いた。圧縮空気は圧力調整弁を備えた流量計で流入量が調整され、噴霧容器上方にある搬送ガス(c.g.)と希釈ガス(d.g.)の 2 つの経路から噴霧容器内部へ流入し、噴霧容器内部で生成されたミストを流路装置へと搬送する。

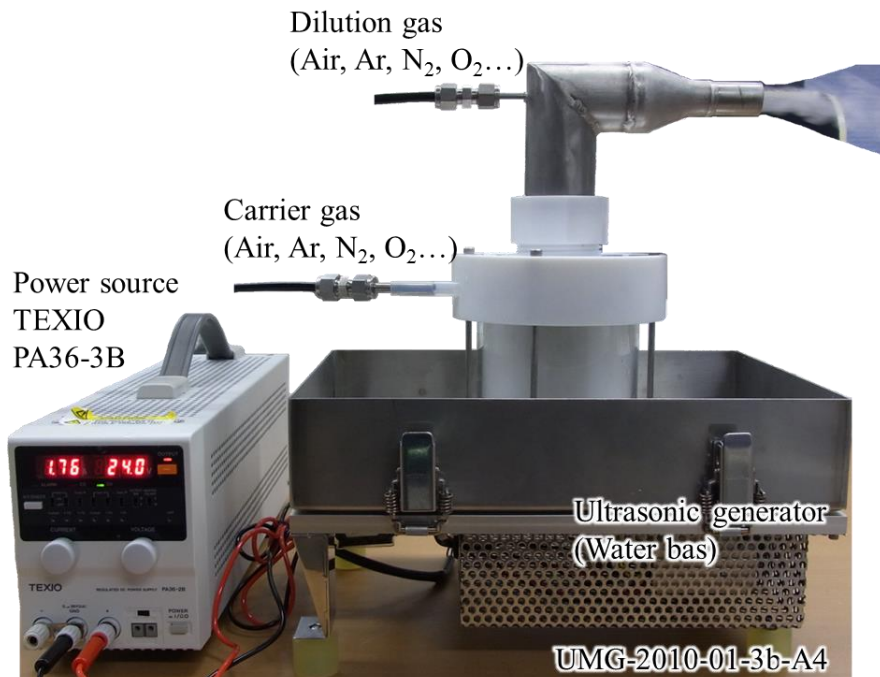


図 2.2.6 噴霧装置

2.2.6 液滴粒径計測

第1世代での微小液滴の粒径計測はレンズ倍率から算出された1 pixel 当たりの長さを用いて、Windows 標準ソフトのペイントソフトを用いて液滴径のピクセル数を取得し粒径計測を行っていた。

2.2.7 第1世代の問題点

先行研究で高温場を流動する微小液滴を観測することに成功したが、以下の点が問題点として挙げられた。

- ① 流路装置の内部環境が定常でない
- ② 観測位置の調整が困難
- ③ 粒径解析の信頼性が低い

1つ目は加熱装置が流路装置下部のみにしか搭載されていないこと、流れ場の完全な密閉ができていないことから、流路装置内部の環境を定常にできていなかった。

2つ目は流路装置が防振台に完全固定できておらず、光軸との直交性を維持できていないこと、さらに流路装置にスライダー機構などがなく、観測位置の調整が困難であった。

3つ目は手動での粒径計測だと誤差が発生してしまい正確且つ効率的な計測が実現できていなかった。もちろん液滴の粒径はばらつきがあるため、数多くの液滴粒径を取得し、統計的な解析を行う必要があるが当時はそこまで研究を進めるには至らなかった。

2.3 第2世代

第2世代では、問題点を改善するため主に流路装置の改良と新たな液滴粒径計測プログラムの開発が行われた。

2.3.1 流路装置

第2世代流路装置を図2.3.1に示す。流れ場の大きさは横幅3mm、高さ1mm、長さ510mmで、流れ場の上下面はアルミニウム合金製の中央支持部品で構成され、両側面は長さ510mm、幅16mm、板厚4mmの石英ガラスによって形成された。石英ガラスのさらに外側部分をアルミニウム合金製の側面プレートで覆い挟み込む構造になっており、先代より熱容量を増やすことで流れ場への熱伝達と熱の保持力を向上させた。また、使用していた顕微鏡用対物レンズの作動距離が13.8mm、流れ場中心部から側面までの距離が15.5mmであったため、装置とレンズの干渉を防ぐために側面プレートの表面に円形のザグリ穴加工を施した。流路装置の断面図を図2.3.2に示す。

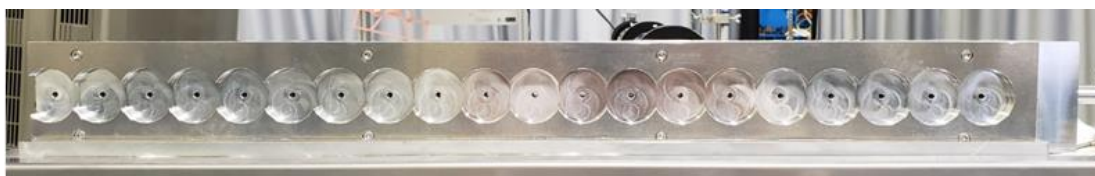


図 2.3.1 第2世代流路装置

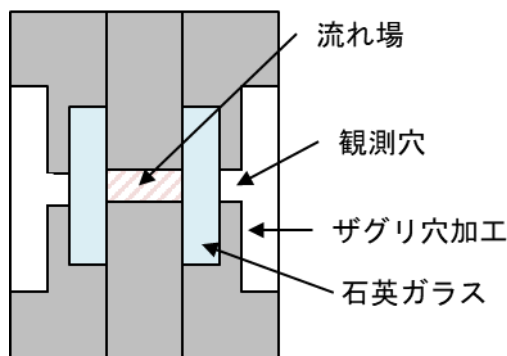


図 2.3.2 第2世代流路装置断面図

内部の石英ガラス板をアルミニウム合金製の側面プレートで保持するため、当初はニトリルゴムを用いて支持がされていたが、ニトリルゴムの耐熱温度が80℃と低く溶け出した。そこで耐熱温度440℃の黒鉛シートを用いたガスケットシートを用いて支持する仕様に変更した。

また、流路装置へミスト流を流入させるための流入口接続部品も開発された。流入口接続部品を図2.3.3に示す。噴霧装置と流路装置間は配置を自由に変更できるようにシリコンチューブを用いて接続している。外径15mm、内径10mmのシリコンチューブから流路装置

内部の横 3 mm，縦 1 mm の流れ場に接続するため，流入口接続部品には外径 10 mm，内径 8 mm の円管と，外径 3 mm，内径 1 mm の円管が加工されている．流路装置内部の流れ場は矩形であるため，流入口接続部品の流出口の形状も流入口内部の流れ場形状に合わせて矩形にするべきであるが，当時は円管から矩形への変則的な切削加工に対応して頂ける業者を見つけることができず，あきらめざるを得なかった．



図 2.3.3 第 2 世代流入口接続部品

流入口接続部品の流路は，当初は切削で容易に加工することが可能な形状である 8 mm 径から 1 mm 径の階段状になっておりミスト流が流入しにくい構造になっていた．その後，レーザー加工によって 8 mm 径から 1 mm 径へ円錐状に繋がる流入口接続部品が開発された．図 2.3.4 に円錐型流入口接続部品の図面を示す．

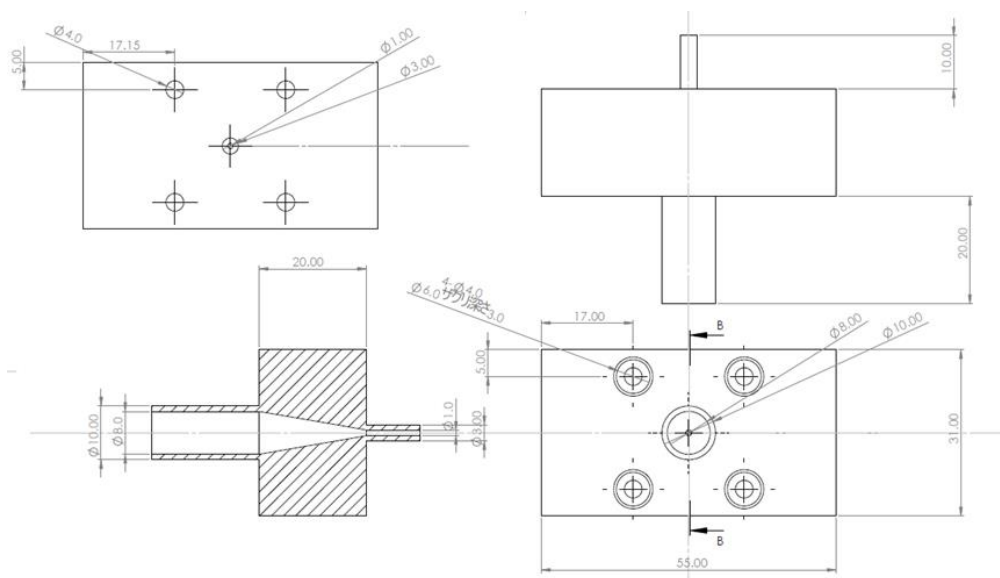


図 2.3.4 第 2 世代円錐型流入口接続部品図面

2.3.2 流路装置の平行設置

第 1 世代の観測装置群は多くの光学系部品が完全固定できておらず光軸がずれていた。これを微調整するため、新たに光学系を固定する部品を導入した。光学系固定部品の全体図を図 2.3.5 に示す。光学系部品は同軸上に固定する必要があるため、光学ベンチ (シグマ光機製 OBT-1500LH) を用いて設置した。光源装置の光を伝播する凹レンズと凸レンズ、撮影装置、光源装置をそれぞれ保持するため、それぞれ XY 軸調整ステージ (シグマ光機製 TADC-602WS)、回転ステージ (シグマ光機製 KSP-606MR)、ヘリコイド Z ステージ (シグマ光機製 HCS-H) の 3 種類の部品で構成される固定治具で光学ベンチに固定する。また、光源装置と撮影装置は固定治具上にレーザーestand (シグマ光機製 LAH-1T) を用いて設置した。

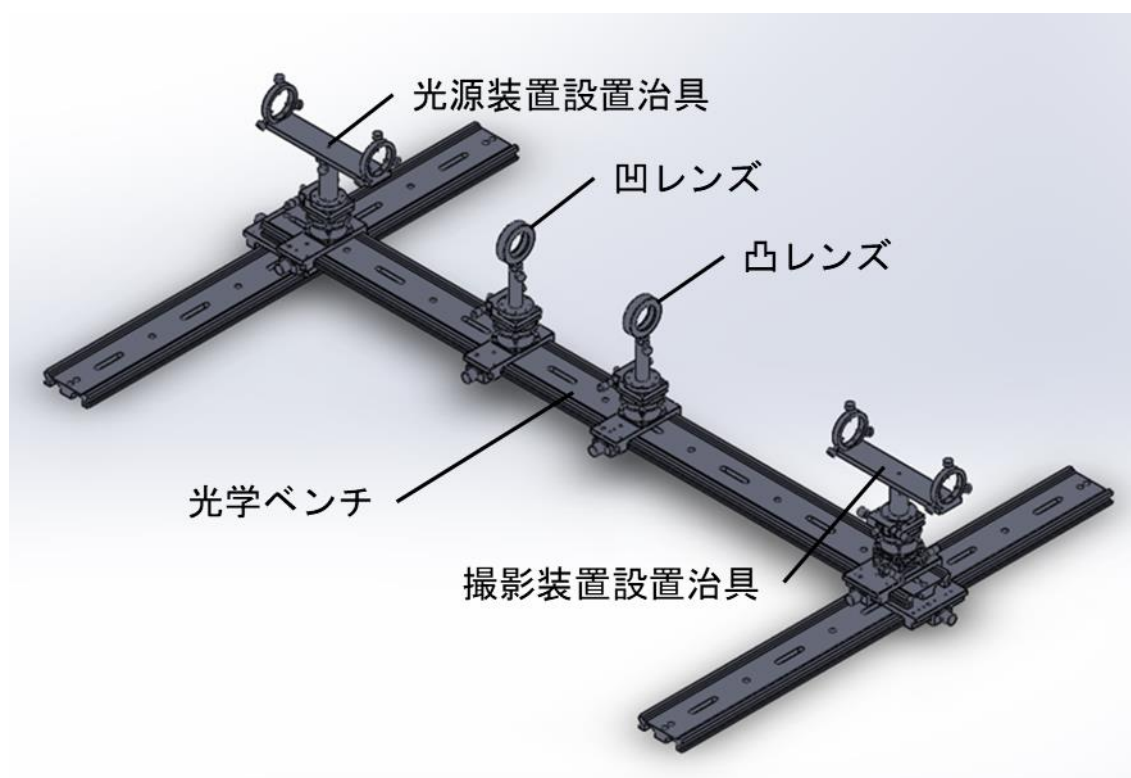


図 2.3.5 光学系固定部品 全体図

また、流路装置の平行設置と観測位置の変更を簡易化するため、X軸手動スライドステージを導入した。また、流路装置とステージの間を接続するためスペーサーを製作した。これにより、観測位置の変更時に毎回行っていた光軸の微調整が簡易になり、実験の効率化に繋がった。手動スライドステージの全体像を図 2.3.6 に示す。



図 2.3.6 X 軸手動スライドステージ

2.3.3 噴霧器の変更

流路装置へのガス供給流量を増加したところ、第 1 世代で用いられてきた噴霧器では圧力に耐えられずミストのリークが見られた。そこで噴霧器を変更した。新たに導入した噴霧器は基本構造は変わらず、上部の蓋部分と本体をボルトによって固定できる構造であり、ミストのリークを防いだ。変更後の噴霧器を図 2.3.7 に示す。



図 2.3.7 新たな噴霧器

2.3.4 液滴粒径計測プログラム

粒径計測プログラムは、先行研究にて手動で行っていた液滴粒径の計測を自動で計測することのできるプログラムであり、計測作業の効率化、大量の液滴粒径の計測処理を実現させた。初めに開発された液滴粒径計測プログラムのフローを図 2.3.8 に示す。プログラミング言語は MATLAB が用いられていた。観測装置で取得した画像を二値化し、液滴径を認識しやすくするためにノイズ除去を施した後、液滴径を計測する。

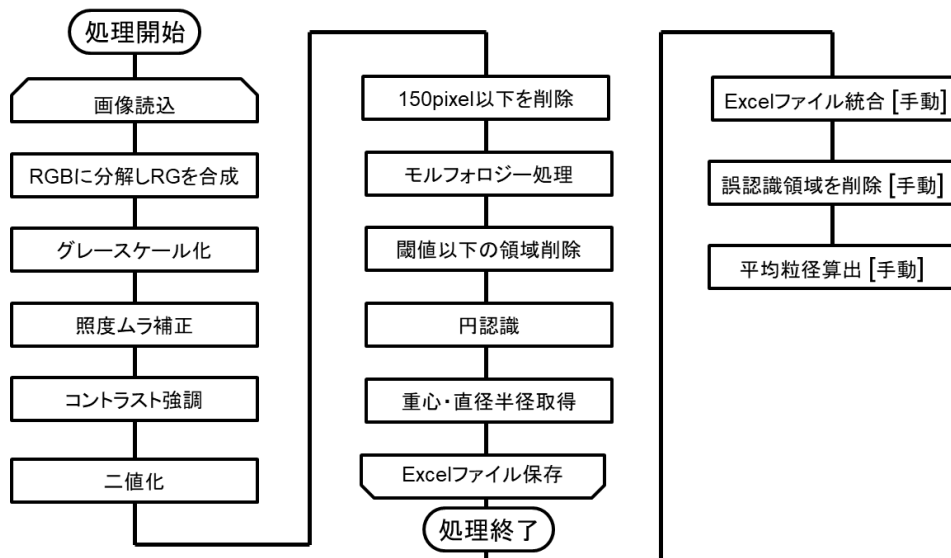


図 2.3.8 MATLAB 版液滴径計測プログラムフロー

MATLAB で開発されたプログラムはノイズやゴミの除去のために $4.06 \mu\text{m}$ 以下の領域は削除していたため、全ての液滴を認識できていなかった。また、光源装置が要因である照度の不安定さによって、液滴の認識精度が低かった。これを改善するべく、背景差分法と照度安定化を組み込んだ新たな液滴径計測プログラムが開発された。プログラミング言語は、汎用性を考慮し Python が用いられた。開発された液滴径計測プログラムのフローを図 2.3.9 に示す。

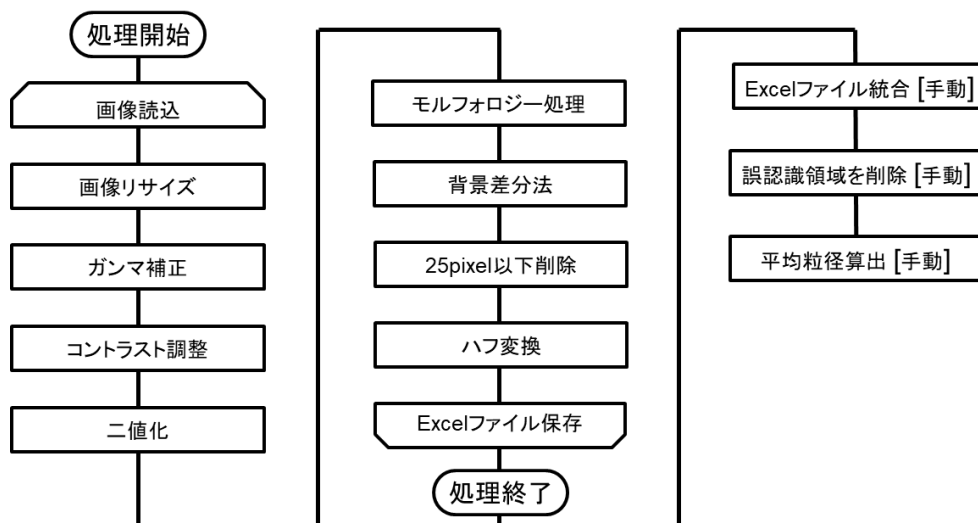


図 2.3.9 Python 版液滴径計測プログラムフロー

2.3.5 第2世代の問題点

装置の仕様を見直し、微小液滴の観測を先代よりも正確、簡便且つ効率的に調整できるようにしつつ、液滴粒径計測の自動化を行い、装置構造とプログラムの両面から改善した第2世代であったが、以下の項目が問題点として挙げられた。

- ① 液滴観測可能位置、および温度条件が限定的
- ② 液滴観測個数が少ない
- ③ 液滴径計測プログラムの精度が低い

1つ目として、液滴観測可能条件の範囲が限定される点である。改良された流路装置で統計的な解析に必要な量の液滴を計測できたのは、100℃の場合上流地点から300mmまで、200℃の場合上流地点から250mmまでであった。流路装置の全長は550mmあり、流路長を有効に使えていない。また、加熱装置に用いているヒーターの出力不足により200℃までの実験しか行えていなかった。流路形状や流入口接続部品で生じる流れの損失を生じさせないよう観測装置全体の流路の設計を見直す必要があった。今後、様々な条件下での微小液滴の蒸発挙動を解析していくためにも200℃以上の実験が必要であるため、ヒーターの出力向上が必要であった。

2つ目として、液滴の観測個数が少ない点である。使用している顕微鏡用対物レンズの被写界深度は1.36μmであり、非常に狭い範囲の液滴しか捉えられない。また、撮影自体は写真を手動で撮影しており、統計的に解析するためには多大な時間と労力が必要である。統計的に蒸発挙動を解析していくにはより効率よく大量の液滴画像を取得する術が必要であり、自動化が有用である。

3つ目として、液滴径計測プログラムの精度が低い点である。当時用いていた被写界深度が浅いレンズでは今回対象としているミスト液滴の平均粒径が7μmであることから、ほとんどすべての液滴がボケてしまう。(p27 図 3.5.1 参照) そのため、自動解析プログラムを作成したにもかかわらずプログラムはピントの合っていない、所謂ボケた液滴を認識してしまうことで液滴粒径の正確性を確保できていなかった。また、Pythonで作成されたプログラムでもノイズ除去のために液滴直径2.9μm以下に相当する領域を誤計測しないように削除していた。この仕様では蒸発して粒径が小さくなった液滴を計測できていない可能性があり、正確な計測ができているとは言えなかった。

第 3 章 微小液滴観測装置の改良

3.1 概要

本研究では、前章にて第 1 世代、第 2 世代観測装置で挙げられた問題点の改善に取り組み、流路装置、加熱装置、撮影装置について開発、導入を行った。本章にてそれらの詳細について述べる。本研究で開発した観測装置の全体像を図 3.1.1 に示す。新たに開発した観測装置群には超純水以外の溶媒での実験を可能にするべく排気口を接続した。この詳細については梶亮介の高知工科大学学士論文^(3.1)に記載する。

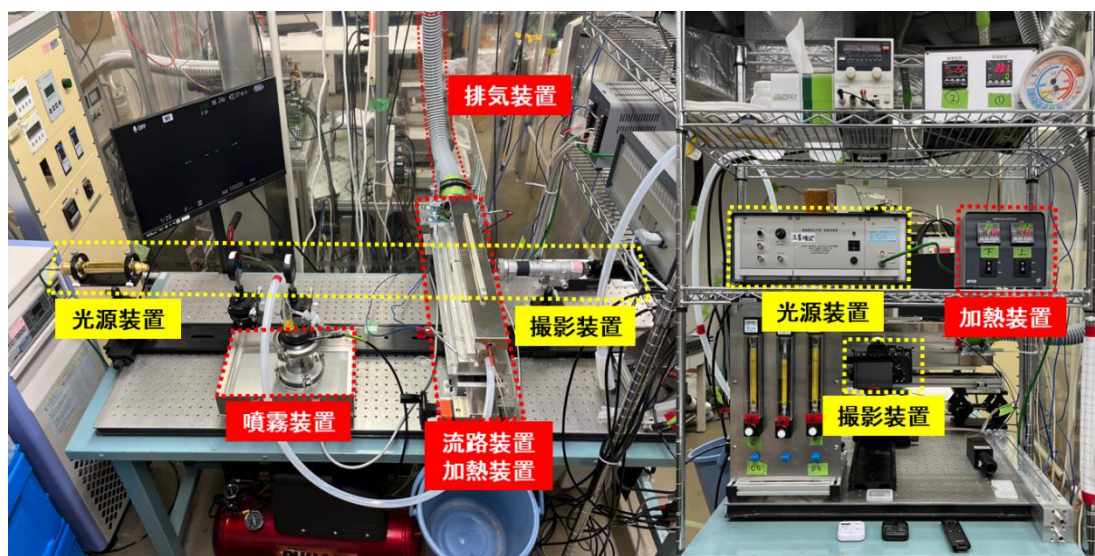


図 3.1.1 観測装置全体像

3.2 流路装置の改良

流路装置について、液滴の全観測域における定常的な観測を実現するべく、基本構造は第2世代を踏襲しつつ、主に流れ場の横幅について改良を行った。

3.2.1 流路装置 I (流れ場幅 1 mm 仕様)の開発

第2世代では、流路装置の中流域以降では液滴の観測が困難であった。その原因として、下流域に行くにつれて微小液滴は蒸発し数が少なくなると共に、流れ場幅が 3 mm、先行研究で用いていたレンズの被写界深度が $1.36\ \mu\text{m}$ であることを踏まえると、液滴が流れ場空間内に拡散するにしたがって、液滴を観測すること自体が困難になると考えられた。そこで、流れ場の横幅を狭くすることで液滴密度の向上を図った。流れ場の横幅を 3 mm から 1 mm に変更した新たな流路装置を開発した。開発した流路装置Iの全体像を図 3.2.1 に示す。

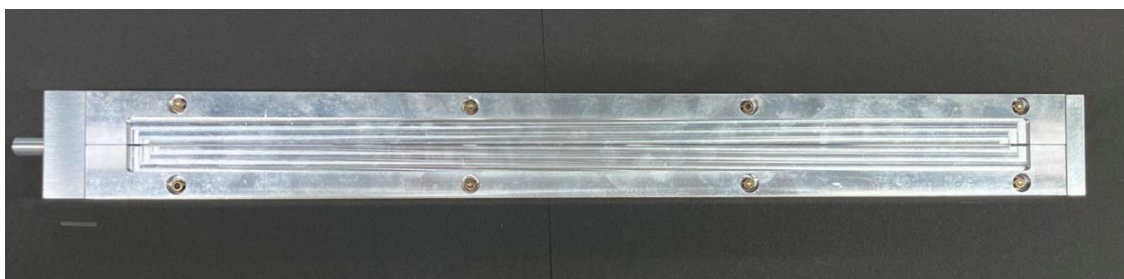


図 3.2.1 流路装置 I の全体像

本観測装置の流れ場は 1 mm 四方であり、両側面を長さ 510 mm、幅 16 mm、板厚 4 mm の石英ガラス、上下面をアルミニウム合金製の中央支持部品によって囲むような構成としている。流路幅を 1 mm に変更するため、中央支持部品の板厚と側面プレートの板厚を変更した。また、後述する観測窓を製作するために側面プレートが上下分割構造となったため、部品同士を接続し固定するための接続固定部品も開発した。中央支持部品、側面プレート、接続固定部品のそれぞれの図面を図 3.2.2、図 3.2.3 に示す。また、流路装置の断面図を図 3.2.5 に示す。

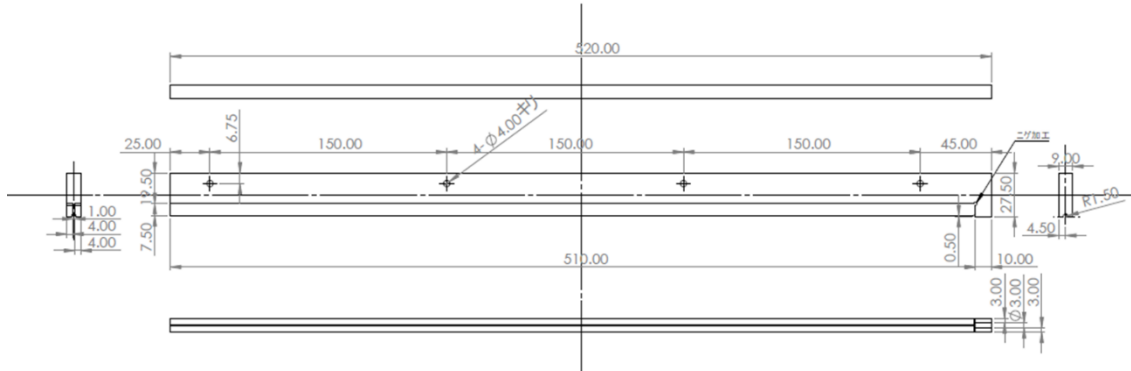


図 3.2.2 流路装置 I の中央支持部品図面

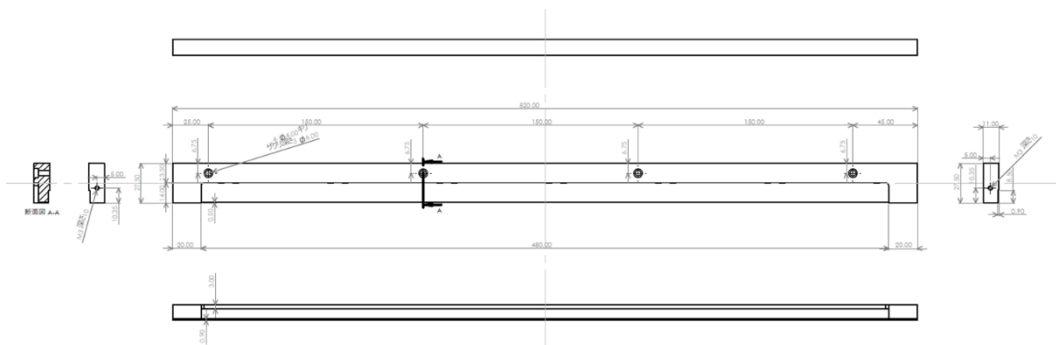


図 3.2.3 流路装置 I の側面プレート図面

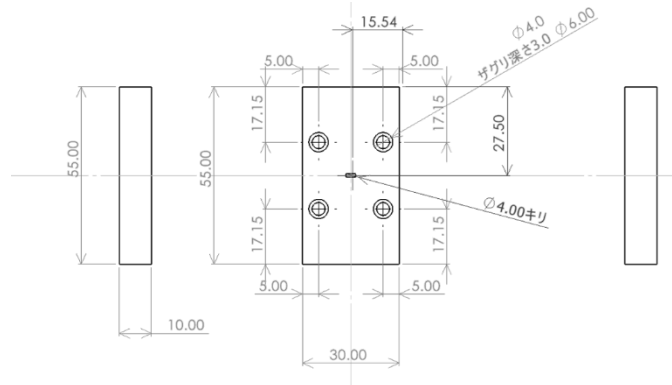


図 3.2.4 流路装置 I の接続固定部品図面

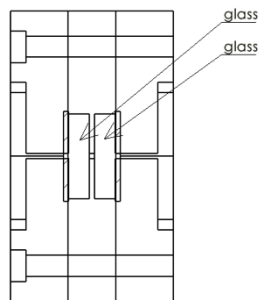


図 3.2.5 流路装置 I の断面図

石英ガラスの支持には第 2 世代後期から用いられているカーボンシートによるガスケット方式を採用した。カーボンシートは熱伝導性に優れており東洋炭素社製の可撓性カーボンシート PF-100 を選定した。このカーボンシートの酸化開始温度は 440 °C である。カーボンシートの図面と全体像をそれぞれ図 3.2.6, 図 3.2.7 に示す。カーボンシートは石英ガラスと後述する側面プレートの上に挟まるように設置される。カーボンシートの厚みは 1 mm であり、側面プレートの窪みは 0.9 mm であるため、0.1 mm の圧縮余地を持つことで石英ガラスの安定した支持と高い熱伝達を両立している。

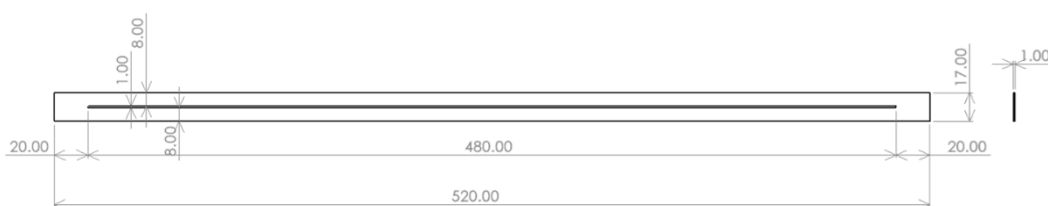


図 3.2.6 カーボンシート図面

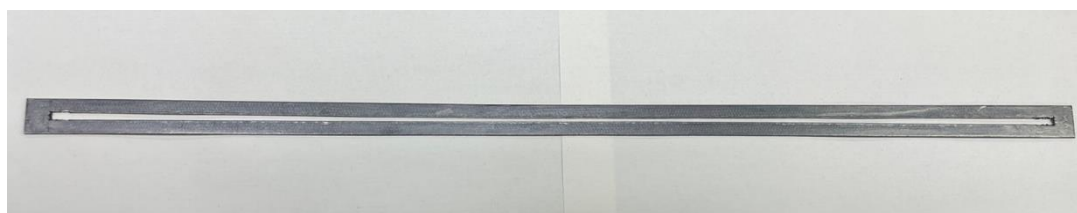


図 3.2.7 カーボンシート全体像

第 2 世代の観測装置では 25 mm 間隔に観測窓が設けられていたが、今回開発した新たな装置では横一直線に観測窓を設けた。従来は熱伝導性や熱容量をできるだけ大きくするため観測窓を小さくするように心がけた設計となっていたが、今回は観測位置の選択の利便性の獲得に努めた。本設計変更により、大気と石英ガラスの接触面積が増大するが、熱伝導性の高いカーボンシートを使用することにより、熱容量の確保を叶えた。第 2 世代流路装置で用いていた石英ガラスは破損していたため、第 2 世代流路装置と同形状である長さ 510 mm, 幅 16 mm, 厚さ 4 mm の石英ガラスを用意した。また、流入口接続部品は第 2 世代で使用した円錐型流入口接続部品を流用した。今回開発した流路装置Iを用いた実験は第 5 章に記述する。

3.2.2 流路装置Ⅱ(流れ場幅 5 mm 仕様)の開発

前節で述べた流れ場幅 1 mm 仕様の流路装置Ⅰでは、5.4 節に記すように流れ場内の温度が思うように昇温しなかったため、流れ場幅 5 mm 仕様の新たな流路装置Ⅱを設計した。先行研究では、レンズの作動距離によって流路幅を拡大することが不可能であったが、先行研究で用いていたレンズと比べ作動距離が非常に大きいマイクロスコープレンズ(3.5.1 節で記載)を採用したため、流れ場幅 5 mm 仕様の流路装置の製作が実現できた。流路装置Ⅱの全体像、中央支持部品図面、側面プレート、接続固定部品の図面をそれぞれ図 3.2.8, 図 3.2.9, 図 3.2.10, 図 3.2.11 に示す。中央支持部品の流路面の幅を拡大させたため、側面プレートの幅を縮小させた。接続固定部品については中央の排気穴の径を変更した。また、流路装置Ⅱでは側面プレートの外側部分の切削を行っていない。第 2 世代ではレンズの作動距離の関係で切削加工を行っていたため、流路装置Ⅰもそれに倣っていたが、流路装置Ⅱでは 3.5 節にて後述するマイクロスコープ用レンズしか用いないため、コスト削減も兼ねて無加工とした。ガラス支持に用いるカーボンシートは流路装置Ⅰのものを流用した。



図 3.2.8 流路装置Ⅱの全体像

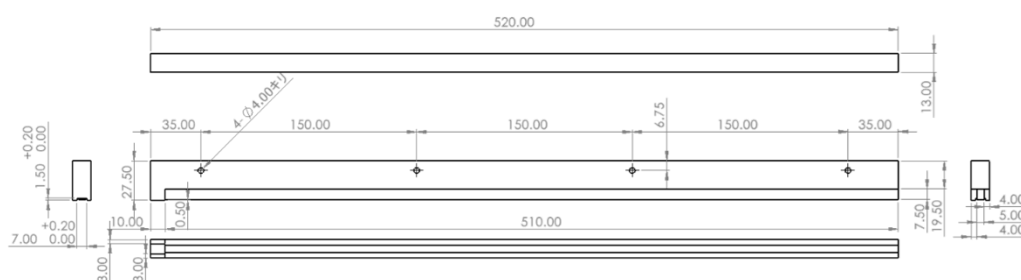


図 3.2.9 流路装置Ⅱの中央支持部品図面

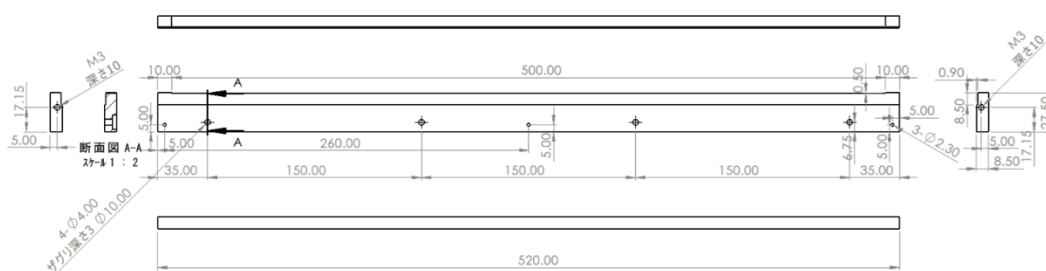


図 3.2.10 流路装置Ⅱの側面プレート図面

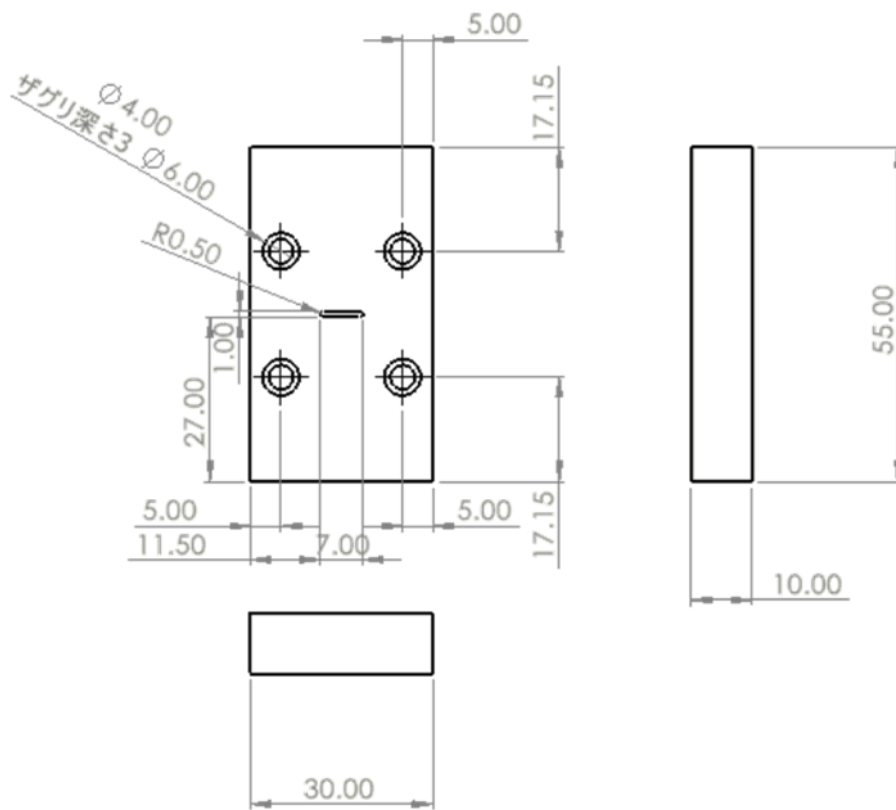


図 3.2.11 流路装置Ⅱの接続固定部品図面

3.3 流入口接続部品の開発

流路装置Ⅱでは、第2世代と流路装置Ⅰで用いた流入口接続部品(図2.3.3)ではなく、新たな流入口接続部品を開発した。新たな流入口接続部品は、流路装置側の接続口の空洞部分が幅5mm、高さ1mmの矩形になる形状に加工した。矩形版流入口接続部品の全体像、図面をそれぞれ図3.3.1、図3.3.2に示す。円管から矩形に滑らかに加工するには既存の切削加工では不可能であったが、金属3Dプリンターを用いることで実現した。

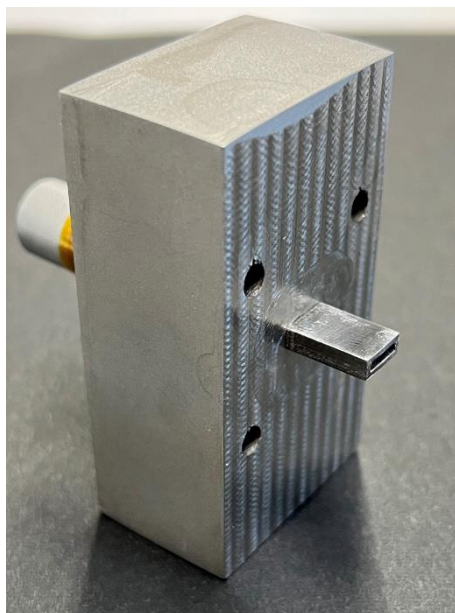


図 3.3.1 矩形版流入口接続部品全体像

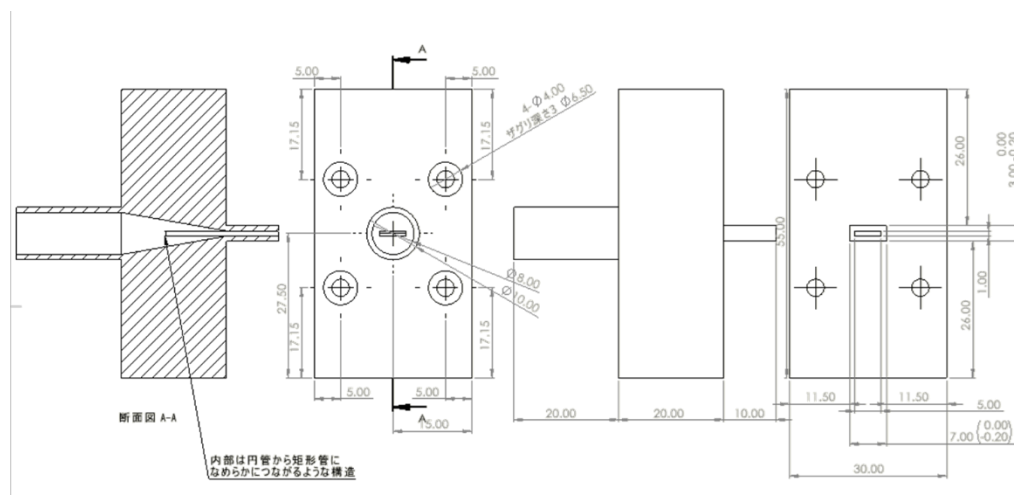


図 3.3.2 矩形版流入口接続部品図面

3.4 加熱装置

第2世代までのカートリッジヒーターは流路装置下部のみに設置されていた。しかし、これでは流路装置の上面側と下面側での温度差が生じ、流れ場内も一定温度に保持できていない可能性があった。そこで、流路装置上部にカートリッジヒーターを設置するための加熱装置を新たに製作した。加熱装置の全体像を図3.4.1に示す。カートリッジヒーターは1700 Wを2本使用し、これによりヒーターの最高温度350 °Cを実現した。ヒーター制御装置はミスミ製MTCDを用いた。ヒーターは流路装置に熱電対を挿し込み、指定した温度となるようフィードバック制御されている。ヒーター制御装置を図3.4.2に示す。

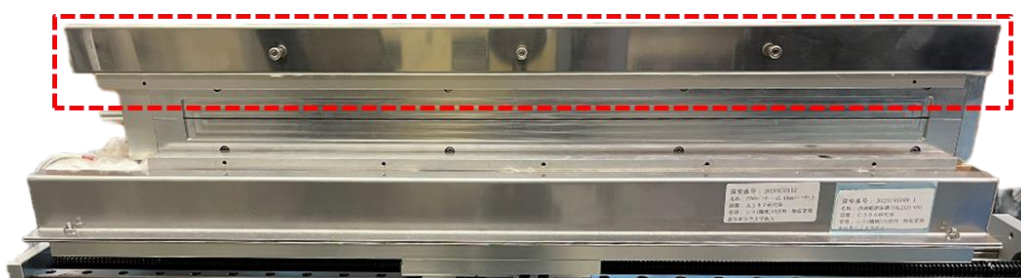


図 3.4.1 加熱装置全体像



図 3.4.2 ヒーター制御装置

3.5 撮影装置

第2世代では撮影装置として顕微鏡用対物レンズを用いていたことにより，被写界深度が $1.36\ \mu\text{m}$ と非常に浅かった．これではほとんどの液滴が被写界深度内を通過することがなく，ピントが合致した状態で撮影されない．流れ場と被写界深度の関係を示す概要図を図3.5.1に示す．また，第2章で述べたように，先行研究では手動でシャッターを押し写真を1枚1枚撮影して液滴の観測を行っており，非常に時間がかかっていた．2.2.4節で述べたように，撮影は1秒間シャッターを開き，その間に光源装置を発光させる手法を取っている．しかも撮影後には読込処理に約1秒かかる．そのため，1分間で約30枚の撮影が限界であった．液滴粒径計測や蒸発挙動の解析には統計的なデータ処理を行う必要がある．よって，撮影画像は数百～数千枚，液滴個数は数万個程度が必要であり，当時の撮影方法では効率が悪く，改善が必要であった．これらの問題を解決するために撮影装置，撮影手法の変更を行った．本節ではその詳細について述べる．

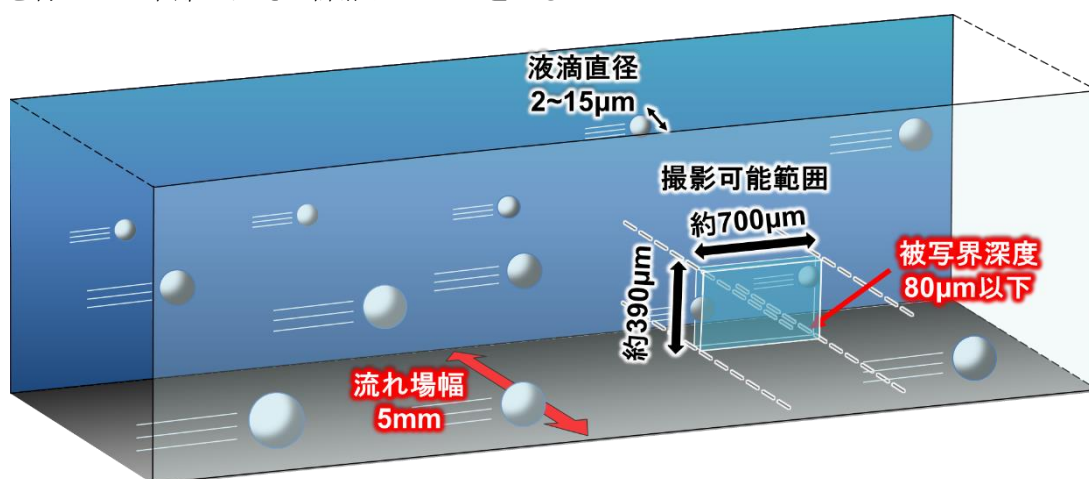


図 3.5.1 流れ場内を飛翔する液滴および流れ場と被写界深度の関係

3.5.1 レンズの変更

第2世代まで使用していた Nikon 製 CF IC EPI Plan SLWD 50×A は顕微鏡用対物レンズの中でも被写界深度が深いタイプのレンズであったが，超音波噴霧により生成したミスト液滴を観測するにはそれ以上の被写界深度が必要であり，レンズ種別から変更することを検討した．そこで，顕微鏡用対物レンズに比べて被写界深度が深く，ピントの合致した液滴を数多く捉えることが期待されるマイクロスコープ用レンズの Hirox 製 CX-5040SZ を導入した．このレンズは作動距離 63 mm，倍率 50~400×，被写界深度 2.7~0.08 mm である．CX-5040SZ はレンズマウントの規格が顕微鏡で幅広く用いられている C マウントであるため，カメラに接続するためのアダプターは第2世代で用いていた一眼レフカメラ用アダプター（メイジテクノ製 MA150/50），マウントアダプターリング（メイジテクノ製 T2-11）を流用した．レンズをこれらのアダプターでカメラに接続した全体像を図 3.5.2 に示す．



図 3.5.2 撮影装置全体像

尚、これらのアダプター構成をそのまま流用した結果、マイクロスコップレンズの最高倍率を用いても第 2 世代撮影装置の画角よりも広く撮影されることが判明した。倍率が低いとより広い範囲が撮影でき多くの液滴を撮影できるようになるが、液滴に対する解像度が下がるため正確な液滴径の算出が困難になることが予想される。そこで、マウントアダプターリング内に挿入されている写直接眼レンズの倍率を 1.9 倍から 5 倍(メイジテクノ製 MA508)へと倍率を上げることで解像度を保つようにした。写直接眼レンズを図 3.5.3 に示す。また、第 2 世代撮影装置、流路装置 I、写直接眼レンズ 1.9 倍、5 倍を用いて c.g./d.g. = 2.0 / 0.0、観測位置 100 mm、実験温度 100 °C で撮影した液滴画像を図 3.5.4 に示す。



図 3.5.3 写直接眼レンズ (左 : ×1.5, 右 : ×5)

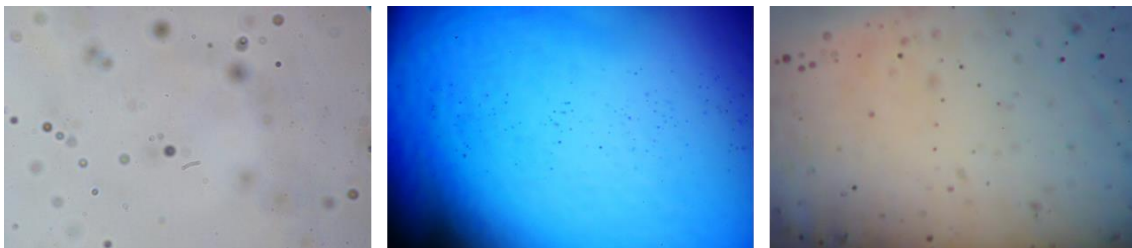


図 3.5.4 撮影範囲の変化 (左 : 第 2 世代, 中 : MS×1.5, 右 : MS×5)

また、上述した光学系にて実験を行ったところ、解像度不足が確認されたため、マイクロスコープレンズの後端に倍率 2 倍のエクステンダーレンズを装着した。解像度不足については 5.8 節で述べる。エクステンダーレンズを図 3.5.5 に示す。



図 3.5.5 エクステンダーレンズ

また、レンズ形状が変化したことにより、今まで防振台へ固定するために使用していた丸形レーザーホルダー(シグマ光機製 LAH-1T)では固定することができなくなった。丸形レーザーホルダーを図 3.5.6 に示す。そこで、CX-5040Z のインチねじ穴にロッド(シグマ光機製 ROU-12-60)を差し込み、ロッドを既存の XY0 ステージ (シグマ光機製 KSP-606MR) に差し込むことでレンズを固定した。ロッドの図面、XY0 ステージをそれぞれ図 3.5.7, 図 3.5.8 に示す。



図 3.5.6 丸形レーザーホルダー

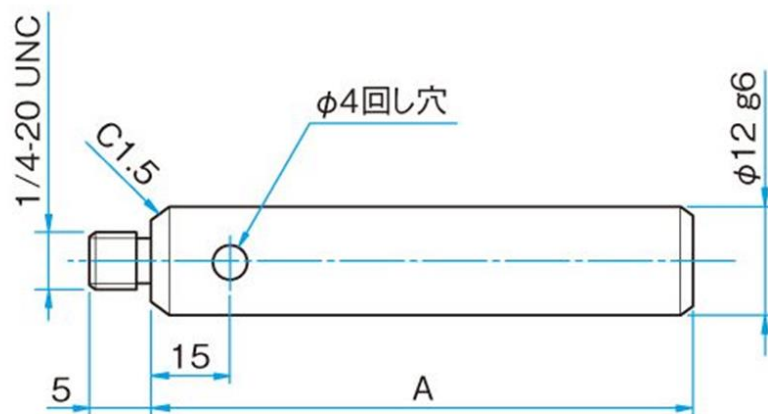


図 3.5.7 ロッド図面

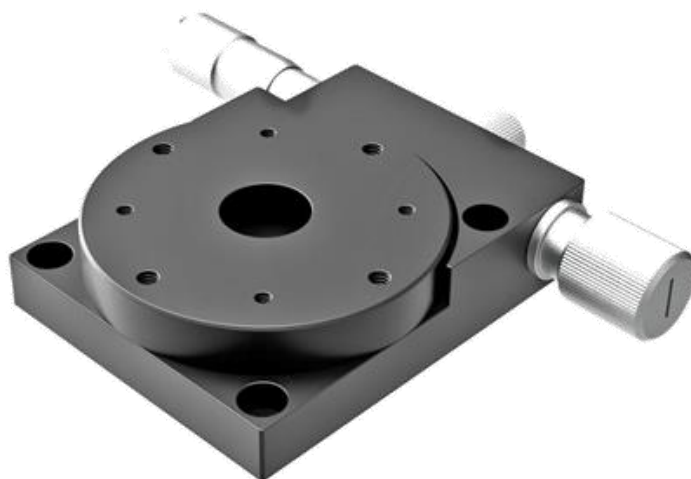


図 3.5.8 XYθ ステージ

3.5.2 カメラの変更

第2世代まで用いられていた撮影装置(SONY NEX-7)で撮影される画像は横 6000 pixel, 縦 4000 pixel であり, 手動でシャッターを押し写真を1枚1枚撮影し液滴の観測を行っていた. しかし, 先述したようにこの方法では1分間に最大で30枚の画像の取得が限界であり, 観測位置や温度, 流量, 液種などの様々な条件で統計的な観測を行うには時間的な制約が懸念された. そこで, 動画を用いた液滴画像取得技術の開発に取り組んだ.

液滴粒径の解析を行う際, 1 pixel 当たりの長さから液滴径を算出するため解像度は重要な項目である. 動画で観測データを取り扱う際も写真と同様の解像度を保つ必要がある. ちなみに横 6000 pixel は動画では 6K 動画に相当する. 先行研究の時点では 6K 相当を撮影できるコンシューマー向けカメラが存在していなかったため, 動画での取得を実現できていた. 8K 相当を撮影できるカメラは 2020 年 7 月に発売された Canon EOS R5 を皮切りに SONY α 1(2021.3 発売), Canon EOS R3 (2021.11 発売) などが発売されていた. しかし, 本研究での導入を検討し始めた時期は半導体不足によりどの機種も納期が未定であったが, 偶然にして, 8K 相当を撮影できる SONY 製 α 7RV (ILCE-7RM5) が 2022 年 11 月 25 日に発売されたため本研究にて導入することとした. また, 撮影する際にシャッターボタンを直接押すとブレなどの影響を及ぼすため, ワイヤレスリモコン(SONY RMT-P1BT)も導入した. 導入したカメラとリモコンの全体像を図 3.5.5 に示す.



図 3.5.5 SONY α 7RV (左)、RMT-P1BT (右)

24 fps で動画撮影する場合, 1分間に 1440 枚の画像を取得でき, 撮影効率は先行研究比で約 50 倍向上する.

また, α 7R5 はフルサイズセンサー搭載機種であり, 先行研究で用いられてきた NEX-7 は APS-C センサー搭載機種であるためセンサーサイズが異なる. フルサイズセンサーは横幅 35.7 mm, 縦幅 23.8 mm, APS-C センサーは横幅 23.5 mm, 縦幅 15.6 mm である. センサーサイズが大きくなることにより, 像に対する解像度の低下が考えられたが, α 7R5 の動画での有効画素数は横 7680 pixel, 縦 4320 pixel の約 3318 万画素であり, 画素ピッチは計算上横 3.75 μ m, 縦 3.75 μ m である. NEX-7 の写真での有効画素数は横 6000 pixel, 縦 4000 pixel の約 2400 万画素であり, 画素ピッチは計算上横 3.92 μ m, 縦 3.9 μ m である. α 7R5 の画素ピッチの方が NEX-7 より若干小さいため, 解像度に関してさほど影響がないことが確認された.

また、センサーサイズの変化により倍率の低下も予想されたため、実際に実験を行い調整を行った。倍率の検証実験とこれらの装置を用いた液滴観測実験の詳細については第 5 章にて記述する。

3.6 本観測装置群の課題

本研究では先行研究で確認された様々な問題点の解決に取り組んだ。本節にて今後必要な改善点をまとめる。

- ① 流路装置内部の石英ガラスの破損
- ② 流入口部品の加工精度
- ③ メンテナンス性
- ④ 撮影装置の分解能不足
- ⑤ 後部出口流の温度計測用治具の開発
- ⑥ 流路装置と光軸の完全な直交設置

まず 1 つ目は流路装置内部に用いている石英ガラスの破損がみられた点である。これは石英ガラスの外側側面は黒鉛のガスケットシートをアルミ合金との間に挟んでいるが、その他の面についてはアルミ合金と直接接しており、流路装置を組み立てる際に用いるボルトねじによる締め付け動作などで一部分が強く締めこまれたり、流路装置を移動する際に生じる衝撃などにより、石英ガラスが破損してしまっただのではないかと想定される。これを改善するには、石英ガラスの内側側面の部分にも黒鉛のガスケットシートを挟み込むような構造であったり、石英ガラスを一回り小さくするなどして、ガラスとアルミ合金が直接接する部分を無くす、あるいは組み立て時に石英ガラスにかかる圧力を減らすなどの対策を講じる必要がある。

2 つ目は円管から矩形形状になめらかに繋がる構造を有する流入口接続部品の加工精度である。本研究で開発した流入口接続部品の内部形状は通常の機械加工では加工が困難であったため、金属 3D プリンターを用いて加工を行った。しかし、金属 3D プリンターは造形後に加熱処理が必要であり、作製方法によってはこの加熱処理時に歪みなどが発生することがある。今回製作を依頼した業者はこの歪みをうまく制御ができず、結果として部品の加工精度が低くなってしまい、納品された流入口接続部品は、流路装置に差し込む部分の矩形管と流入口接続部品の側面との垂直度が確保できておらず、また矩形部分の四隅などが歪んでいた。問題のある矩形部分を図 3.6.1 に示す。最終的には金属 3D プリンターで少し大きめに造形し、後に切削加工を行うことで歪みなどをできる限り除去するなどをしていただいたが、完全な精度を持つ部品の製作には至らなかった。今後は、高い加工精度で流入口部品を製作できる業者に依頼するなどの検討が必要である。

3 つ目は、流路装置のメンテナンス性の悪さである。本研究で開発した装置は先行研究までに開発された装置と基本構造は同様であるが、高さ 1 mm の観測窓を設けるために上下に 2 分割する構造となった。これにより、流路装置の組み立てに時間を要するようになってしまった。また、ガスケットシートも単純に石英ガラスと側面プレートの間挟んで固定されているだけであり、中央に観測窓と同形状の穴が一直線に空いていることから組立の際に

ずれてしまうことで観測窓をふさいでしまい、その調整に非常に時間を取られてしまった。そのため、簡単に装置の分解、組立を行うことが難しく、実験によってガラス壁面が汚れてしまった際、こまめなメンテナンスが困難であった。そこで、将来的にはメンテナンス性を考慮した流路装置を設計する必要がある。特に今後は超純水以外の溶液で実験する予定もあり、実験毎に流路装置の洗浄を行うか、液種毎に観測装置を用意する必要がある。考えられる装置の構成として、現在の装置は流路装置の各部品によって流れ場を構成しているが、例えば、流路装置と流れ場を別部品として設計し、流れ場部品を流路装置内部に組み込むような形が考えられる。流路装置は開口でき、容易に流れ場部品を組み込むことができる構造とすれば、流れ場部品のみを交換することで多種多様の液種の実験が可能となり、かつメンテナンス性も向上する。今後はこのような流路装置の開発が必要である。

4つ目は、撮影装置の分解能が不足している点である。詳細は第5章で述べるが、本研究で導入した光学系では約 $3\ \mu\text{m}$ 以下の液滴を鮮明に捉えることは困難であった。これはレンズの光学性能である開口数や、撮像する波長に左右されるためである。よって、将来的にはより開口数の大きいレンズの導入や、捉える波長を制御できるような光学系の構築が必要である。

5つ目は、流路装置の後部流の温度計測に用いる専用治具の開発である。5.4節で述べるように、流れ場内を流れるミスト流がどの程度加熱されているかを確認するため、流路装置出口のミスト流の温度を計測した。しかし、この時の計測は手で熱電対を持ち、後部流を計測していた。そのため、計測値にばらつきが生じてしまう。また、液滴観測の実験中は撮影装置や光源装置の制御のため手が空かず、温度計測を常にできるような状態ではなかった。よって、流路出口に熱電対を保持し続けることができる治具の開発が必要である。この治具があれば、流れ場内を流れるミスト流の温度を常に計測できるようになるため、温度、流量、液種などを変更した際に変化するミスト流の温度を正確に計測することが可能となる。

6つ目は、流路装置と光軸が完全に直交設置できていない問題である。2.3.2節で述べたX軸手動スライドステージに本研究で開発した観測装置と加熱装置を接続している。このステージと加熱装置はスペーサーを用いて接続されているが、ボルトねじによる簡易的な固定であるため僅かに左右方向へのずれが生じている。このずれにより、流路装置と光軸は完全な直交設置ができていない。そのため、観測位置を変更する度に5.9節で述べる奥行き方向のピント位置の調整が必要になっている。よって、ピント位置を完全に固定するためにずれが生じないスペーサーを開発する必要がある。

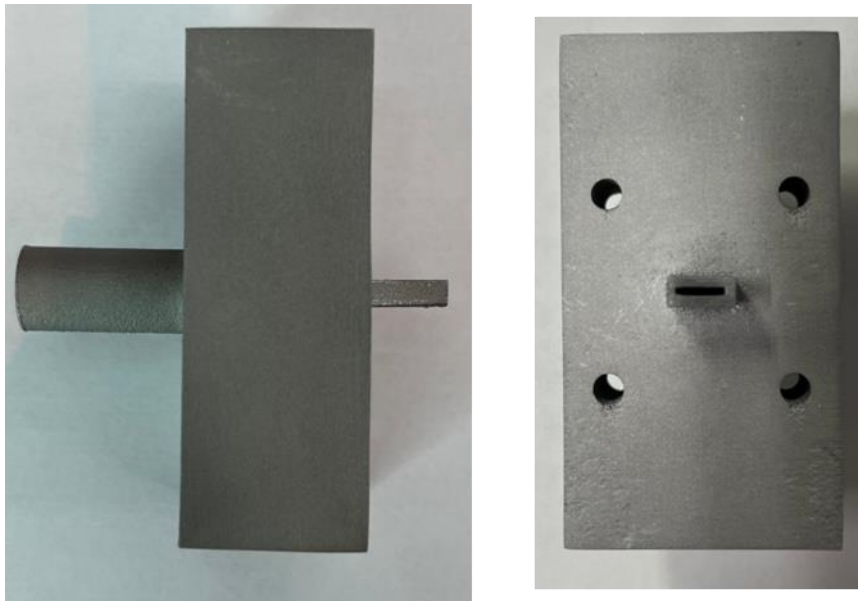


図 3.6.1 金属 3D プリンターを用いて製作した流入口接続部品の歪み

第4章 深層学習を用いた液滴粒径解析プログラムの開発

4.1 概要

微小液滴が写った画像を効率良く解析するため、2.3節で述べた第2世代観測システムから液滴粒径の自動計測プログラム開発が行われてきたが、ボケた液滴や流路内部に混入したゴミなどを誤計測してしまうことにより、液滴径の計測誤差が発生し、液滴個数や液滴径の正確性に課題があった。図4.1.1にボケた液滴の計測画像と液滴認識画像を示す。赤丸で示す液滴がボケた液滴を計測してしまい、本来の液滴よりも大きい結果が出力されていた。先述したようにそもそもボケた液滴が映りこんでしまうのは被写界深度が浅いレンズを用いておりほとんどの液滴にピントが合っていないためであり、ボケた液滴が写るのを減らすためにはそもそも光学系から変更する必要がある。つまり従来のレンズを利用している限りほとんどの液滴はボケてしまうため当時用いていた計測手法では液滴粒径の正確な計測は困難である。そこで、本研究では3.5.1節に記載の光学系の選定のほかにボケの影響を考慮した液滴粒径計測プログラムの開発に取り組んだ。本章ではその詳細について述べる。本研究の解析プログラム開発に使用した環境等は付録Apx.20に記載する。

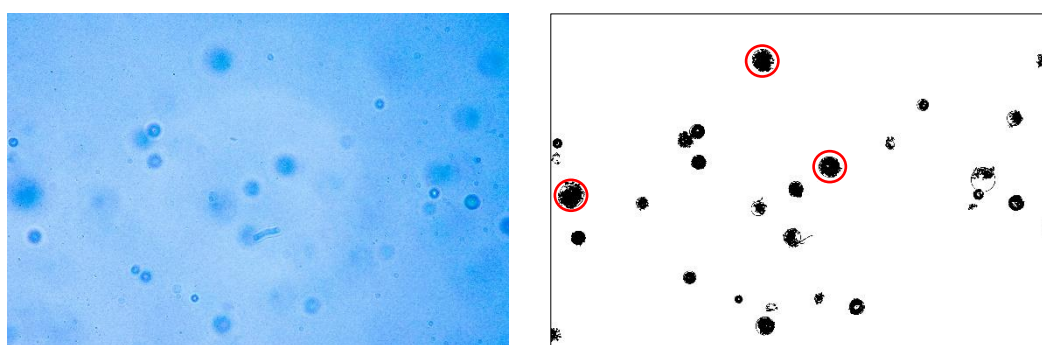


図 4.1.1 第2世代観測システムにおけるボケた液滴の計測・認識画像

4.2 ボケの認識手法

画像に写るボケの認識手法は主に以下の3つがある。(4.1)

- ① フーリエ変換
- ② ラプラシアンフィルタ
- ③ 深層学習

1つ目のフーリエ変換では、画像を周波数領域として取り扱うことで画像のボケやブレなどを検出、修正できる手法である。2つ目のラプラシアンフィルタとは、OpenCV (Open Source Computer Vision Library)と呼ばれる画像処理に特化したライブラリを用いたボケの検出手法である。3つ目の深層学習 (Deep Learning) は、機械学習を用いてボケを検出する手法である。ボケの影響を考慮した液滴粒径計測プログラムの開発に際し、これらの手法がそ

れぞれどういった特徴があるのか調査し本研究に最適な検出手法の選出を試みた。詳細を以下に述べる。

4.2.1 フーリエ変換

フーリエ変換は、一般には時間領域で表現される関数を周波数領域の表現に変換する手法である。(4.2),(4.3),(4.4),(4.5),(4.6),(4.7) これを空間領域に応用し空間領域を空間周波数領域に変換できる 2次元離散フーリエ変換を用いて画像などのデジタル信号のフーリエ変換が可能となる。画像を二次元空間の関数 $f(x,y)$ と表現するとき、2次元離散フーリエ変換 $F(u,v)$ は(4.1)式のように表される。

$$F(u,v) = \sum_{x=0}^{M-1} \sum_{y=0}^{N-1} f(x,y) e^{-2\pi i \left(\frac{ux}{M} + \frac{vy}{N} \right)} \quad (4.1)$$

この離散フーリエ変換を計算するには N^2 回の乗算が必要であり、 N が大きくなると計算量が急速に増大する。これを高速に計算するアルゴリズムとして高速フーリエ変換 (FFT: Fast Fourier Transform) が広く用いられており、FFTを用いれば計算量は $N \log N$ 回にまで削減される。

画像では、隣接する pixel 間の画素値の変化が激しいほど高周波数になる。つまり、写っている物体にピントが合っている状態では物体のエッジが鮮明に写っており、高周波成分が比較的多く存在する。逆にボケた状態では物体のエッジが鮮明には写らないため高周波成分が少なくなる。こういった原理でボケの認識を行うことができる。画像を高速フーリエ変換すると図 4.2.1 に示すような空間周波数スペクトルを得ることができる。通常、画像の空間周波数スペクトルは第 1 象限と第 3 象限、第 2 象限と第 4 象限を入れ替えて利用され、周波数が低いほど画像中心部へ、周波数が高いほど画像四隅へと分布する。

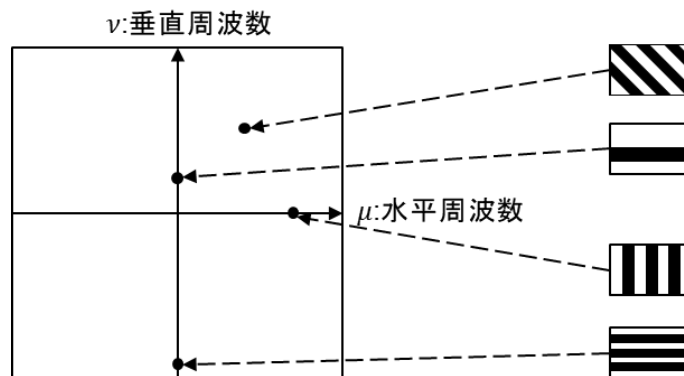


図 4.2.1 空間周波数スペクトル(4.7)

本研究で取得される液滴画像に対し、高速フーリエ変換を行い、ボケの認識ができるか検証した。観測装置によって取得された液滴画像から複数の液滴を切り出し、高速フーリエ変換を行いスペクトル分布図を作成した。図 4.2.2 に液滴のスペクトル分布画像を示す。

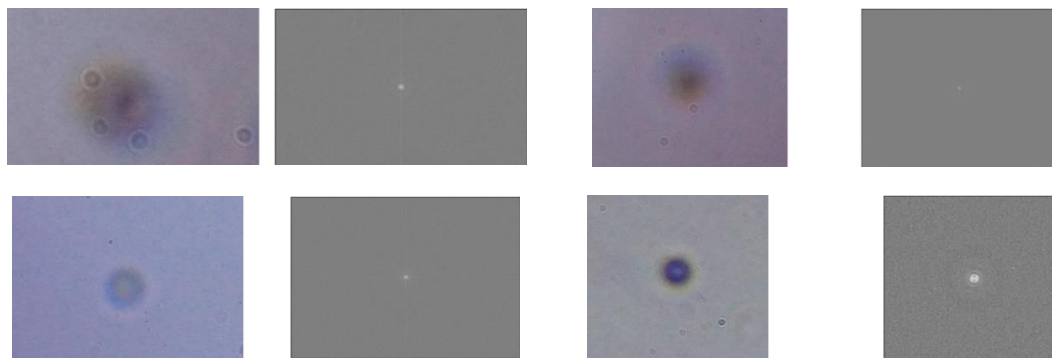


図 4.2.2 液滴像のスペクトル分布

液滴像からスペクトル分布を取得することに成功したが、本研究の観測装置で取得される画像には複数の液滴が撮像される。複数の液滴の中には、ピントがあっている液滴とあっていない液滴が混在している。そのため、高速フーリエ変換を行うためには取得画像から液滴を一滴ごとに切り出す必要がある。また、図 4.2.2 の液滴像にも見られる通り、ゴミなどの液滴以外の像も混在することがありボケの認識に影響を与えることが予想されたため、高速フーリエ変換単体でのボケの認識と判別は本研究では適さないと判断した。

4.2.2 ラプラシアンフィルタ

ラプラシアンフィルタとは、2階微分を利用して画像内のエッジ部分を検出する手法である。(4.8)~(4.11) 2階微分を用いることで差分量の変化が大きい部分だけを強調することができる。エッジ検出を行うことができるためこれを利用してボケを認識することができる。ラプラシアンフィルタでは隣接する画素値同士の差分を2階とった値とフィルタ重み(3×3のカーネル)の積和を求める処理が行われる。図4.2.3に3×3のラプラシアンフィルタカーネルを示す。上下左右の2階微分を行う4近傍カーネルと、斜め方向の2階微分も加えた8近傍カーネルが存在する。

0	1	0
1	-4	1
0	1	0

1	1	1
1	-8	1
1	1	1

図 4.2.3 4近傍カーネル(左)と8近傍カーネル(右)

しかしながら、ラプラシアンフィルタも高速フーリエ変換同様、観測装置で取得された画像に写るゴミによるエッジを検出してしまうことが予想される。また、第2世代観測装置で開発された液滴径認識プログラムにはラプラシアンフィルタに類似した処理が利用されていることから抜本的な解決策とはならないと考えられた。

4.2.3 深層学習

深層学習 (Deep Learning) とは、機械学習の1つであり、人間の神経細胞の仕組みを再現したニューラルネットワークが用いられている。(4.12) ここ数年において深層学習の進化は飛躍的に向上しており、深層学習を用いて学習させた AI によって絵を描くことのできる”Stable Diffusion”(4.13) や、話題となった自動会話プログラムである ChatGPT(4.14)、また車両の自動運転など(4.15)に代表されるように我々の生活に身近な存在となってきている。この深層学習の機能の一つである物体検出を用いて、ピントの合致した液滴か、ボケた液滴のどちらかもしくはその両方を認識させることができると考えた。この手法であれば液滴のみの認識を実現し、画像内に写るゴミなどの影響を受けずボケの判断ができるようになることが想像できる。そこで本研究では深層学習を用いた液滴の認識に挑戦した。

4.3 深層学習による物体検出

4.3.1 深層学習の変遷

画像から物体を検出しカテゴリー分けを行うためには、ある画像領域が物体か背景か分別すること（物体検出タスク）と、もし物体ならば何の物体かを識別（物体識別タスク）することの2つの認識を行う必要がある。これまでに物体検出と画像認識のアルゴリズムは様々なものが開発されてきた。2005年にN. DalalとB. Triggsによって発表されたHistograms of oriented gradients for human detection (HOG)^(4.16)はピクセル毎の輝度の変化と方向等の特徴抽出により小規模な画像の検出を可能とし、必要な計算コストも従来の手法と比べて低かった。しかし、HOGは画像内のすべてのピクセルから特徴を検出するため大規模な画像内の物体検出では計算速度が遅く、手動で設計しているため最適とは言えなかった。その後、データから特徴を抽出し学習するディープラーニングが発展した。^{(4.18)-(4.)}

ディープラーニングには、畳み込みニューラルネットワーク (Convolutional Neural Network : CNN)、回帰型ニューラルネットワーク (Recurrent Neural Network : RNN) などがあり、特に画像認識にはCNNがよく用いられている。^(4.17) CNNは複数のフィルタを用いて入力データを畳み込み、特徴マップと呼ばれる2次元データを出力し、特徴抽出を行う畳み込み層と、特徴マップの結果をまとめ圧縮するプーリング層、それらの結果を1次元に結合する全結合層を持ち、これにより情報を大幅に圧縮しつつ特徴を把握することで画像の分類を実現している。^(4.18) CNNの全体構造と、畳み込み層・プーリング層・全結合層の詳細についてそれぞれ図4.3.1、図4.3.2に示す。CNNは画像全体を対象として画像認識を行う処理であるため、計算コストが非常に高く、また画像内に写る物体の位置把握は行うことができなかった。

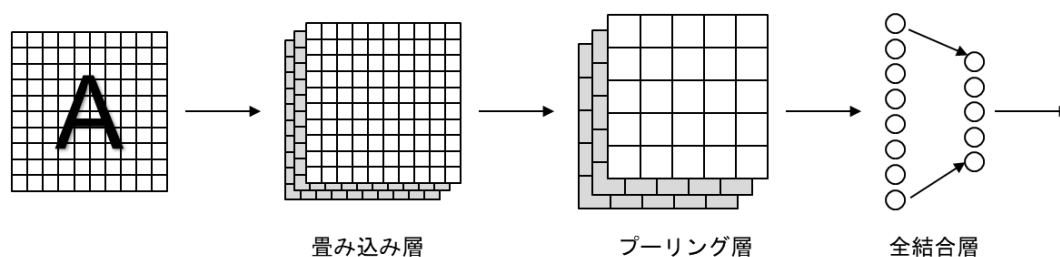
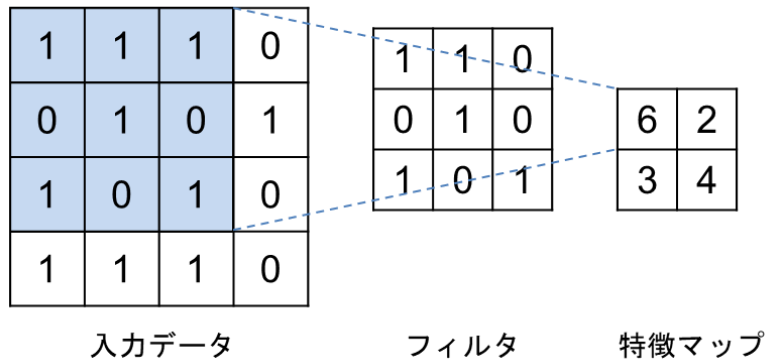
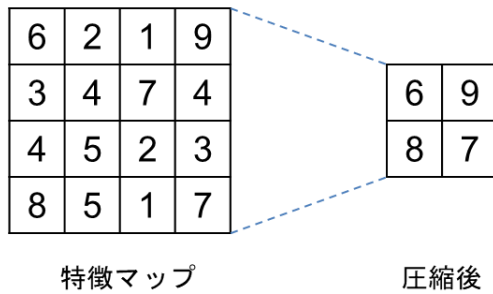


図 4.3.1 CNNの全体構造^(4.18)

畳み込み層



プーリング層



全結合層

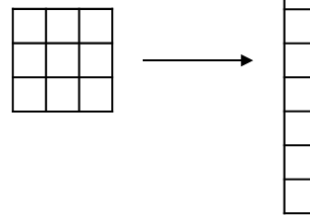


図 4.3.2 CNN における畳み込み層，プーリング層，全結合層の概要^(4.18)

そこで，物体検出タスクと物体識別タスクを行うニューラルネットワークとして R-CNN が開発された．^(4.19) R-CNN の全体構造を図 4.3.3 に示す．R-CNN は入力画像から物体らしき領域を最大 2000 領域まで抽出し，それぞれの領域に対して CNN を行っている．これにより，R-CNN は物体の位置把握と物体検出を実現しているが，画像 1 枚の検出に 10~45 秒程度必要であった．

R-CNN: Regions with CNN features

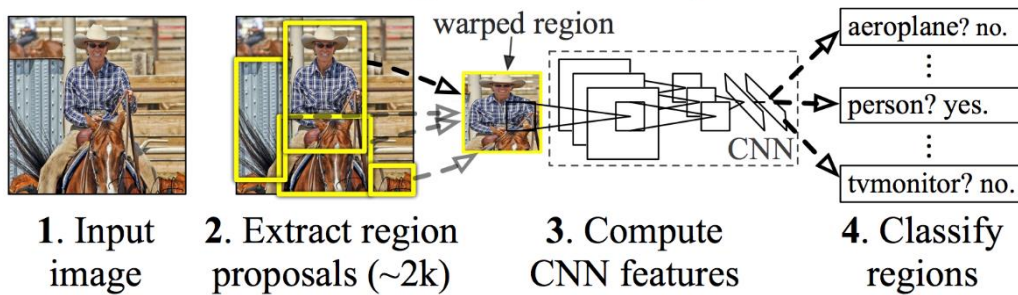


図 4.3.3 R-CNN の全体構造^(4.19)

R-CNN では領域抽出の際に数多くの部分が重複し、同じ領域に何度も CNN の計算が行われる仕様となっているため、入力画像全体に対し 1 回の CNN 計算を行い、取得された特徴マップを複数の領域間で共有して物体認識を行う Fast R-CNN が開発された。(4.20) Fast R-CNN の全体構造を図 4.3.4 に示す。

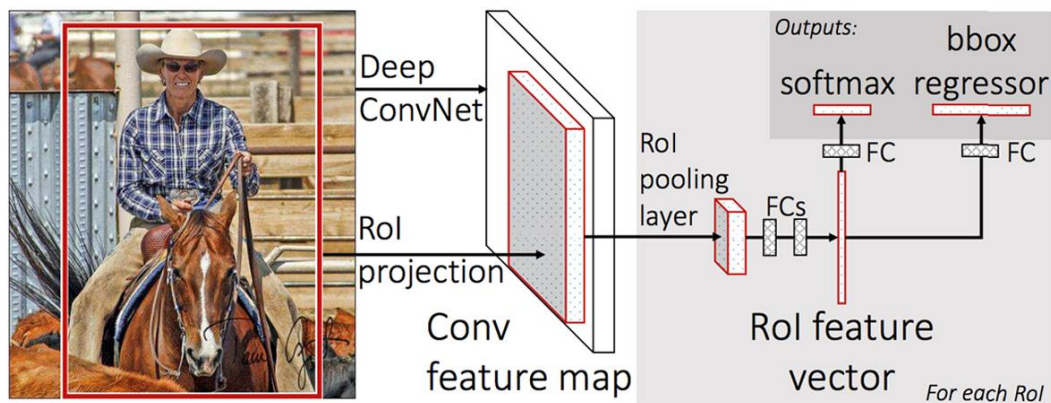


図 4.3.4 Fast R-CNN の全体構造(4.20)

ここまで述べた 3 つの手法は、画像の入力から物体候補の抽出までを畳み込み処理で行い、物体候補から物体の識別をディープラーニングを用いた処理で行っていた。これに対し、入力した画像から物体検出候補の抽出および、物体候補から物体の識別の両方をディープラーニングで処理する Faster R-CNN が開発された。(4.21) Faster R-CNN の全体構造を図 4.3.5 に示す。Faster R-CNN は、他の手法よりも高速且つ高性能な物体検出が可能となった。

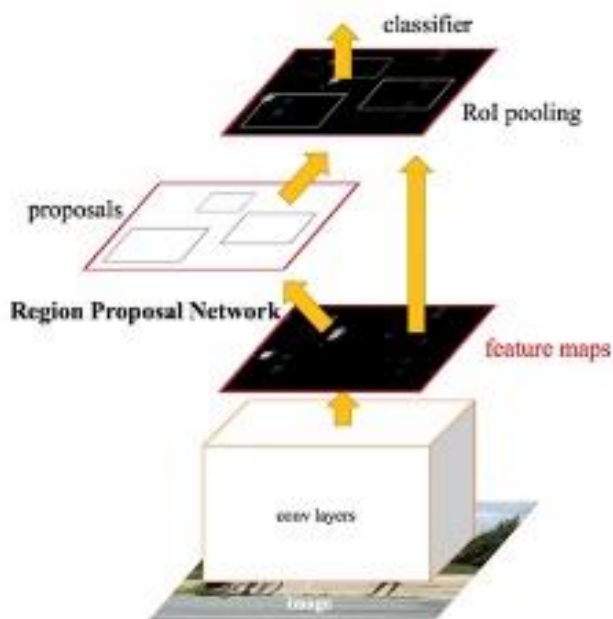


図 4.3.5 Faster R-CNN の全体構造(4.21)

本節の冒頭で述べたように画像から物体を検出し分類するには物体検出タスクと画像識別タスクの両方を行う必要がある。しかしながら、これまでのモデルは検出タスクの後に識別タスクを順次行う手法が一般的であったがこれらを同時に行う手法として YOLO (You Only Look Once) が開発された。本研究ではこの YOLO を用いて、画像内の液滴の存在有無を判断させ、存在する場合は液滴を検出させ、さらに、液滴にピントが合致しているか否かを判別させることとした。次節にて YOLO の詳細について述べる。

4.3.2 YOLO (You Only Look Once)

YOLO はこれまでの物体検出アルゴリズムのように検出タスクと識別タスクを順に行うのではなく、この処理を同時に行うことで認識速度の向上を実現した物体検出アルゴリズムである。また、画像全体を学習時に利用するため、物体周辺の領域も学習することができ、背景の誤検出が削減された。(4.22)

YOLO では画像全体をグリッドセルに分割し、グリッドごとにバウンディングボックスとその信頼度 (confidence) が予測される。バウンディングボックスごとの confidence は(4.2)式で表される。

$$\text{confidence} = Pr(\text{Object}) \times IoU_{\text{Pred}}^{\text{True}} \quad (4.2)$$

$Pr(\text{Object})$ はバウンディングボックス内の物体の存在可否を示しており、1 か 0 で示される。 $IoU_{\text{Pred}}^{\text{True}}$ (IoU: Intersection over Union) とは物体認識の指標の一つであり、予測と正解の2つのボックスの領域の和を2つのボックスの積で割り、予測と正解が完全に一致する時は最大値 1 を取る。(4.23) 図 4.3.6 に IOU の概念を示す。

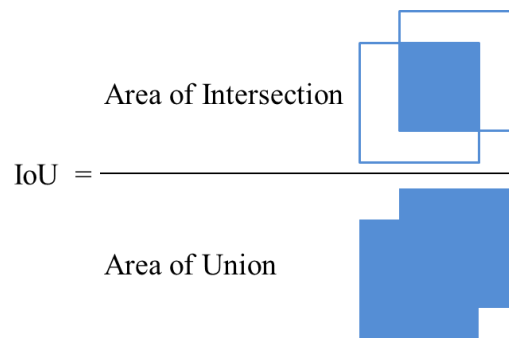


図 4.3.6 IoU の概念(4.23)

また、各グリッドは物体の識別を行うため、各クラスの予測確立 C_l を算出する。この予測確率は $Pr(\text{Object} | \text{Class})$ のように表され、グリッド内のすべてのクラスの予測値の合計は 1 になる。よって、各グリッドの confidence と C_l を掛け合わせることで YOLO の物体認識の指標となる信頼度スコアを算出する。信頼度スコアの算出式を式(4.3)に示す。

$$\text{Confidence Score} = C_l \times Pr(\text{Object}) + IoU \quad (4.3)$$

よって、バウンディングボックスと信頼度スコアを掛け合わせることで、何の物体であるかを示す複数のバウンディングボックスを得ることができる。しかし、このまま処理を行うと重複領域を含んでしまう。そのため、NMS (Non-Maximum Suppression) と呼ばれる IoU 値を閾値で抑制する手法を用いることで、一つの物体に対し、単一のバウンディングボックスで囲うことができ、物体を認識する仕組みが導入されている。

これらによって、YOLO は物体の検出タスクと識別タスクを同時に行うことを可能としている。YOLO の信頼度スコア算出手法の図解を図 4.3.8 に示す。

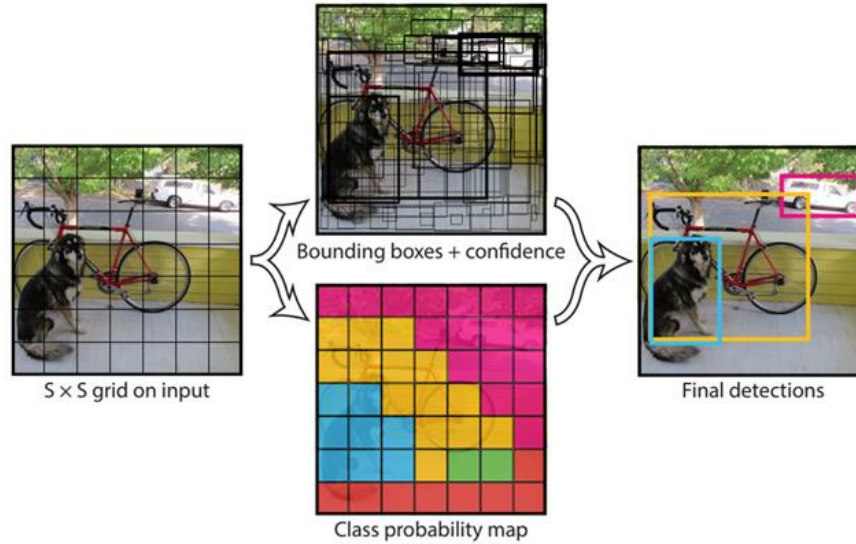


図 4.3.8 YOLO 信頼度スコア算出手法^(4.24)

YOLO では学習で得られる結果として、信頼度スコアに必要なクラス予測確率 C_1 、バウンディングボックスの位置情報(座標とサイズ)、予測値と正解値とのずれを計算するための損失関数の 3 つを出力する。大きな物体の場合は予測されたバウンディングボックスは多少ずれたとしても物体検出にあまり影響しないが、小さな物体は多少のずれでも大きく影響する。よって、バウンディングボックスの位置情報は二乗平均誤差を用いることで小さな物体でも認識精度が高まるように調整されている。

YOLO の出力 R は式(4.4)のようになる。 S はグリッドセルの分割数、 B はバウンディングボックスの個数、 C_2 はクラス分類の種類を表す。1つのグリッドセルの出力には物体の存在可否を示す Pr 、バウンディングボックスの中心座標である B_x 、 B_y バウンディングボックスの横幅 B_w 、高さ B_h を持つ。

$$R = S \times S \times (B \times 5 + C_2) \quad (4.4)$$

YOLO は単一の CNN ネットワーク構造で構成され、24 層の畳み込み層及び 4 層のプーリング層を経て画像から特徴を抽出し 2 層の全結合層で分類や物体領域の座標修正などを行っている。畳み込み層で最終的に出力されるグリッド数はグリッドセルの分割数と一致する。YOLO の畳み込みニューラルネットワーク構造を図 4.3.7 に示す。

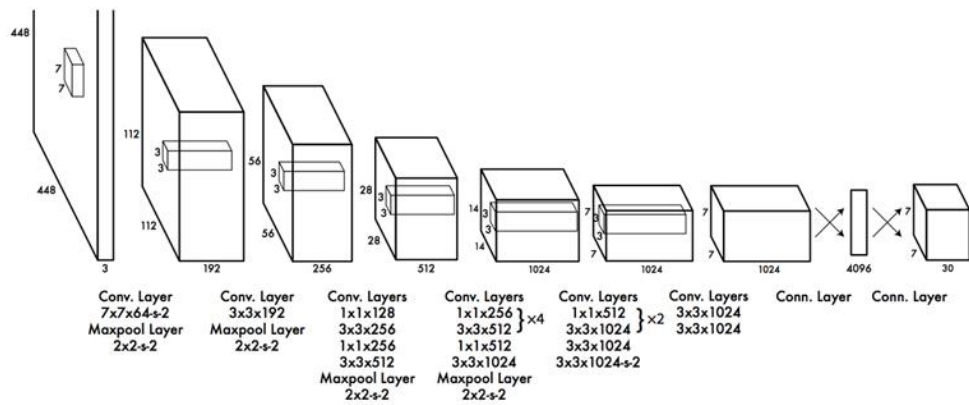


図 4.3.7 YOLO 畳み込みニューラルネットワーク(4.24)

YOLO はその後、YOLOv2^(4.25)、YOLOv3^(4.26)、YOLOv4^(4.27)、YOLOv5^(4.28)と開発され、認識精度と速度の向上が図られてきた。2023年2月現在ではYOLO v8^(4.29)までリリースされているが、本研究では大量の画像データから液滴を認識し、統計的分析を必要としていたため、精度と速度の観点と、開発のし易さなどから2020年5月に発表されたYOLOv5を用いて液滴認識アルゴリズムおよびプログラムの開発に着手した。

4.4 YOLO を用いた液滴認識アルゴリズムおよびプログラムの作成

YOLOv5 を用いて物体認識を行うためにはまず教師データが必要である。本研究では液滴とそれ以外の物体の判別および、ピントのあった液滴の検出を目標としているため、その情報を含む教師データの作成が必要となった。教師データは画像に対しタグやメタデータを付加するアノテーションを行うことで作成する。本研究では Microsoft 社製アノテーションツールの VoTT (Visual Object Tagging Tool) を用いて教師データを 5 種類作成し、学習、推論を行った。本節ではその詳細について述べる。

4.4.1 YOLO を用いた学習

VoTT による教師データ作成の様子を図 4.4.1 に示す。画像内部にある赤や緑の矩形が液滴として指定した部分である。

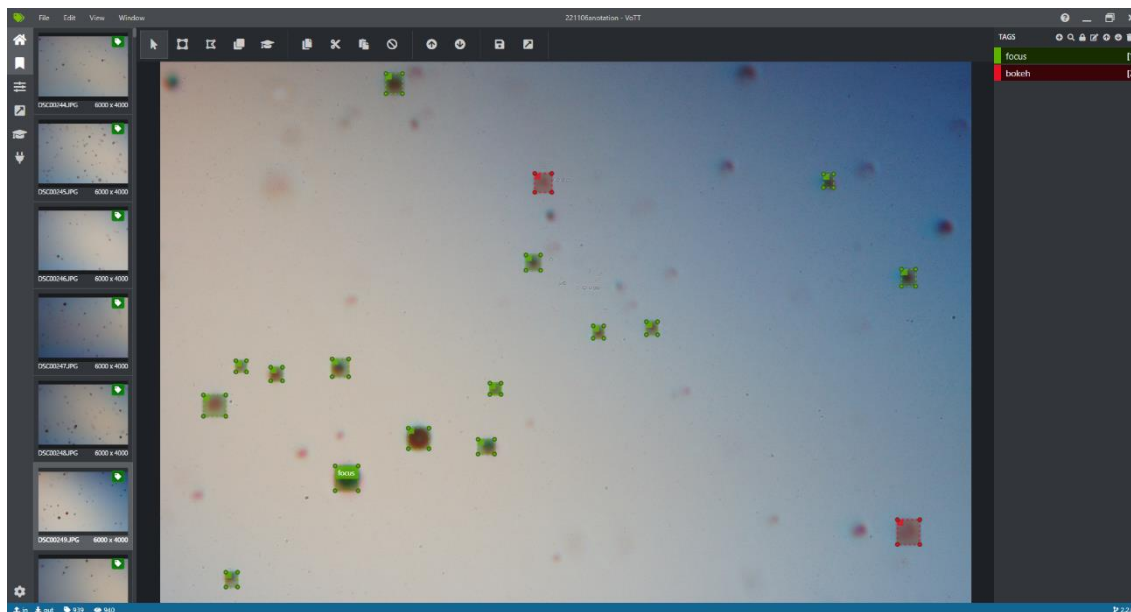


図 4.4.1 VoTT による教師データ作成

VoTT による教師データの作成では結果は Pascal VOC 形式の xml ファイルとして出力され、バウンディングボックスの x , y 座標それぞれの最小値と最大値をピクセル単位で記載する方式である。この形式は YOLO に対応していないためデータの変換が必要であった。そのため、解析対象である画像の縦横の画素数を元に x , y 座標ごとに正規化し、txt ファイルに書き出すプログラム^(4.30)を用いて YOLO で用いられるバウンディングボックスの中心座標と縦横幅を算出した。図 4.4.2 に PascalVOC 形式と YOLO 形式の教師データの違いについて示す。また、学習に使用する画像は、学習の軽量化のために 3:2 の比を維持する横 1080 pixel、縦 720 pixel にリサイズした。

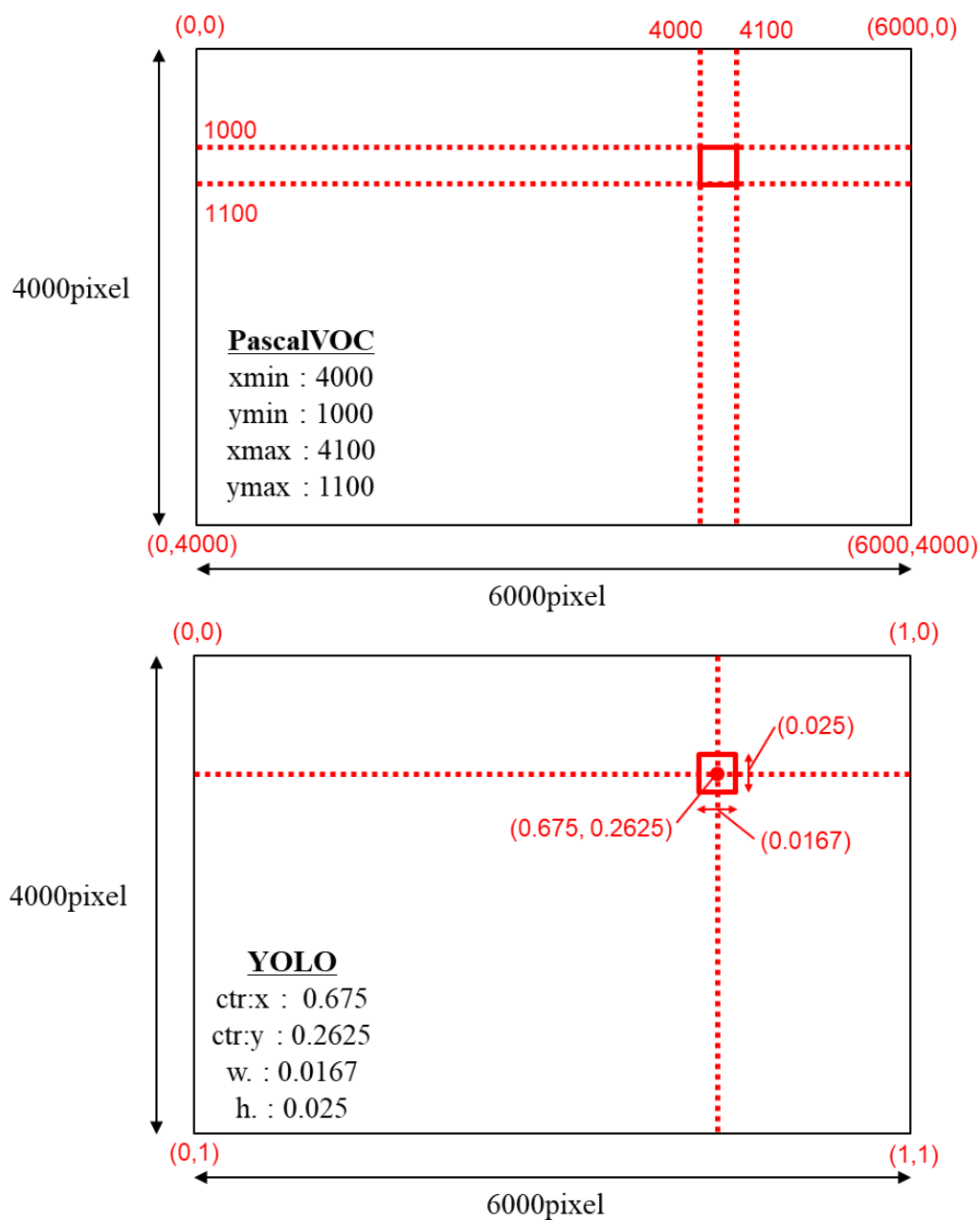


図 4.4.2 教師データの PascalVOC 形式(上)と YOLO 形式(下)

YOLO 学習時に指定する主な変数を表 4.4.1 に示す. `batch` はバッチサイズを指定する. 深層学習では学習モデルの予測値と実際の正解値とのずれを算出する損失関数を求めるため学習するデータセットをいくつかのサブセットに分ける必要がある,分けられた1つのサブセット内のデータ数をバッチサイズと呼び, 深層学習では 2^n の値が用いられることが多い. `epochs` はバッチサイズで分けられた各サブセットを何回学習するかを指定する. エポック数は損失関数の値がほぼ終息するまで行う必要がある. `cfg` は YOLO で使用するモデルを指定する. 本研究で用いた YOLOv5 については 4 種類のモデルが用意されており, `s, m, l, x` の順に精度が向上する. YOLOv5 のモデル間の比較については図 4.4.3 に示す. `img` は学

習に用いる画像の入力サイズを指定する。入力サイズの違いによる比較検証については付録 Apx.7 に記載する。 **patience** は学習打ち切りの設定であり、学習精度が改善されない状態が指定エポック数続いた場合、学習を停止する。 **weights** は学習済みモデルを基に学習を行う際に指定する。学習済みモデルを利用して学習することを転移学習と呼び、限られたデータから高精度なモデルを作成でき、計算コストも削減できるため学習時間を削減できる。また、学習結果の比較や管理は、機械学習などのモデルの最適化を補助する “Weights & Biases” を用いた。最適な学習結果の選定は YOLO の学習後に出力される学習結果のグラフを用いた。ここで出力されるグラフは機械学習の結果の評価をする際によく用いられる指標であるが、それら指標の詳細については付録 Apx.1 で記載する。本研究では学習結果の評価基準として AP 値を用いた。

表 4.4.1 YOLO 学習時の主な指定変数

batch	バッチサイズ指定
epochs	エポック数指定
cfg	使用する YOLO のモデル指定
img	学習画像のサイズ指定
patience	学習打ち切りの設定
weights	学習済み重みを指定

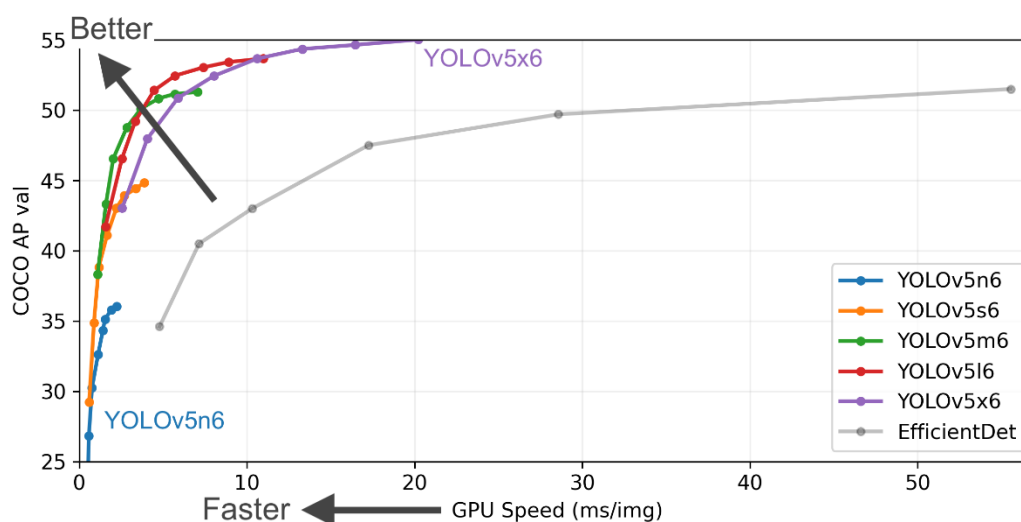


図 4.4.3 YOLOv5 のモデル比較^(4.8)

4.4.2 学習 1

学習 1 では深層学習による液滴の認識が可能かどうかを判断することを目的とした教師データを作成した。アノテーションに用いた画像は第 2 世代流路装置と 3.5.1 節で記述したマイクロスコوپレンズ、カメラは NEX-7 を用いて撮影した 100 °C、50 mm 地点のデータを使用した。画像は 976 枚を使用し、ピントの合っている液滴に対して“focus”タグを 2667 個付与した。学習 1 では分割比率を train : valid = 8 : 2 に相当する train 792 枚, valid 184 枚に設定し、様々な条件で学習を行い最適な学習条件を割り出した。

最適な学習条件と学習結果, PR カーブをそれぞれ表 4.4.2, 図 4.4.4, 図 4.4.5 に示す。その他の学習結果の詳細については付録 Apx.2 に記載する。図 4.4.4 の train / cls_loss と val / cls_loss のグラフについては, 検出する物体のクラスは 1 種類のみであるため, クラス判定は行われずプロットされていない。

表 4.4.2 学習 1 最適学習条件

batch	8
epochs	300
cfg	yolov5l
img	640
patience	100
weights	yolov5l.pt

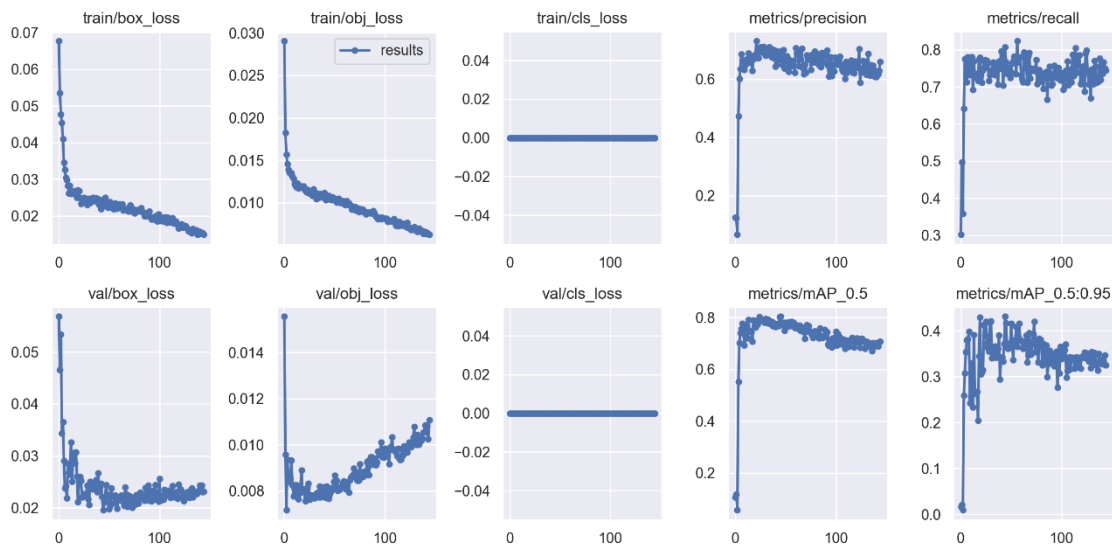


図 4.4.4 学習 1 学習結果

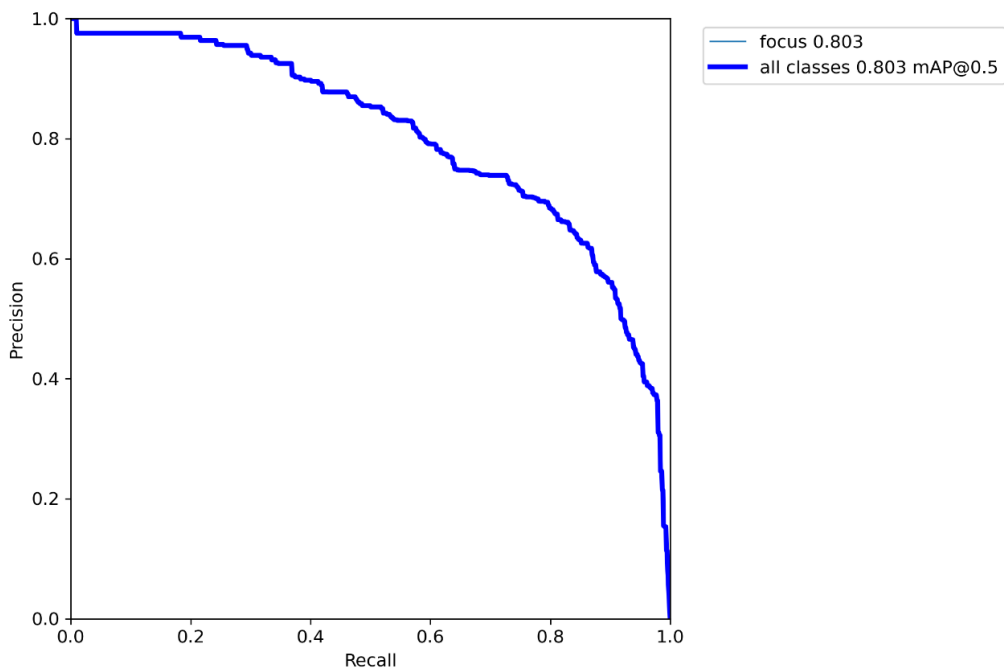


図 4.4.5 学習 1 PR カーブ

得られた学習結果で生成された重みを使用し画像に写る液滴像の推論を行った。推論した画像は教師データとして用いていない推論用に準備した液滴画像である。推論結果を図 4.4.6 に示す。

また、推論時の画像はリサイズをせず推論を行った。その理由は、推論画像をリサイズすると後述する液滴認識の際に解像度が低下し液滴径の微小な変化を計測できなくなるためである。リサイズの有無による推論結果の比較については付録 Apx.6 に記載する。

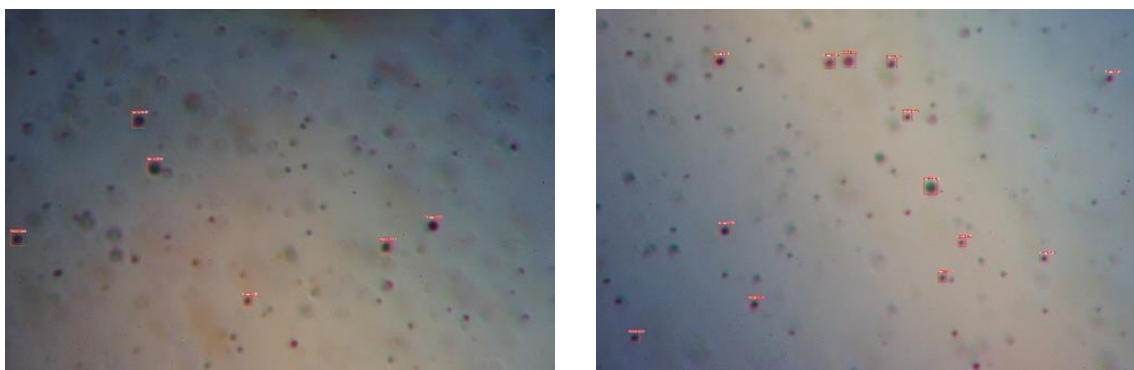


図 4.4.6 学習 1 推論結果

画像内部の赤い矩形部分が液滴として認識されている部分である。推論結果から、YOLO による液滴の認識が可能であることが判明した。しかし、認識されている液滴は画像内に点在する液滴の一部であり、画像内に数多く写りこんでいる液滴をほとんど認識できていない。よって、教師データの質の向上、学習条件の最適化などを改善し精度向上が必要であった。

4.4.2 学習 2

学習 2 では、これまで先行研究で取得されてきた観測データを分析できるように、先行研究の観測データに対応した教師データの作成に取り組んだ。使用した画像は第 2 世代観測装置で 100°C, 150°C, 200°C の観測データからランダムに抽出した 169 枚を使用し、学習 1 と同様にピントの合っている液滴に対して“focus”タグを 338 個付与した。ランダムに抽出した理由は、様々な条件で取得される液滴に対応させるためである。分割比率は train : valid = 7 : 3 に相当する train 113 枚, valid 56 枚に設定した。

学習 2 の学習条件については学習 1 で判明した最適値を参考に学習を行った。最適な学習条件と学習結果, PR カーブをそれぞれ表 4.4.3, 図 4.4.7, 図 4.4.8 に示す。その他の学習条件と結果は付録 Apx.3 に記載する。

表 4.4.3 学習 2 最適学習条件

batch	8
epochs	300
cfg	yolov5l
img	640
patience	100
weights	yolov5l.pt

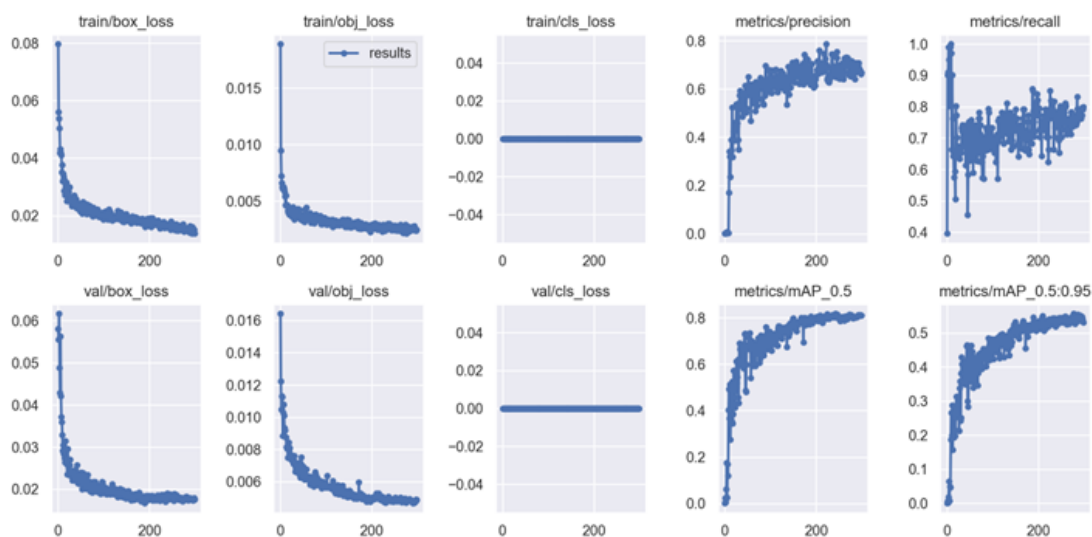


図 4.4.7 学習 2 学習結果

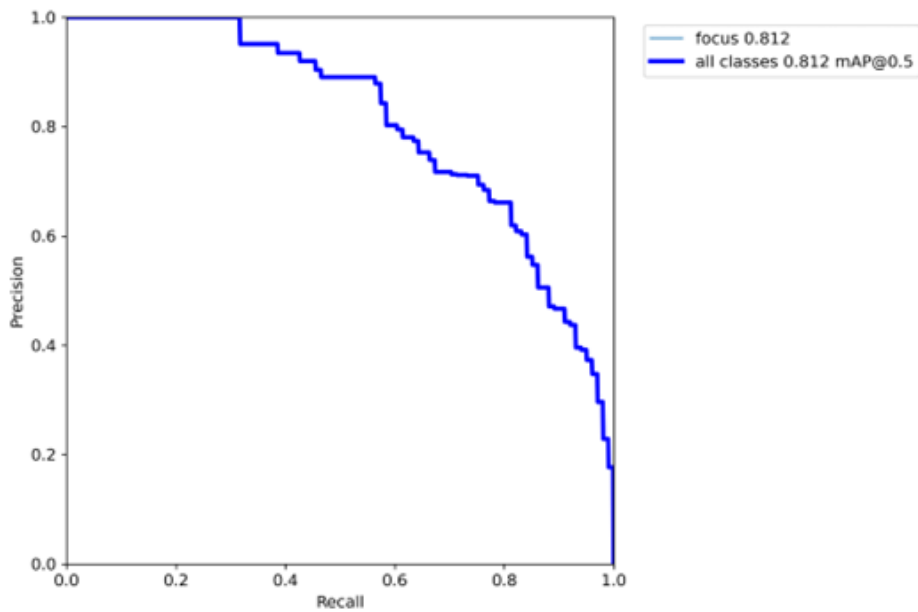


図 4.4.8 学習 2 PR カーブ

上記の学習結果で得られた重みを使用し，液滴画像の推論を行った．使用した画像は先行研究で取得された液滴画像を用いた．推論結果を図 4.4.9 に示す．

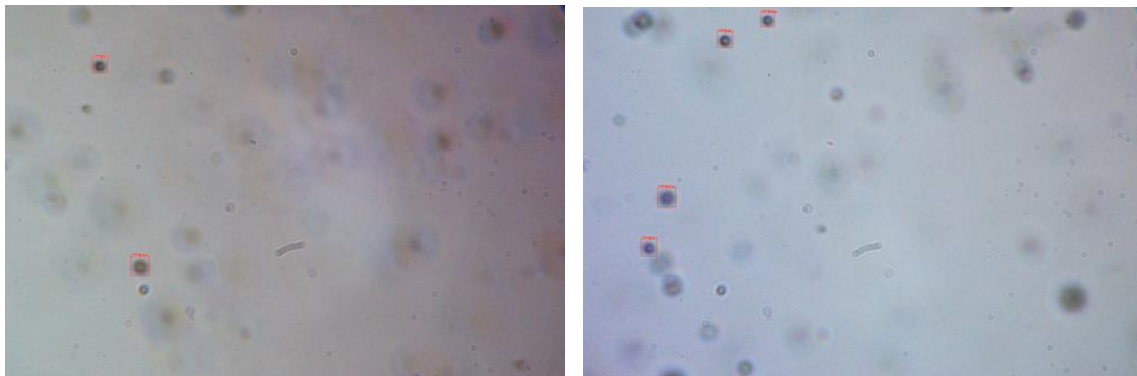


図 4.4.9 学習 2 推論結果

推論結果をみると，先行研究のデータでも YOLO による液滴の認識が可能であることが分かる．これにより，先行研究までに課題であったゴミの誤認識の問題と，ピントがボケている液滴への対処が可能であることが実証された．本研究では時間の都合上，先行研究の液滴認識についてはこれ以上の精度向上を断念した．精度の向上に努めることができれば，過去の実験で得られたデータを効率よく解析する手法の一つとして提案できる．

4.4.3 学習 3

学習 3 は学習 1 の精度向上を目的として教師データを増加した。使用した画像は学習 1 と同じ装置群を用いて学習 1 とは異なる条件下で得られた液滴画像 879 枚に対し，“focus”タグを 3239 個付与した。学習 3 は学習 1 の教師データと合体させ、合計 1855 枚の教師データとした。分割比率は $\text{train} : \text{valid} = 8 : 2$ に相当する $\text{train} 1505$ 枚、 $\text{valid} 350$ 枚に設定した。

学習 3 の学習条件については img の条件以外は学習 1 で判明した最適値を参考に学習を行った。 img の値を色々な値にふり検証した結果、 img の値が 768 の時 AP 値が 0.814 と最も高くなったため、学習 3 からはその値を利用することとした。 img の検証については付録 Apx.7 に記載する。最適な学習条件と学習結果、PR カーブをそれぞれ表 4.4.4、図 4.4.10、図 4.4.11 に示す。その他の学習条件と結果は付録 Apx.4 に記載する。

表 4.4.4 学習 3 最適学習条件

batch	6
epochs	300
cfg	yolov5l
img	768
patience	0
weights	yolov5l.pt

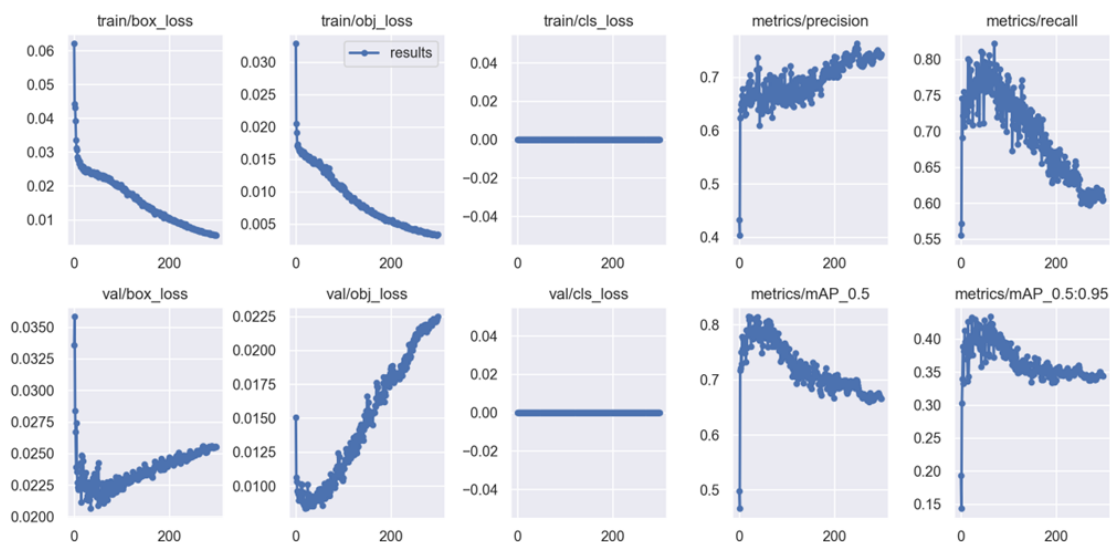


図 4.4.10 学習 3 学習結果

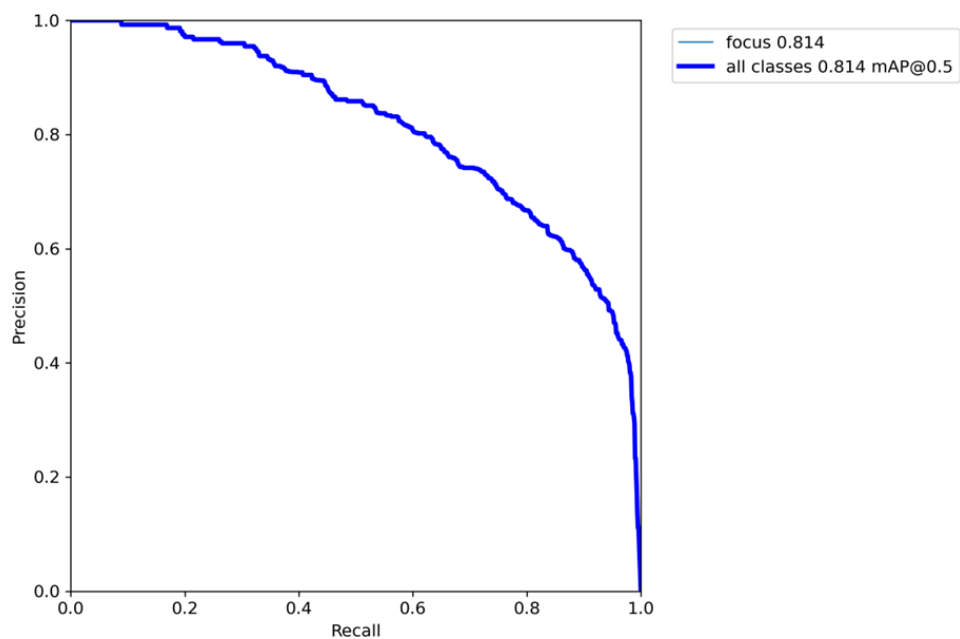


図 4.4.11 学習 3 PR カーブ

上記の学習結果で得られた重みを使用し、液滴画像の推論を行った。推論した画像は学習 1 の推論時でも使用した推論用の液滴画像を用いた。推論結果を図 4.4.12 に示す。

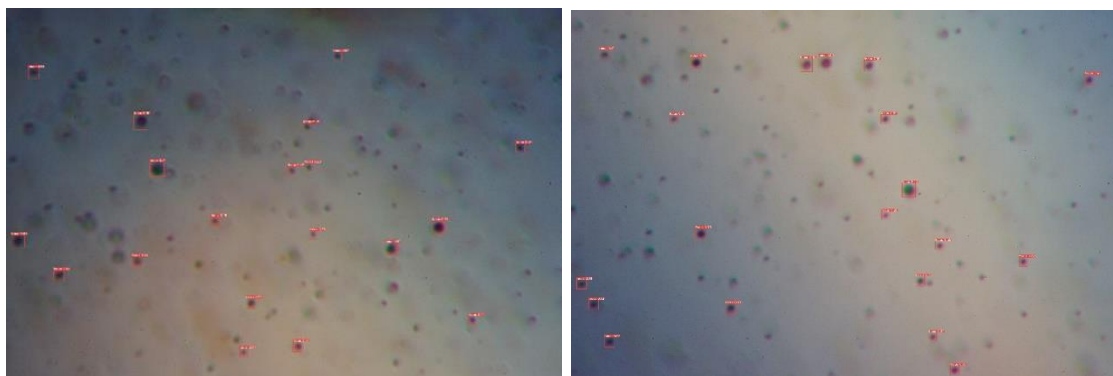


図 4.4.12 学習 3 推論結果

推論結果を見ると、学習 1 の推論結果と比較して数多くの液滴の認識に成功した。しかしながらまだ認識できていない液滴も数多くあることから、認識精度の改善はまだ見込まれた。

4.4.4 学習 4

学習 4 は学習 3 までのようにピントの合っている液滴だけでなく、ボケた液滴も認識できるように“focus”タグに加え“bokeh”のタグを新たに設定した。また、タグの付与基準も見直した。学習 3 までは学習の軽量化を目的とし 1 画像に対し 10 個程度のタグ付けを行っていた。しかし、タグの量による学習コストへの影響は軽微であることがこれまでの学習で判明したため、学習 4 では 1 画像に対するタグ付けの制限を設けずアノテーションを行った。

使用した画像は学習 1、学習 3 と同様の装置群を用いて学習 1、学習 3 とは異なる様々な条件下で得られた液滴画像 940 枚に対し、“focus”タグを 8407 個、“bokeh”タグを 3823 個付与した。分割比率は $\text{train} : \text{valid} = 8 : 2$ に相当する $\text{train} 751$ 枚、 $\text{valid} 188$ 枚に設定した。

学習 4 の学習条件は、学習 3 までの学習で判明した最適条件で学習を行った。学習条件と学習結果、PR カーブをそれぞれ表 4.4.5、図 4.4.13、図 4.4.14 に示す。その他の学習条件と結果は付録 Apx.5 に記載する。

表 4.4.5 学習 4 最適学習条件

batch	6
epochs	300
cfg	yolov5l
img	768
patience	0
weights	yolov5l.pt

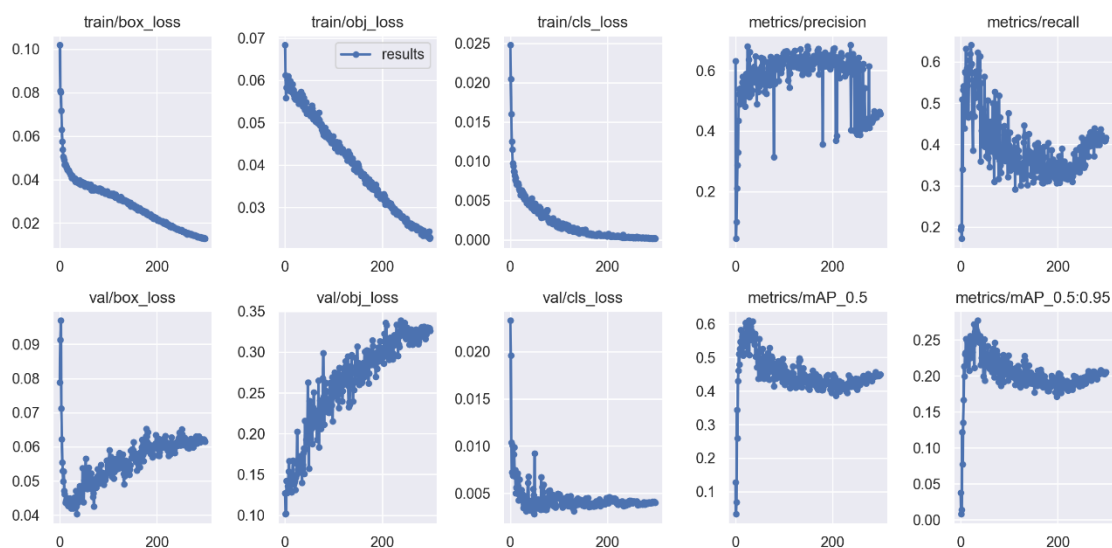


図 4.4.13 学習 4 学習結果

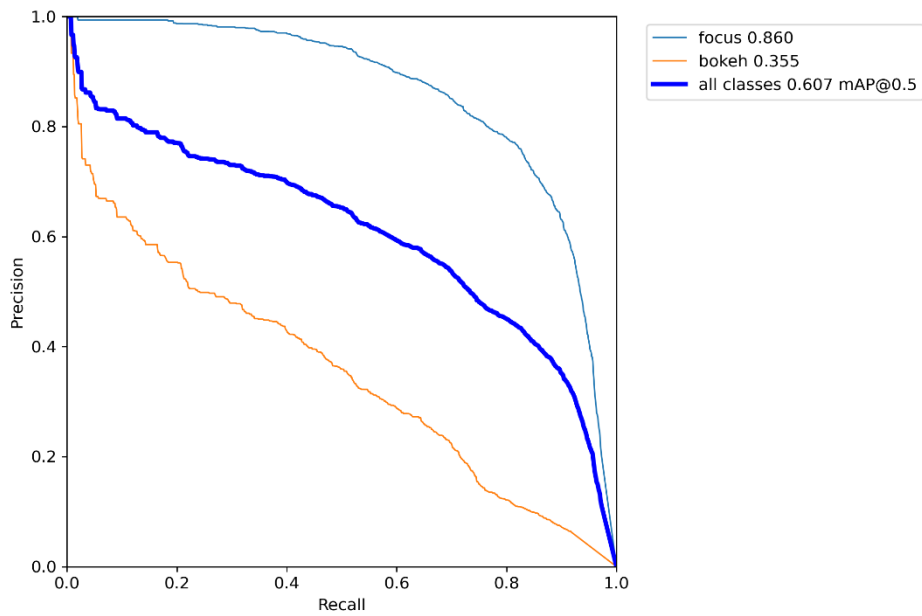


図 4.4.14 学習 4 PR カーブ

結果から、“focus”のタグの AP 値は十分に高いが、“bokeh”のタグの AP 値が低くなった。そこで、分割比率を $\text{train} : \text{valid} = 9 : 1$ に相当する $\text{train} : 839$ 枚, $\text{valid} : 100$ 枚とした教師データの学習 4.1 を作成し、表 4.4.5 と同一条件で学習を行った。学習結果と PR カーブをそれぞれ図 4.4.15, 図 4.4.16 に示す。

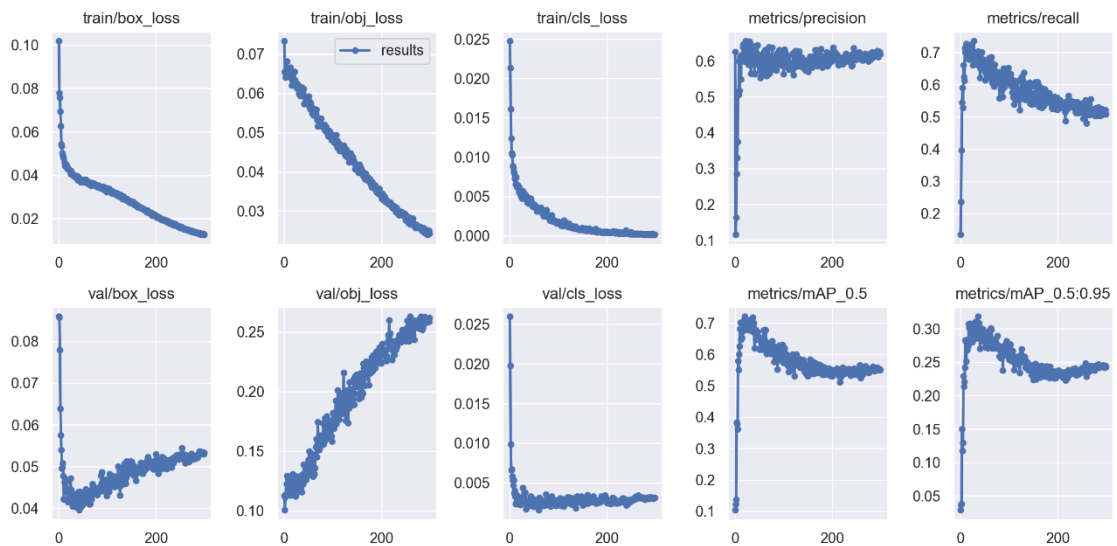


図 4.4.15 学習 4.1 学習結果

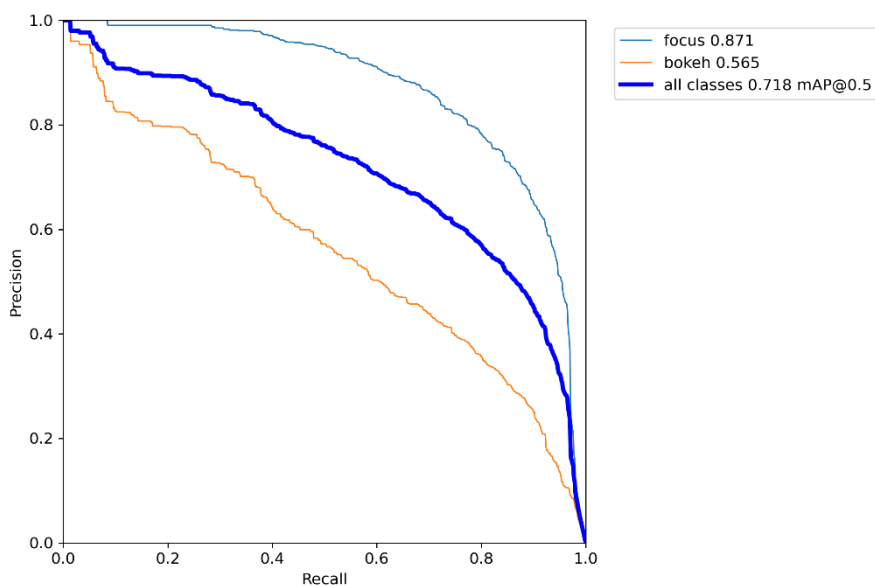


図 4.4.16 学習 4.1 PR カーブ

結果より、学習 4 の結果と比べて“bokeh”の AP 値も向上しており、ピントの合っていない液滴でも十分に認識できる液滴推論用の重み関数を作成することができた。

また、使用した教師データの元画像は学習 3 と同じ装置群を用いて得られたデータを用いているため、学習 3 と今回作成した学習 4 を合体させ画像枚数を 2794 枚とし、train : valid = 8 : 2 に相当する train : 2256 枚、valid : 538 枚に設定した学習 3+4 の教師データも作成し、表 4.4.5 の条件にて学習を行った。学習結果と PR カーブをそれぞれ図 4.4.17、図 4.4.18 に示す。

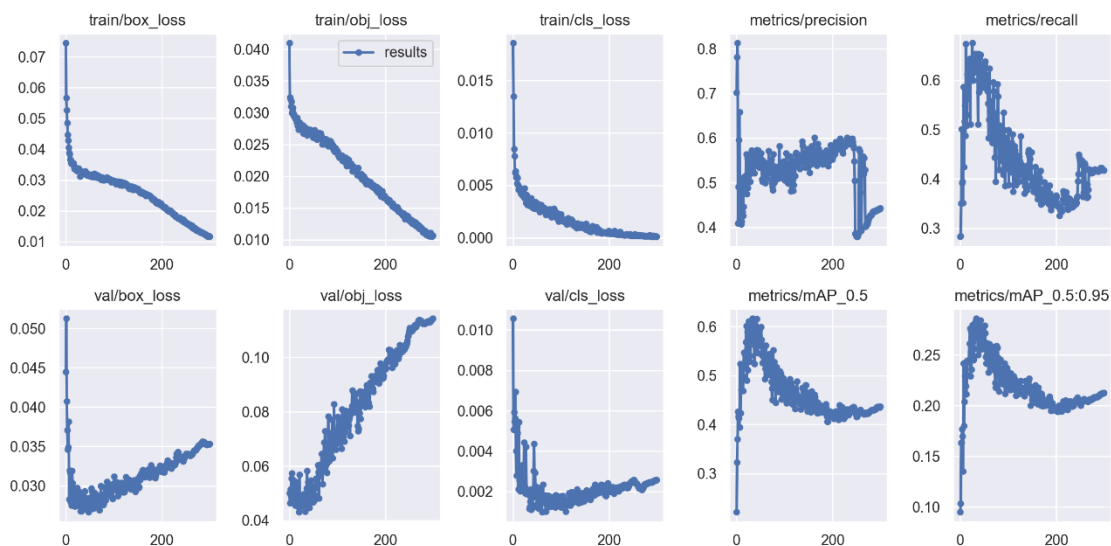


図 4.4.17 学習 3+4 学習結果

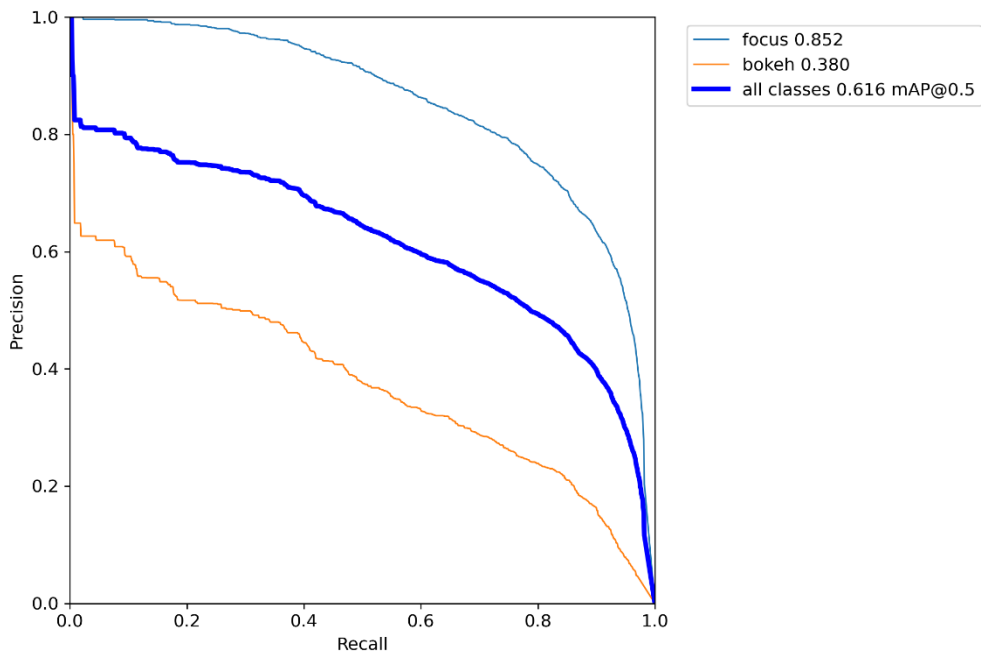


図 4.4.18 学習 3+4 PR カーブ

学習 4(画像枚数 940 枚, 分割比率 8:2) と, 学習 4.1(画像枚数 940 枚, 分割比率 9:1), 学習 3+4(画像枚数 2794 枚, 分割比率 8:2) の結果を比較してみると, 学習 4.1 が最も “bokeh” の AP 値が高く, ピントの合致した液滴に加え, ボケた液滴の認識精度も高いことが分かる. そこで, 液滴画像の推論に学習 4.1 で生成される重みを選定した.

学習 1, 学習 3 の推論時に使用した画像を用いて液滴画像の推論を行った. 推論結果を図 4.4.19 に示す.

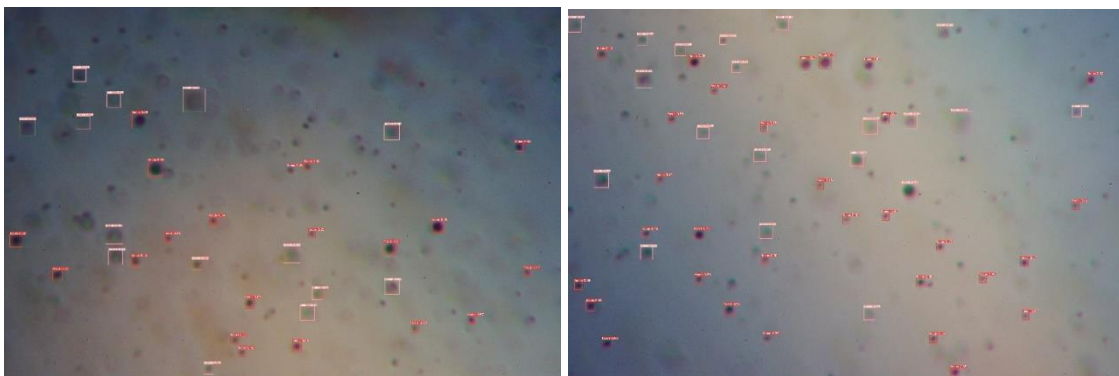


図 4.4.19 学習 4.1 推論結果

学習 4.1 では, ボケた液滴も高い精度で認識できるようになっているため, 学習 1, 学習 3 の推論結果と比べて認識液滴個数が増大していることが分かる. これにより, ピンボケの判断と, 高い精度で画像内に存在する液滴の個数把握もできるようになった.

4.4.5 学習 5

学習 5 は撮影した画像に写る液滴の解像度や色収差などの改善を目的としてフィルタを設置し液滴を撮影した異なる光学系II(5.7 節に記載)で撮影された画像に対して、液滴の認識精度を向上する目的で作成した。参考までにこの実験系で得られたデータに対し、学習 4.1 で作成した重みを用いても正確な認識ができなかった。学習 5 では、学習 4 と同様に“focus”と“bokeh”の 2 つのタグにて教師データを作成した。

使用した画像は流路装置IIを用いて、波長フィルタを通して撮影された液滴画像 1000 枚に対し、“focus”タグを 7921 個，“bokeh”タグを 952 個付与した。分割比率は train : valid = 9 : 1 に相当する train : 818 枚, valid : 100 枚に設定した。また、学習に使用した画像は動画からクロップされた画像を使用しているため、アスペクト比が 16:9 となり学習 4 までの画像の比である 3:2 と異なる。よって、処理の軽量化を目的としたリサイズでは 16:9 の比を維持する横 1280 pixel, 縦 720 pixel にて学習に使用した。

学習 5 の学習条件は、学習 4 までの学習で判明した最適条件で学習を行った。学習条件と学習結果、PR カーブをそれぞれ表 4.4.6, 図 4.4.20, 図 4.4.21 に示す。

表 4.4.6 学習 5 最適学習条件

batch	6
epochs	300
cfg	yolov5l
img	768
patience	0
weights	yolov5l.pt

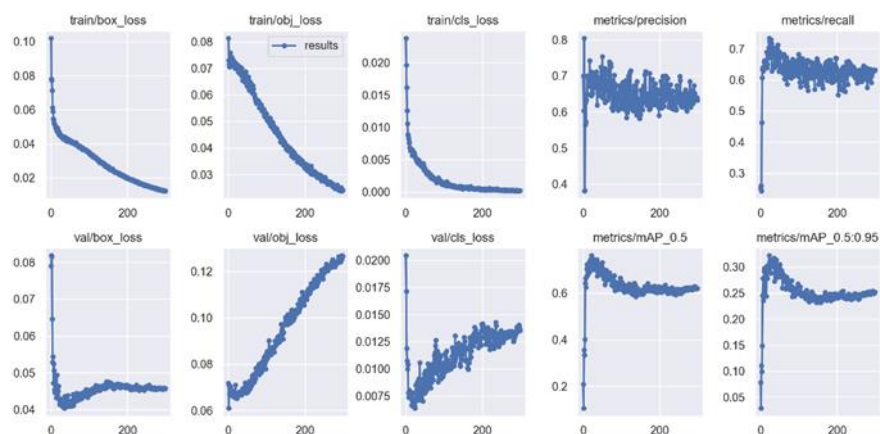


図 4.4.20 学習 5 学習結果

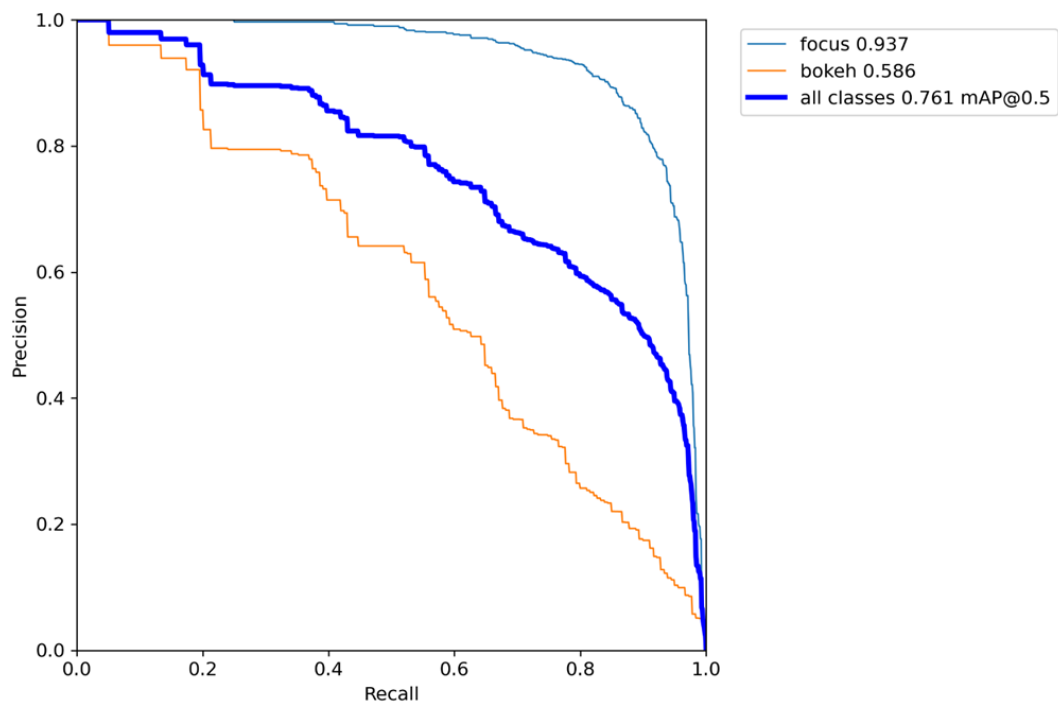


図 4.4.21 学習 5 PR カーブ

結果から、AP 値は十分に高い値であることが分かり、この学習で得られた重み関数は十分な性能を持つことが確認された。そこで、この重み関数を光学系IIを用いて撮影した観測画像に用いて液滴の推論を行った。推論結果を図 4.4.22 に示す。

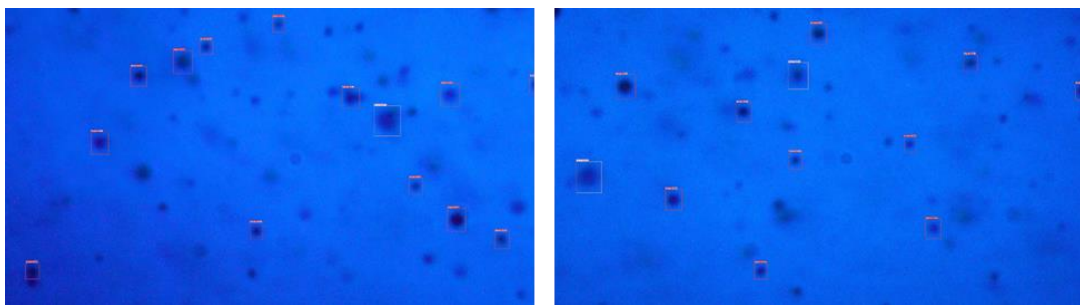


図 4.4.22 学習 5 推論結果

推論結果から、ボケの認識については学習 4.1 よりも低下していることが分かる。これは学習 5 は学習 4.1 と比べ教師データのデータ数が少ないこと、背景が青色であり判別が困難であるためと考えられる。しかし、ピントの合っている液滴は十分に認識できており、液滴認識について十分な精度であると判断したためこれを用いてフィルタありの観測データの解析を行った。

4.4.6 YOLO による液滴像推論

YOLO により上述した重み関数を用いて液滴を推論する際の指定変数を表 4.4.7 に示す。confidence は、クラス判定の閾値であり、0~1 の範囲で指定する。img は推論する画像の読み込みサイズを指定する。confidence と img の違いによる液滴認識の結果比較の検証についてはそれぞれ付録 Apx.8, Apx7 に記載する。project と name はそれぞれ推論結果の保存ディレクトリ名とファイル名を指定する。weights は学習によって得られた重みを指定する。source は推論する画像のディレクトリを指定する。save-crop は推論によって推測されたバウンディングボックスで切り取られた画像を JPEG 画像として保存する有無を指定する。推論によって液滴が検出された画像と、バウンディングボックスが切り取られた画像をそれぞれ図 4.4.22, 図 4.4.23 に示す。

表 4.4.7 YOLO 推論時の主な指定変数

confidence	クラス判定の閾値指定
img	推論画像のサイズ指定
name	推論結果保存ファイル名指定
project	推論結果保存ディレクトリ指定
weights	学習済み重み指定
source	読み込み画像パス指定
save-crop	バウンディングボックスの切り出し保存有無の指定

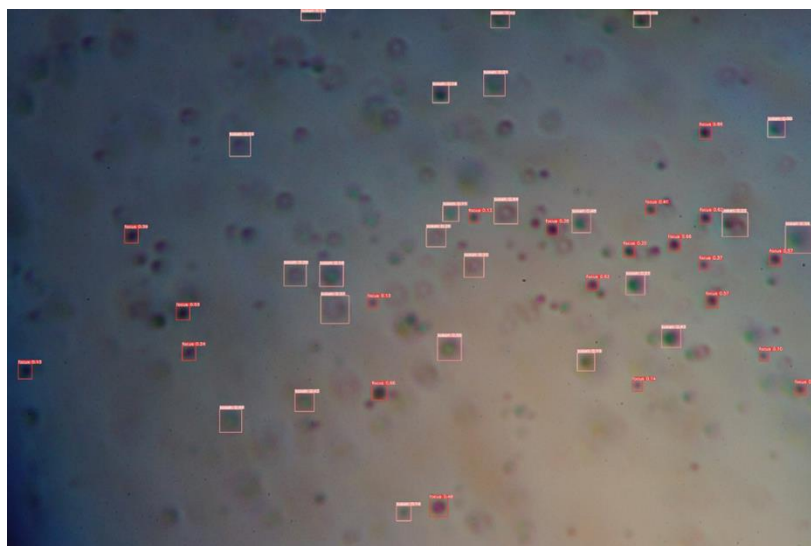


図 4.4.22 推論画像



図 4.4.23 バウンディングボックス画像

4.5 液滴粒径解析プログラム

液滴粒径を計測するためには YOLO の液滴認識によって切り取られた液滴画像から液滴粒径を計測する必要がある。そこで 2.3.3 節の先行研究で開発していた液滴粒径計測プログラムを YOLO 推論後に出力されるバウンディングボックスで切り抜かれた液滴画像に対応できるように改良した。プログラムフローを図 4.5.1 に示す。

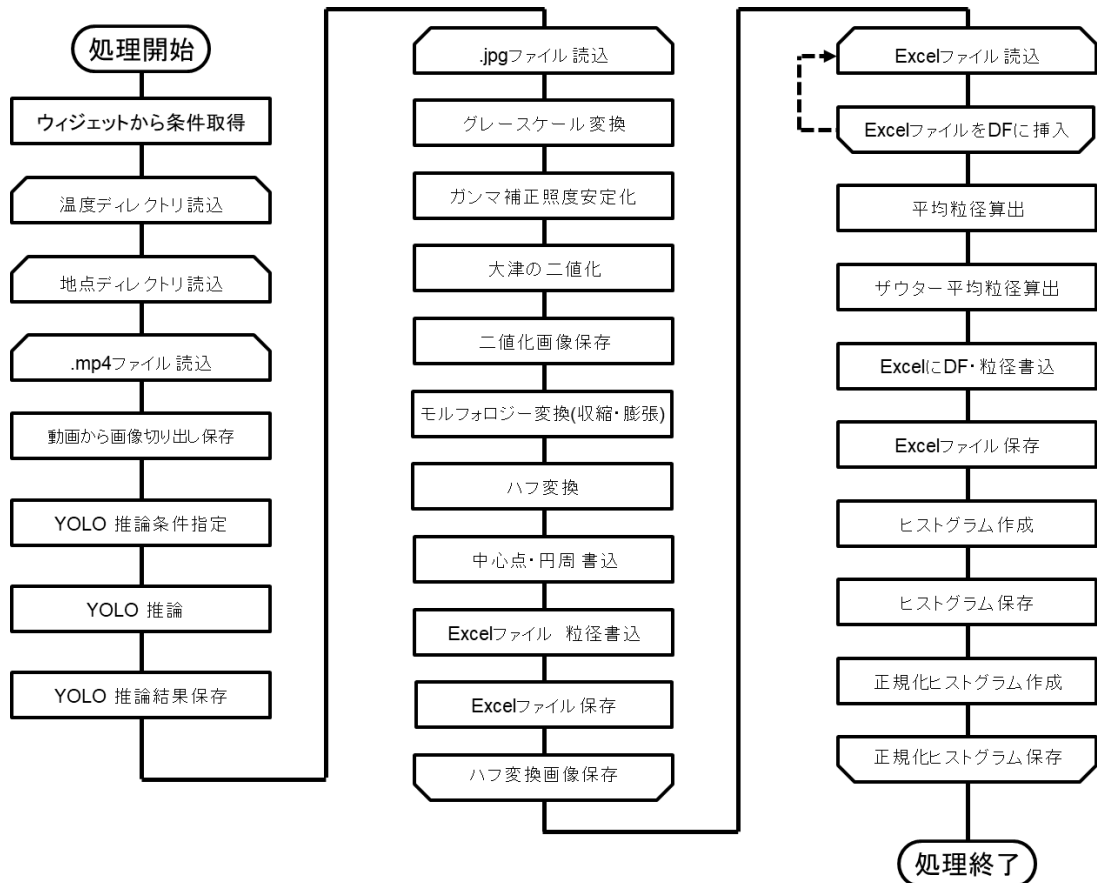


図 4.5.1 プログラムフロー

本プログラムではまず YOLO で認識された液滴はバウンディングボックスで切り抜かれて JPEG 画像として保存される。切り抜かれた液滴画像を図 4.5.2 に示す。

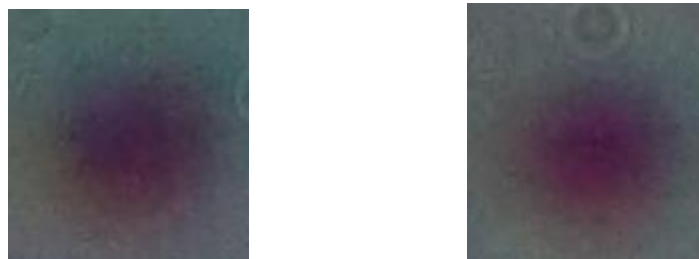


図 4.5.2 切り抜かれた液滴画像

切り抜かれた画像をグレースケール化し、ガンマ補正を利用した照度補正処理を行った。照度補正処理は1画素ごとに行う。ガンマ補正値を γ 、補正前の輝度値を src 、補正後の輝度値を dst とするとガンマ補正は(4.5)式のように表される。

$$dst = \left(\frac{src}{255}\right)^{\frac{1}{\gamma}} \times 255 \quad (4.5)$$

ガンマ補正前の輝度値 src の取得はガウシアンフィルタによってぼかした画像の輝度値を取得し、ガンマ補正値が0.5となるように補正後の輝度値 dst を算出し、照度補正処理を行った。

切り抜かれた画像の照度補正処理の後、二値化処理を行った。二値化処理は先行研究では決まった閾値を指定し二値化していたが、本研究では液滴像のみが切り出されるため、画像内部には液滴と背景のみが存在する。また、切り出される液滴画像はそれぞれ照度や影の濃さなどが異なることから、画像ごとに二値化の閾値を自動で決定できる大津の二値化手法を用いた。大津の二値化によって二値化された画像を図4.5.3に示す。先行研究で用いていた通常の二値化手法と大津の二値化の比較検証については付録Apx.9に記載する。

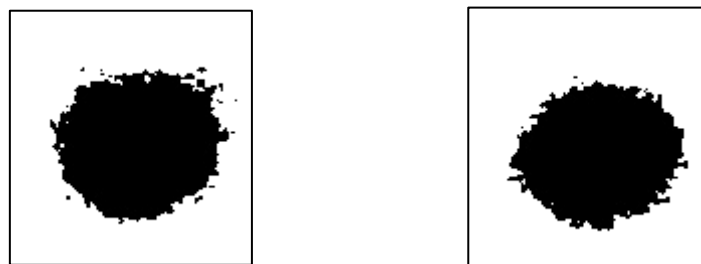


図 4.5.3 大津の二値化

二値化後、後述するハフ変換で正確な液滴直径の計測を実現するために、ノイズ処理としてモルフォロジー変換を行った。モルフォロジー変換はカーネルと呼ばれる0と1で構成された二次元の行列を用意し、入力画像の画素を走査し、近傍画素の値に変換する処理である。モルフォロジー変換には近傍画素の最小の画素値に変換する収縮処理と、近傍画素の最大の画素値に変換する膨張処理の2種があり、今回開発したプログラムでは、収縮処理の後、膨張処理を行う方式を採用した。これにより、液滴像内外のノイズを削減し、正確な円検出を実現した。モルフォロジー変換の有無によるハフ変換の精度については付録Apx.11に記載する。

その後、先行研究と同様にハフ変換を用いて画像毎に円の認識を行い、計測結果をExcelファイルに保存した。ハフ変換の条件等の詳細については付録Apx.12に記載する。先行研究では平均粒径とヒストグラムの出力は手動にて行っていたが、本研究ではこれらの出力

も自動化した。出力された Excel ファイルを Python のライブラリの一つである pandas のデータフレームに読み込み、平均粒径、ザウター平均粒径、ヒストグラムを出力した。

先行研究では円の誤検出を防ぐためにノイズ除去として一定値以下の領域を削除していたが、今回開発した計測プログラムでは領域削除を行う必要がない。つまり、どんな大きさの液滴であっても YOLO で液滴として認識されてしまえば粒径の計測ができるようになった。

4.6 全自動液滴認識解析プログラム

さらに、本研究では液滴粒径解析処理の全自動化および操作性の向上を目指し、GUI (Graphical User Interface) を用いた液滴径計測プログラムの開発を行った。プログラムフローを図 4.6.1 に示す。

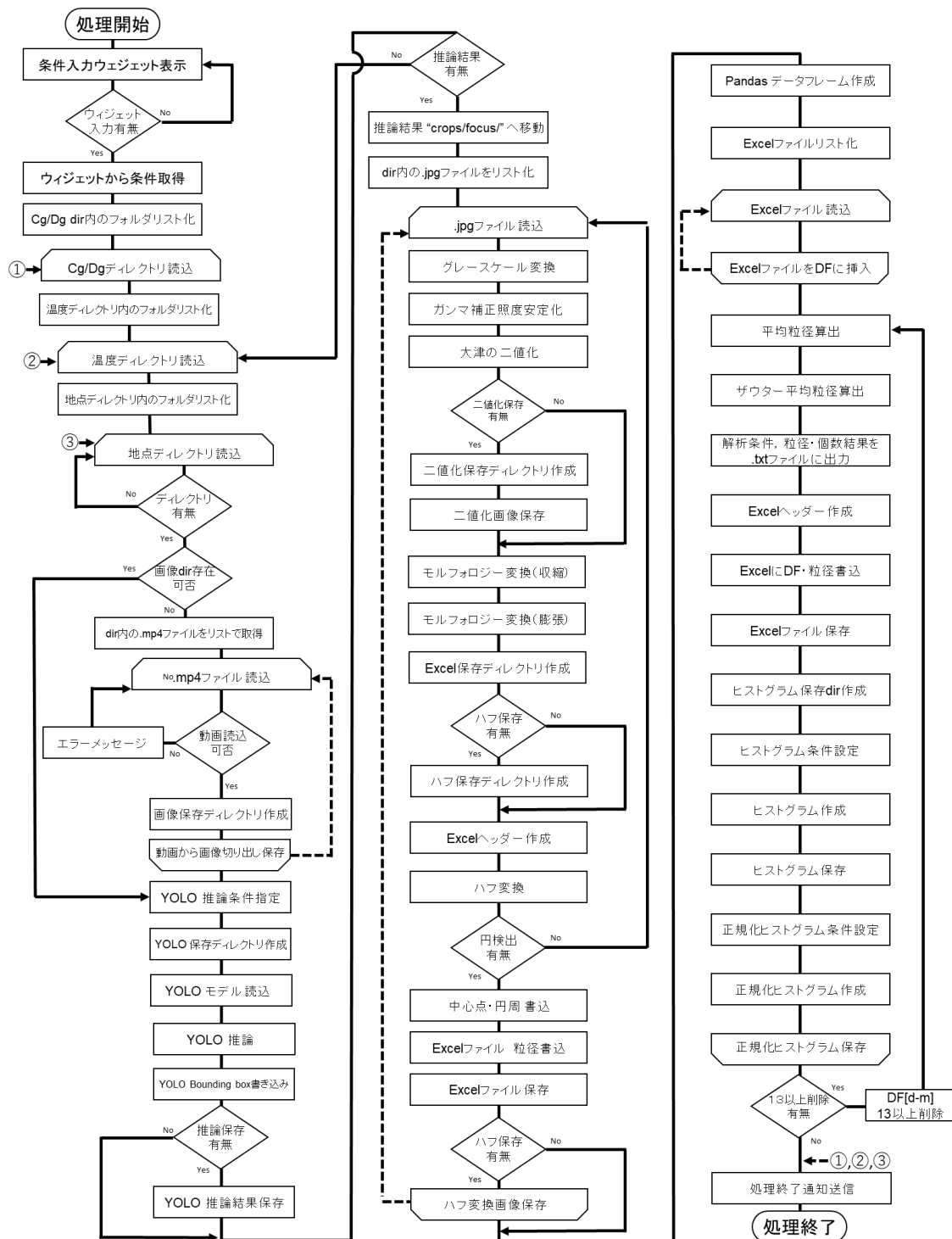


図 4.6.1 プログラムフロー

今回開発したプログラムは、動画を読み込み、1フレームごとに切り出し、YOLOの液滴認識処理の後、液滴粒径計測処理を行った。また、数多くの実験条件の解析を効率的に行うため、GUIを導入することで操作性を向上させた。GUIの操作画面を図4.6.2に示す。GUIの表示はpythonライブラリの一つであるtkinterを用いた。GUIには、読込先の指定、推論に使用する重みの指定、液滴認識のクラス分類閾値である“confidence”の数値の指定、認識した液滴の切り取り画像の保存有無の指定、推論の際の画像読込サイズの指定、円認識のハフ変換を行った結果の画像保存有無の指定、二値化画像の保存有無の指定、推論の際の画像保存有無の指定、誤検出の多い13 μm以上の領域を含まず解析するか否かの指定を選択できる。13 μm以上の領域の誤検出については第5章にて記載する。



図 4.6.2 今回開発したプログラムの解析条件設定時の操作パネル

4.7 本解析プログラムの課題

今回開発した液滴粒径解析プログラムは先行研究と比べ、高い精度で数多くの液滴の粒径計測を実現し、且つ効率的に解析を行うことができた。しかし、まだ解決すべき点として下記の3点がある。

- ① 教師データの質
- ② 液滴の正確な計測ができていない
- ③ 処理時間とデータコスト

一つ目として、教師データの質による認識量の差がある。教師データを作成する際、学習4までは確実にピントが合致している液滴のみをアノテーションし、教師データとして作成した。そのため、3 μm 以下の液滴の認識ができていなかった。学習5では小さな液滴の認識に着目し、小さめの液滴もアノテーションして教師データに加えたところ、小さい液滴の認識個数が増加した。つまり、教師データの作成時におけるアノテーションの質が液滴認識に大きく関わることを判明した。現状、教師データの作成の際のピントの判断は作成者の感覚で行っており、すべての教師データにおいて一定の質でアノテーションができていないと考える。よって、教師データ作成においてボケ等を数値で示し、すべての教師データにおいてアノテーションの質を保つ必要がある。また、教師データを用いない学習方法で液滴認識を試みることもやってみたい。

二つ目として、液滴の正確な計測ができていない点である。これは液滴粒径の計測において用いている二値化処理と円検出処理の精度が原因であると考えられる。二値化処理は大津の二値化を用いたが、液滴と背景を正確に分別できていない例が見られた。よって、二値化処理の手法の変更を検討したが、時間の都合上、計測プログラムへの導入までには至らなかった。検討した二値化手法については付録 Apx.10 に記載する。また、円検出で用いているハフ変換はパラメータを手動で調整し、多くの液滴の粒径を取得できるパラメータに合わせた値によって計測を行っており、まだまだパラメータの絞り込みは可能であると考えられる。よって今後は、二値化処理と円検出処理の最適化を行い、より正確な計測の実現が必要である。

三つ目は処理時間とデータコストの問題である。実験のデータは8K相当の動画ファイルで取得されるため、動画をフレームごとに画像に書き出し、その後液滴の認識と粒径の計測を行っている。8K相当の動画を画像に書き出すため、1つの温度条件での実験で得られるデータを解析すると500GBを超えるデータが生成される。そのため、データの取り扱いが簡単には行えず、データ保管にも膨大な記憶媒体が必要になっている。そこで、今後はリアルタイム計測などを行うことによるデータコストの削減を検討することも一つの手段であるとする。YOLOは動画の読込にも対応しているが、現在の粒径計測プログラムは液滴粒径を計測する二値化やハフ変換などの画像処理の部分に膨大な時間がかかるため、リアル

タイムでの粒径計測は実現できていない. よって, 粒径計測処理の軽量化, マルチコアによる並行処理などを行うことでリアルタイムでの計測を目指したい.

第 5 章 微小液滴蒸発挙動の観測と解析

5.1 概要

本章では第 3 章, 第 4 章で述べた観測装置, 解析プログラムを用いて行った液滴蒸発挙動の実験と解析について述べる. まず, 新たな装置群を使用するために行った実験について記述した後, 液滴の蒸発挙動の観測方法液滴の蒸発挙動を解析した結果を示す.

5.2 倍率算出実験

本節では, 3.5 節で述べた撮影装置の変更によって発生した撮影倍率の変化を測定し, 1 pixel が何 μm に相当するかを計測した実験の詳細を述べる.

本研究で導入したレンズはマイクロ스코ープ用レンズであり, 倍率を 50~400 倍で可変可能である. よって, 液滴粒径の計測に最適な倍率を調査しておく必要がある. また, 先行研究までに用いていたカメラのセンサーサイズは APS-C であったが, 本研究で導入したカメラのセンサーはフルサイズであり, 先行研究に比べ約 1.5 倍センサーサイズが大きくなったことにより, 倍率は約 1.5 倍程度低くなる. これらを考慮した最適倍率を求めるために, 本研究で導入した新撮影装置群を用いてマイクロスケールを撮影し, 最適倍率を求めた.

5.2.1 実験方法

マイクロスケールを流路装置側面に設置し, マイクロ스코ープレンズと接続したカメラで, マイクロスケール上の $\phi 0.07 \text{ mm}$ ($\phi 70 \mu\text{m}$) の点を撮影し, 1 pixel 当たりの大きさを計測した. この時マイクロ스코ープレンズの倍率は倍率 $\times 300$, $\times 350$, $\times 400$ の 3 条件で撮影した. また, 5.6 節で述べるが, マイクロ스코ープレンズのみでは倍率不足が明らかになったため, 倍率 2 倍のエクステンダーレンズを装着した場合でも撮影した. 本研究では写真と動画の 2 種類の撮影手法を取っており, 写真は先行研究で用いていた NEX-7, 動画は $\alpha 7R \text{ V}$ を用いており, それぞれ異なる撮像素子を搭載しているため, 拡大率が変化する. そのため, それぞれのカメラをマイクロ스코ープレンズと接続し, $\phi 0.07 \text{ mm}$ ($\phi 70 \mu\text{m}$) のマイクロスケールを撮影し, 1 pixel がどの程度の大きさに相当するのか計測する実験を行った. 使用したマイクロスケール, 実験の様子をそれぞれ図 5.2.1, 図 5.2.2 に示す. 写真は撮影したデータをそのまま用い, 動画に関しては 1 フレームごとに画像として切り出した後, それぞれ windows 標準ソフトウェアであるペイントを用いて $70 \mu\text{m}$ のピクセル数を 10 回測定し, 平均値を算出した.

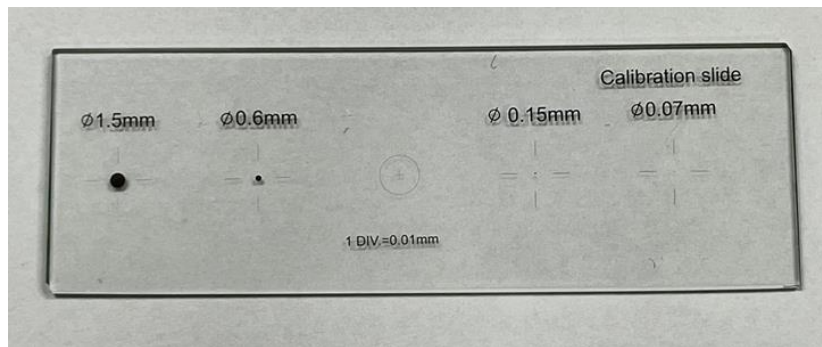


図 5.2.1 マイクロスケール

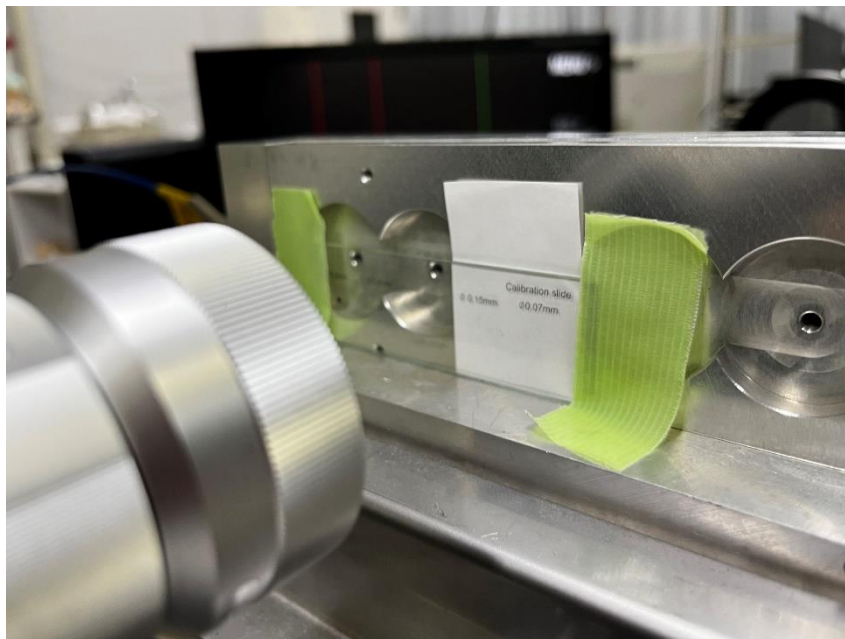


図 5.2.2 倍率算出実験の様子

5.2.2 実験結果

マイクロスケール上の $\phi 0.07 \text{ mm}$ ($\phi 70 \mu\text{m}$)の点をマイクロスコوپレンズの倍率を $\times 300$, $\times 350$, $\times 400$ にそれぞれ設定し, 写真と動画で撮影した結果を図 5.2.3 に示す. また, ピクセル数と 1 pixel あたりの長さの計測結果を表 5.2.1 に示す. 詳細については後述するが, 写真で撮影する場合, マイクロスコوپレンズの適正倍率が $\times 350$ であったため, 動画用の適正倍率を求める際にはマイクロスコوپレンズの倍率を $\times 350$ と $\times 400$ の時のみを選別した. また, エクステンダーレンズを装着した状態でのマイクロスコوپレンズの適正倍率の調査は動画のみで行った.

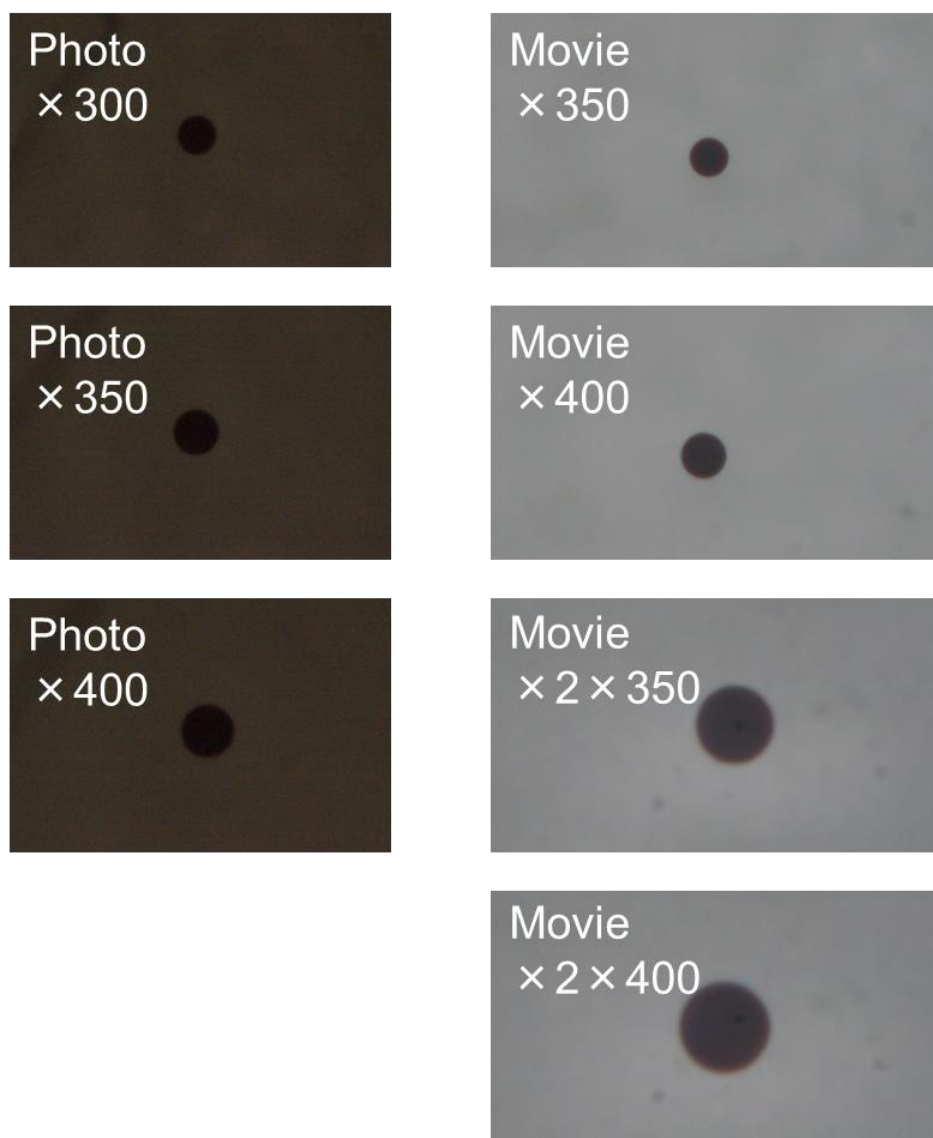


図 5.2.3 マイクロスケール $\phi 0.07 \text{ mm}$ ($\phi 70 \mu\text{m}$)を各条件の下で撮影した際の撮影画像

表 5.2.1 マイクロスケール $\phi 0.07 \text{ mm } (\phi 70 \mu\text{m})$ を各条件の下で撮影した際の計測結果

Photo (NEX-7)			Movie ($\alpha 7R V$)		
magnification	pixels	Length [nm]	magnification	pixels	Length [nm]
×300	620	112.9	×350	660	106.1
×350	720	97.2	×400	770	90.9
×400	820	85.4	×2 ×350	1340	52.2
			×2 ×400	1550	45.2

5.2.3 考察

結果より、マイクロSCOPEレンズの倍率を×300 に設定し、写真で $\phi 0.07 \text{ mm } (\phi 70 \mu\text{m})$ のマイクロスケールを撮影したところ、1 pixel 当たり 113 nm であった。先行研究の解像度は1 pixel 当たり 41.1 nm であったのでこの設定では液滴を十分な精度で計測するために必要な解像度を満たしていないことが分かった、また、マイクロSCOPEレンズの倍率を×400 に設定して写真で撮影すると撮影範囲が狭くなることから、写真撮影用のマイクロSCOPEレンズの最適倍率として×350 を採用した。また、動画撮影用にマイクロSCOPEレンズの倍率を×350 に設定し撮影したところ、1 pixel 当たり 106 nm であり、写真撮影時のマイクロSCOPEレンズ倍率が×300 に近い解像度であった。そのため、動画撮影時のマイクロSCOPEレンズの適正倍率として×400 を採用した。動画撮影時の拡大倍率が下がった理由は、3.5.2 節で述べたように先行研究で使用していた NEX-7 に搭載されている撮像素子の APS-C 規格のセンサーは本研究で導入した $\alpha 7R V$ に搭載されている撮像素子であるフルサイズ規格のセンサー比べて面積比が 43 % であり、レンズ倍率が同一の場合、フルサイズは APS-C に比べセンサーに写る像のサイズが小さくなり、拡大率の低下が発生した。

また、本研究の撮影装置で撮影できる範囲は

- 写真(マイクロSCOPEレンズ倍率×350 設定時) : 横 583.2 μm , 縦 388.8 μm
- 動画(マイクロSCOPEレンズ倍率×400 設定時) : 横 698.1 μm , 縦 392.7 μm

である。先行研究の装置群を用いた場合、その撮像範囲は横 247.3 μm , 縦 164.2 μm であったので、本研究の撮影装置の撮像範囲は写真 (×350) の場合、約 5.5 倍、動画 (×400) の場合、約 6.8 倍の広い範囲を撮影することができる。

また、エクステンダーレンズを装着した場合、マイクロSCOPEレンズの設定倍率が×350 でも、先行研究の撮影装置で得られる解像度に近い、1 pixel 当たり 52 nm 程度の解像度であった。ちなみに、マイクロSCOPEレンズの被写界深度はマイクロSCOPEレンズの設定倍率が×400 の時 80 μm であり、先行研究で用いられていた顕微鏡用の対物レンズの被写界深度は 1.36 μm であるため、マイクロSCOPEレンズにより、被写界深度は先行研究よりもはるかに向上しつつ、撮影する像の拡大率を同程度に保つことができた。

5.3 動画検証実験

動画撮影で液滴の観測を行うために考慮しなければならない点として以下の4点がある。

- フレームレート
- 記録方式
- シャッタースピード
- 光源発光周期

フレームレートは1秒間に撮影する枚数を指定する。記録方式は奇数偶数の走査線の信号を交互に読み出すインターレス走査(i)と同時に読み出すプログレッシブ走査(p)の2種類がある。シャッタースピードは1枚の画像撮影の際の露光時間を指定する。動画撮影時のシャッターは写真撮影で用いられるメカシャッターではなく撮像素子で制御される電子シャッターを用いる。光源発光周期は光源装置に由来し、今回採用した装置は22 nsの発光を1~25 Hzの周波数の範囲で指定が可能である。

液滴像を明確に撮影するためには1フレームに1回の発光が必要であり、光源の周波数がフレームレートよりも速ければ1フレームに光源が2回以上発光することがある。これにより、1回目の発光で捉えられた液滴像に2回目の発光が重なることで液滴像が薄くなり認識が困難になる。また、逆に光源の周波数がフレームレートよりも遅ければ、1フレームに光源が発光せず真っ黒で何も写らない画像が出てきてしまい、観測の効率が悪くなる。

また、上述のフレームレートと光源の発光周期に加え、シャッタースピードも調整が必要である。動画撮影でのシャッタースピードは本来、物体の動きに合わせてシャッタースピードを調整することでより滑らかな映像を撮影するために用いられるが、本研究では光源装置を用いて疑似的に22 nsのシャッタースピードを実現している。そのため、本研究では、シャッタースピードで指定される露光時間の間にフレームレートで指定された1フレーム、且つ光源が1回発光する必要がある。しかし、本研究で導入したカメラは8K撮影の場合、24 fpsしか選択できない。また、光源装置の発光間隔はダイヤルのつまみを回し、1~25 Hzの間で発光の周波数を設定できるが、無段階のダイヤルであるため実験日や実験者による発光間隔の差が発生する可能性が考えられる。そのため、動画撮影時には、発光間隔は光源装置の最高速度である25 Hzで固定した。また、カメラで指定できるシャッタースピードは1/40 s, 1/30 s, 1/25 s, 1/20 s, 1/15 sのように段数で指定されている。フレームレートを24 fpsで撮影を行う場合、光源装置の発光周期とシャッタースピードをフレームレートと同調させるため、それぞれ24 Hz, 1/24 sに指定したい。しかし、これは上述したように困難、または指定ができない。よって、調整が容易に可能であるシャッタースピードで最適に撮影できる撮影条件を調査するため実験を行った。

5.3.1 実験方法

本研究で開発した流路装置 I を含む観測装置を用いて実験を行った。本研究で導入したカメラは 8K で撮影を行う場合、記録方式はプログレッシブ走査(p)しか指定できないため、これを用いた。各種装置の実験条件を表 5.3.1 に示す。光源装置の発光間隔は最高速度である 25 Hz で行った。シャッタースピードは光源装置の発光間隔に近い値が最適であると予想されたため、1/25 s 付近である 1/40 s ~ 1/15 s の範囲で設定し撮影を行った。

表 5.3.1 実験条件

Recording Shooting mode	24p
Shutter speed [s]	1/40, 1/30, 1/25, 1/20, 1/15
Flash interval [Hz]	25

5.3.2 実験結果

シャッタースピードは 1/40 s, 1/30 s, 1/25 s, 1/20 s, 1/15 s, 光源装置は 25 Hz で撮影した実験結果をそれぞれ図 5.3.1, 図 5.3.2, 図 5.3.3, 図 5.3.4, 図 5.3.5 に示す。それぞれの図の画像は左上から右下にかけて連続して撮影された画像である。結果から分かる通り、シャッタースピードが遅くなるにつれて撮像できていない黒帯部分の幅が狭くなり、1/15 s では白帯が表れている画像が見られ、1 フレームのうちに光源が 2 回発光してしまっていることが分かる。また、シャッタースピードが 1/20 s と 1/15 s の時の結果は、2 枚続けて同じ画像が確認された。



図 5.3.1 SS 1/40 25 Hz



图 5.3.2 SS 1/30 25 Hz

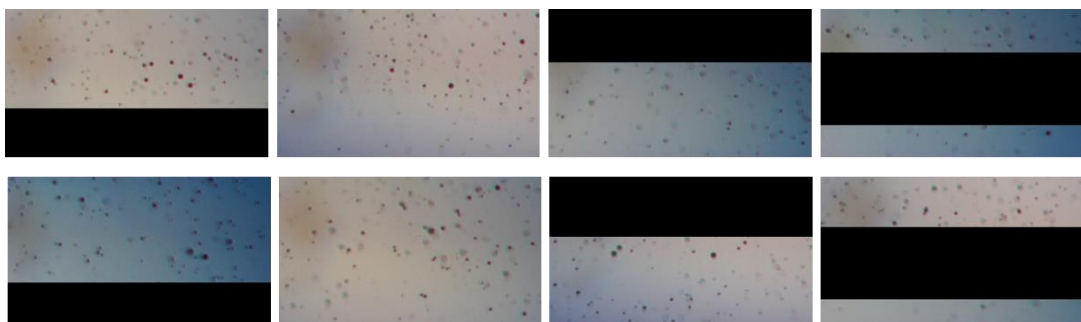


图 5.3.3 SS 1/25 25 Hz

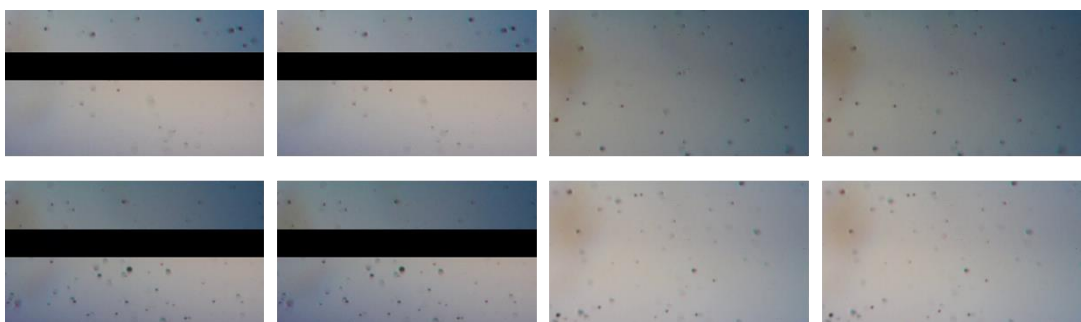


图 5.3.4 SS 1/20 25 Hz

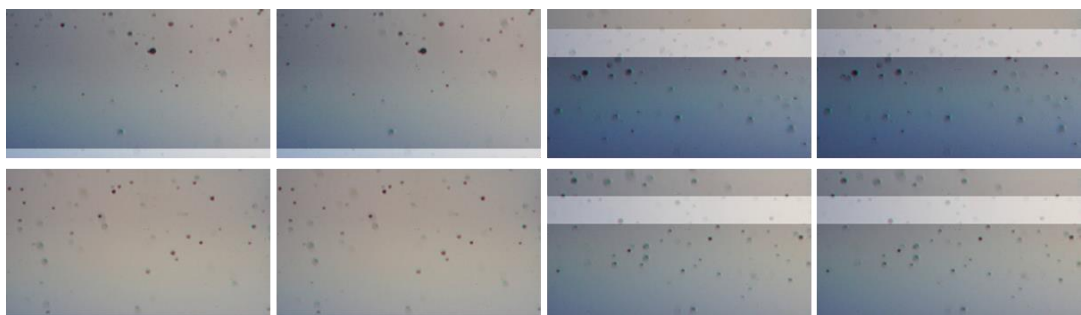


图 5.3.5 SS 1/15 25 Hz

5.3.3 考察

フレームレート，光源の発光周期，シャッタースピードの関係性を示した図を図 5.3.6 に示す．シャッタースピードが 1/20 秒より遅い場合，2 枚続けて同じ画像が出力されたのは，シャッタースピードが光源装置の発光間隔およびカメラで指定するフレームレートよりも長く，シャッタースピードが 1/20 秒開いている間に 2 度の読込が行われているためである．比較的速いシャッタースピードで撮影する場合，シャッターの機構はセンサー面の前に設置されており，先幕と後幕の 2 枚のシャッター幕で構成されている．2 つのシャッター幕がそれぞれ上下に開閉動作を行い，指定された時間でシャッターを開くことができる．カメラのシャッター機構は 1 秒以下など速い動作を求められるため，ほとんどの場合，先幕と後幕を同時に動作させ，スリットのようにシャッター幕をセンサー前面で通過させることで撮像素子に届く光の量と時間を調整している．図 5.3.7 に示すように，シャッタースピードが 1/25 秒の場合には撮像素子の光情報を読み込むフレームレートは 1 回，光源の発光回数も 1 回であるため，1 枚の画像で 1 回の発光が行われる．しかし，フレームレートとシャッタースピードが一致していないため，画像にはシャッター幕によって光が遮られた黒い帯が撮像される．シャッタースピードが 1/20 秒の場合，シャッターが開いている間にフレームレートが読込の処理を 2 回行い，光源は 1 回のみ発光する．シャッタースピードがフレームレートよりも遅い場合，フレームレートでの 2 回目の読込では前の画像情報を繰り返して読み込むため，図 5.3.4 のように同じ画像が 2 枚続けて出力された．シャッタースピードが 1/15 秒の時は，シャッターが開いている間にフレームレートが 2 回の読込を行い，光源も 2 回発光する．この場合，2 回目の読込時は前の画像情報を読み込むため，2 枚続けて同じ画像が出力されるが，図 5.3.8 に示すように，シャッター幕のスリットの部分がセンサー前面を通過する間に 2 回の発光が行われている．これにより，1 回目と 2 回目の発光で重なった部分の領域は 2 倍の光量になるため，白帯が画像に出力されている．解析プログラムにて解析を行う場合，シャッタースピードが 1/20 秒よりも遅い場合，同様の結果が重複して計測されるため，正確な解析ができない．反対に，シャッタースピードが速い場合は観測結果の重複は発生しないが，光源の発光とシャッタースピード，フレームレートのタイミングが合わず撮像できない領域が増加する．よって，本研究での撮影条件としてはデータが重複せず最も撮影領域が広くとれているシャッタースピード 1/25 秒を採用することとした．

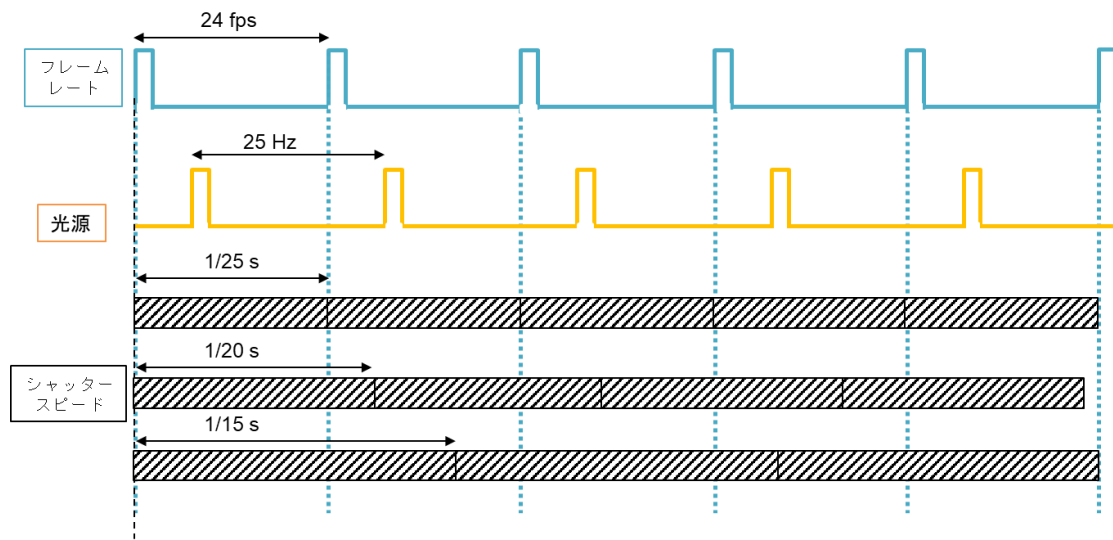


図 5.3.6 フレームレート，光源の発光周期，シャッタースピードの関係性

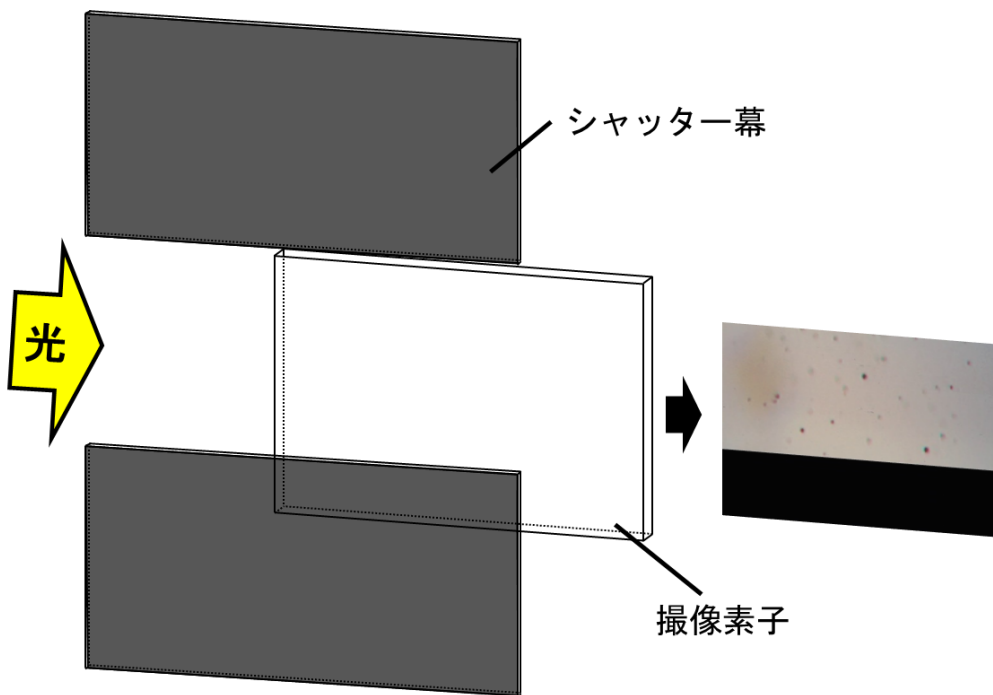


図 5.3.7 シャッタースピード 1/25 秒の撮影時の仕組み

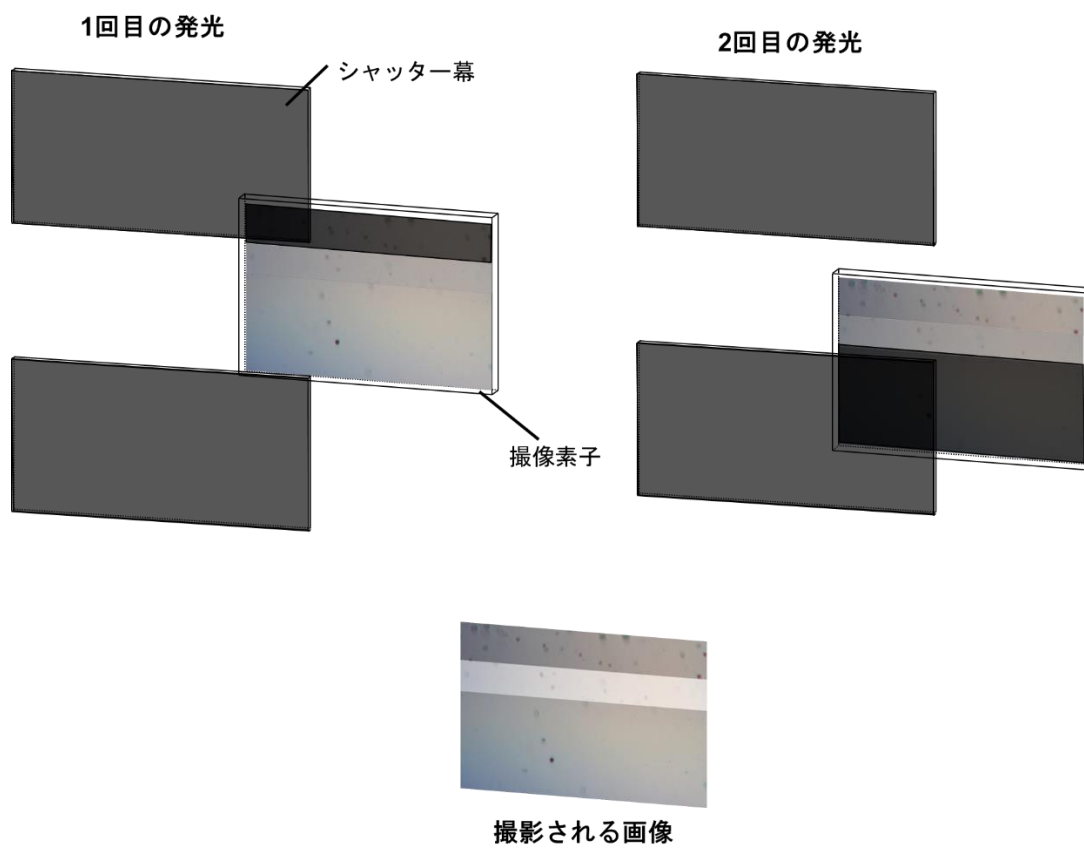


図 5.3.8 シャッタースピード 1/15 秒の撮影時の仕組み

5.4 流路装置後部流温度計測実験

今回開発した流路装置が加熱装置によって加熱され流路装置内を通過する流体が適切に昇温されているか確認するため、流路装置後部の流れ場出口から流出する流体の温度を計測した。流路装置Ⅰ，および流路装置Ⅱに対して同様の計測を行った。

5.4.1 実験方法

はじめに流路装置の流れ場幅に違いによって流路内に流れる流動流体の温度がどの程度温度場へ影響するかを調べるため、流路装置Ⅰ，流路装置Ⅱのそれぞれの出口温度を計測した。流路装置の出口から1 cm程度の距離に熱電対を設置し、温度計に表示される温度を読み取った。実験の様子を図5.4.1，実験条件を表5.4.1に示す。ヒーターは流路装置の上下に設置されており、それぞれ熱電対でフィードバック制御されている。流路装置の本体側面にも熱電対を設置し温度を監視したところ、ヒーター設定温度よりも10℃程度低くなっていることが判明した。そこで、流路装置が設定温度になるようヒーター設定温度を少し高めに設定した。



図 5.4.1 後部出口流計測の様子

表 5.4.1 流れ場幅実験条件

Flow width [mm]	1, 5
Temperature [°C]	100~350
Flow rate [L/min]	2.0

5.4.2 実験結果

温度計測結果を表 5.4.2 に示す。結果より、流路装置 I は十分に流路内が加熱されず、流路装置本体側面の設定温度に近く、設定温度よりも低い傾向が判明した。流路装置 II を流動する流体の温度は流路装置 I を用いる場合に比べどの温度帯でも十分に加熱されていることが判明した。

表 5.4.2 温度計測結果

temperature (heater) [°C]	Observation temperature [°C]	
	1 mm wide [°C]	5 mm wide [°C]
100 (110)	60	90
200 (210)	120	170
300 (312)	180	250
325 (340)	210	280

5.4.3 考察

本研究で用いたヒーターの最高出力は 1.7 kW であり、ヒーター部の最高到達温度は 368 °C 程度であった。ヒーターと流路装置間の熱伝導や加熱装置、流路装置からの放熱により、流路装置側面の温度はヒーター温度と差が確認された。一方、流路装置 I、II どちらを用いた場合でも、流れ場を流れるミスト流の温度は流路装置本体側面の温度よりも低かったが、流路装置 II を用いた方が、流れ場内を流れる流体を加熱しやすいことが判明したため、本研究では流路装置 II を用いることにした。

流路装置 I を用いた際、流れ場を流れるミスト流の加熱が流路装置 II を用いる場合に比べ、十分でない要因として、流体と加熱面との接触面積の差があげられる。流れ場は側面が石英ガラス、上下面がアルミ合金で挟まれた構造である。石英ガラスは熱伝導率が低いため、流れ場内を流れる流体を加熱できるのは主にアルミ合金の面からである。よって、流路装置 I と流路装置 II では上下面の幅が異なり流路装置 II の方がより大きな熱を流れ場内を流れる流体へ伝熱することができる。よって、流路装置 II の方が流れ場内を流れるミスト流の温度を流路装置本体側面の設定温度に近づけられた。

5.5 流路装置 I (流れ場幅 1 mm 仕様) 観測実験

3.2.1 節の流路装置 I を用いた観測実験の詳細について本節で述べる。

5.5.1 実験方法

液滴観測実験で用いる装置群と解析システムの概要図を図 5.5.1 に示す。流路装置 I と、第 3 章で述べた観測装置群を用いて動画撮影にて実験を行った。マイクロSCOPEレンズの設定倍率は×400である。解析は第 4 章で述べた解析プログラムを用いて液滴数と液滴粒径の解析を行った。実験条件と解析条件をそれぞれ表 5.5.1, 表 5.5.2 に示す。

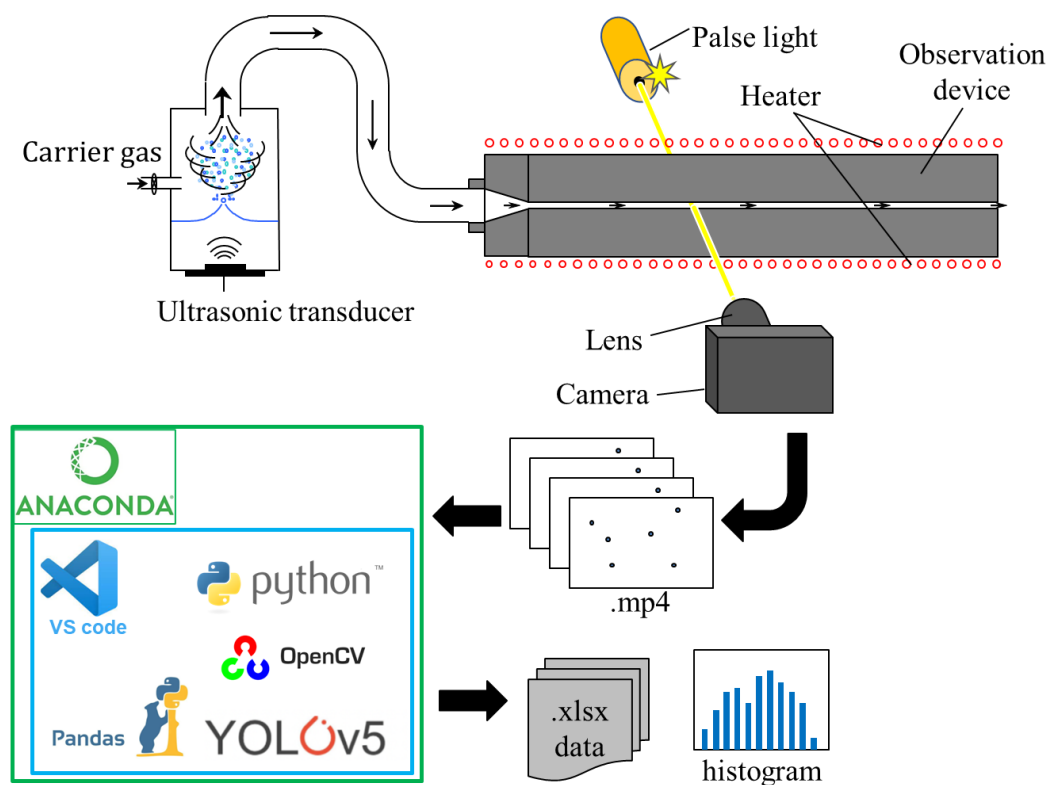


図 5.5.1 装置群概要図

表 5.5.1 実験条件

Solvent	H ₂ O
Temperature [°C]	100
Carrier gas / dilution gas [L/min]	2.0 / 0.0
Observe position from inlet [mm]	25, 50, 75, 100, 125, 150, 175, 200, 225, 250, 275, 300, 325, 350, 375, 400, 425, 450, 475, 500
Power [V·A]	24 · 0.64
Pulse time [ns]	22
Measurement time [s]	120
ISO sensitivity	2000
Ambient temperature [°C]	24
Ambient humidity [%]	16

表 5.5.2 解析条件

YOLO weights	学習 4.1
confidence	0.3
image size	768

5.5.2 実験結果

実験で得られた各観測地点の代表的な画像を図 5.5.2 に示す。



図 5.5.2 流路装置 I 100 °C実験結果

また、解析で得られた各観測地点のヒストグラムと平均粒径をそれぞれ図 5.5.3 に示す。各ヒストグラムの左上に上から算術平均粒径 D [μm]とザウター平均粒径 D_s [μm]を示し、右上に上からピント合致として認識した液滴個数、ボケとして認識した液滴個数、ピント合致とボケた液滴の合計を総認識個数として示す。算術平均粒径は、全液滴の粒径の合計値をピント合致として認識した液滴個数で割った平均値である。ザウター平均粒径とは広い分布を持つ粒子の大きさを評価する際に用いられる平均値である。粒子が小さいものから大きいものが分布する場合と中程度の粒径が分布する場合では同じ算術平均粒径であっても表面積と体積の比率が異なるため、それらの粒子が周囲へもたらす影響は異なってくる。これを考慮できる評価指標としてザウター平均粒径が用いられる。ザウター平均粒径の算出式を(5.1)式に示す。 n が液滴個数、 d が液滴粒径である。

$$D_s = \frac{\sum nd^3}{\sum nd^2} \quad (5.1)$$

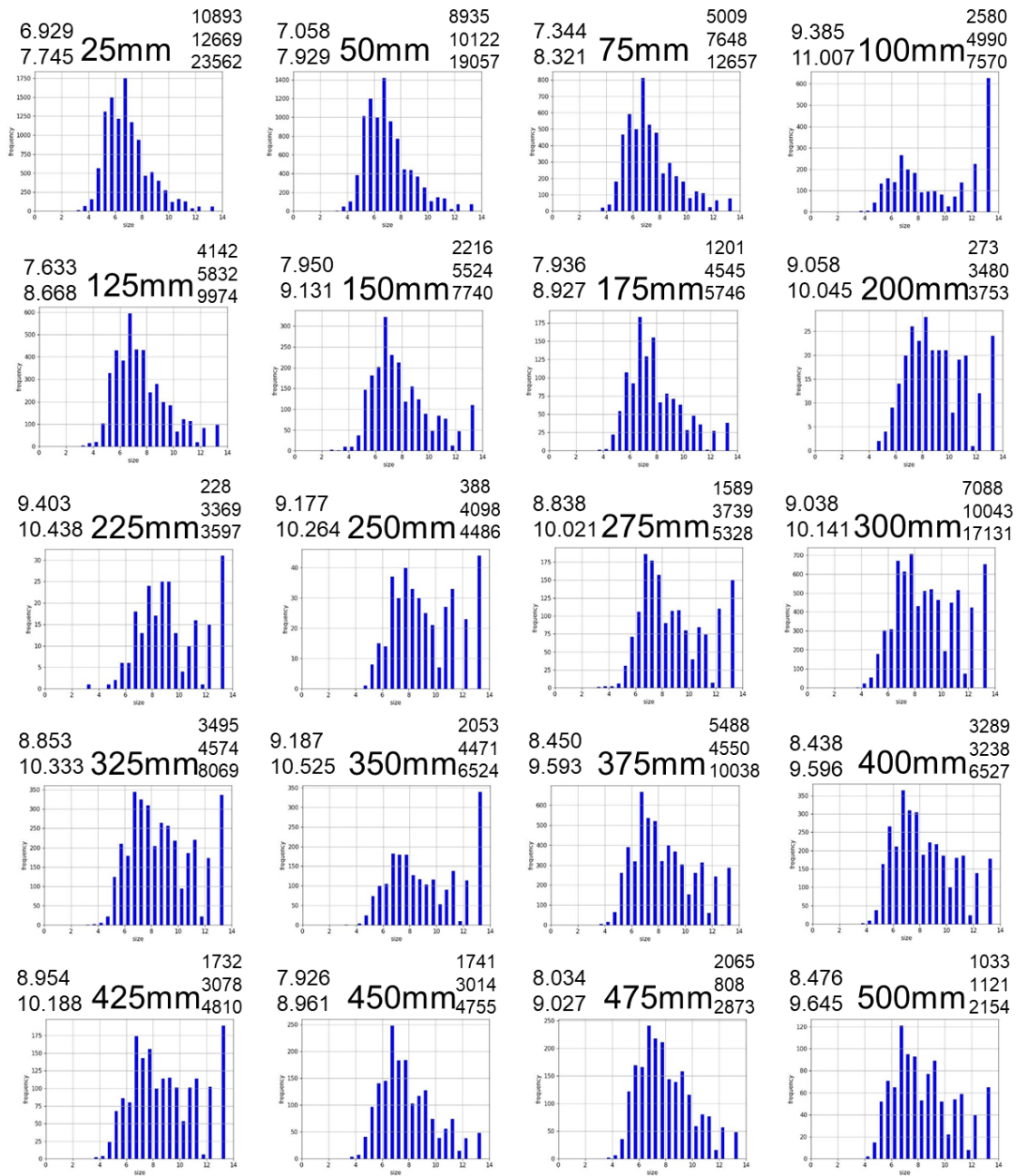


図 5.5.3 流路装置 I 100 °C解析結果

5.5.3 考察

先行研究では統計的な分析が可能となる液滴個数を観測することができる最下流地点は 300 mm であったが、今回開発した流路装置 I では最大観測地点である 500 mm でも十分な数の液滴を観測することができた。この理由として、流れ場が 1 mm 幅になったことにより、流れ場内に存在する液滴密度が向上し、撮影装置によって捉えられる液滴個数が増加したことに加え、1 条件当たりの撮影枚数が、先行研究までは写真撮影で数百枚が限度であったのに対し、動画計測を実現したことによって数千枚に向上したことの 2 点が挙げられる。しかしながら、5.4 節でも述べたように流路装置 I は流れ場内を流れるミスト流の温度を十分に昇温できないことが判明した。ヒーター出力にも限界があるため高温場での液滴蒸発観測が困難であったことから流路装置 I は液滴観測実験には適さないことが判明した。

また、多くの観測地点において 13 μm 付近に多くの液滴が計測された。調査をしてみると、レンズの屈折に起因する色収差によって液滴像に緑色のボケが投影され、このボケを含む液滴像を液滴粒径と誤認識していることが判明した。緑ボケが映りこむ液滴像を図 5.5.4 に示す。

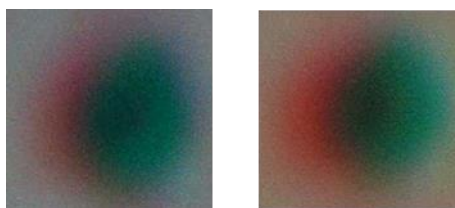


図 5.5.4 緑ボケが映りこむ液滴画像

5.6 流路装置Ⅱ (流れ場幅 5 mm 仕様) 観測実験

3.2.2 節で述べた流路装置Ⅱと本研究で開発した観測システムを用いた液滴観測実験について本節で述べる。

5.6.1 実験方法

実験条件と解析条件をそれぞれ表 5.6.1, 表 5.6.2 に示す。5.5.1 節で述べた実験方法と同じ手法で、流路装置Ⅰから流路装置Ⅱに変更して実験と解析を行った。流路装置Ⅰを用いた実験では c.g/d.g で調整される流路装置に供給するガスの総流量をあまり大きくすると噴霧器が圧力に耐えられないため、最大総流量を 2 L/min までとして実験をしていた。しかし、流路装置Ⅱになり流れ場幅が 5 mm になったことで流路装置に供給するガスの総流量を増加させることができた。本節では液滴を最も下流域で見ることのできた条件である c.g/d.g=4.0 / 0.0 の条件について報告する。その他の流量で行った実験については付録 Apx.18 に記載する。

表 5.6.1 実験条件

Solvent	H ₂ O
Temperature [°C]	100, 150, 200, 250, 300, 325
Carrier gas / dilution gas [L/min]	4.0 / 0.0
Observe position from inlet [mm]	25, 50, 75, 100, 125, 150, 175, 200, 225, 250, 275, 300, 325, 350, 375, 400, 425, 450, 475, 500
Power [V·A]	24 · 0.64
Pulse time [ns]	22
Measurement time [s]	120, 240
ISO sensitivity	2000
Ambient temperature [°C]	23~26
Ambient humidity [%]	16~40

表 5.6.2 解析条件

YOLO weights	学習 4.1
confidence	0.3
image size	768

5.6.2 実験結果

実験で得られた各観測地点の代表的な画像を温度別にそれぞれ図 5.6.1, 図 5.6.2, 図 5.6.3, 図 5.6.4, 図 5.6.5, 図 5.6.6 に示す. また, 解析で得られた各温度条件のヒストグラムと平均粒径の計測結果の比較をそれぞれ図 5.6.7, 図 5.6.8, 図 5.6.9, 図 5.6.10, 図 5.6.11, 図 5.6.12 に示す. 各ヒストグラムの左上に上から算術平均粒径 D [μm]とザウター平均粒径 D_s [μm]を示し, 右上に上からピント合致として認識した液滴個数, ボケとして認識した液滴個数, ピント合致とボケた液滴の合計を総認識個数として示す. また, 各温度の粒径変化の傾向を見るために横軸を観測位置, 縦軸を液滴粒径, カラースケールを液滴個数として示した等高線図を温度条件別にそれぞれ図 5.6.13, 図 5.6.14, 図 5.6.15, 図 5.6.16, 図 5.6.17, 図 5.6.18 に示す. なお, 等高線図はすべての条件において撮影時間を 120 秒に限定し算出した.

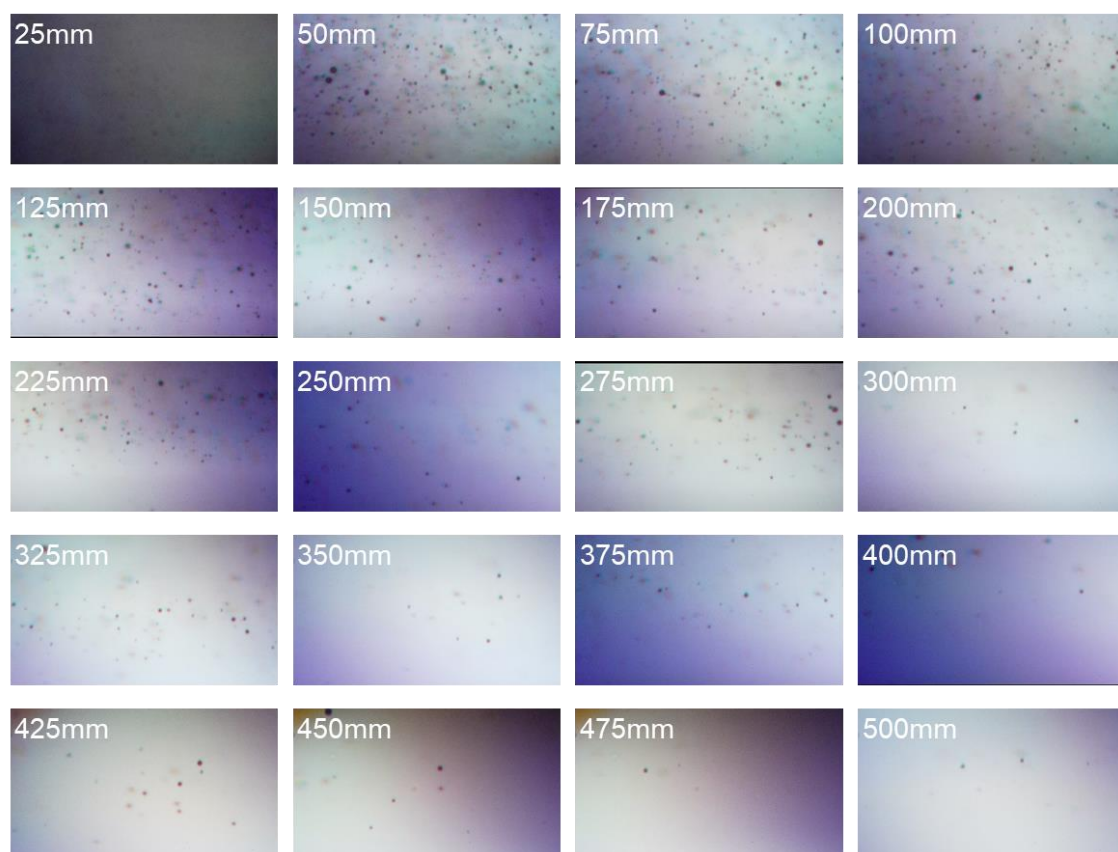


図 5.6.1 流路装置 II 100 °C 実験結果

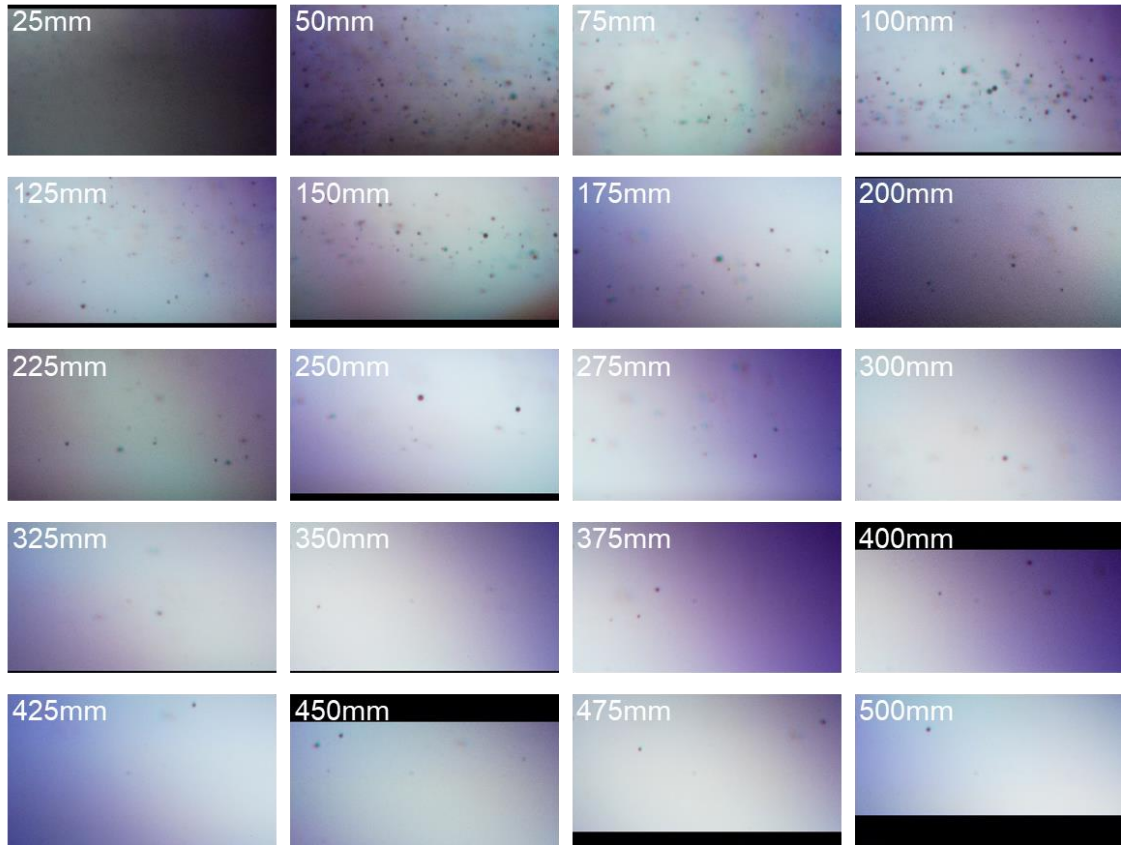


図 5.6.2 流路装置Ⅱ 150 °C 実験結果

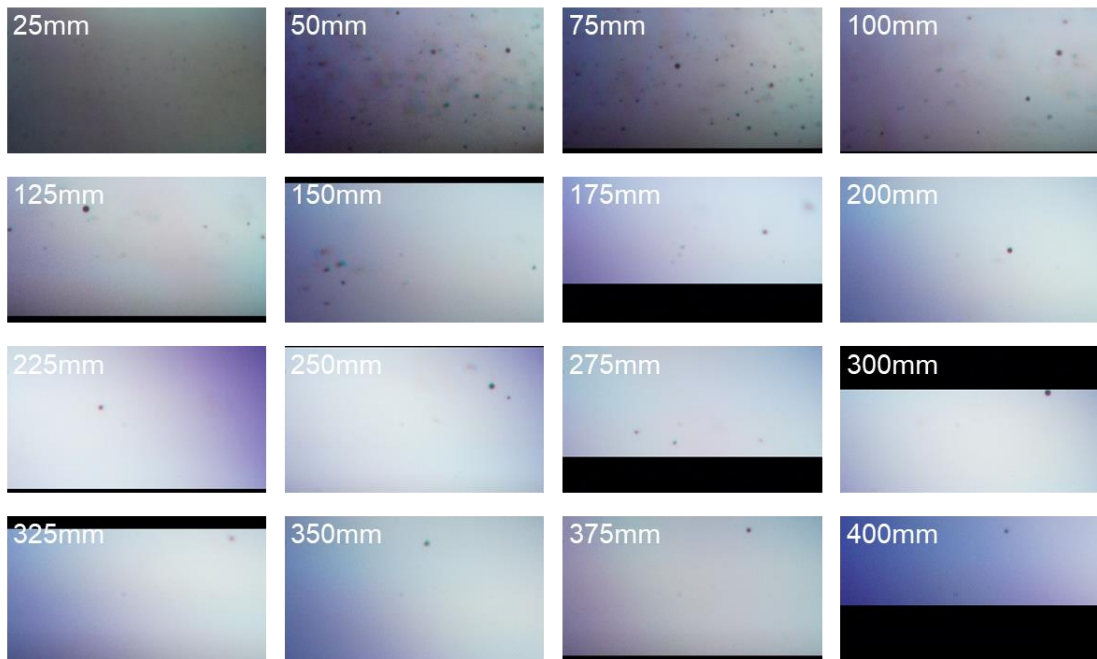


図 5.6.3 流路装置Ⅱ 200 °C 実験結果

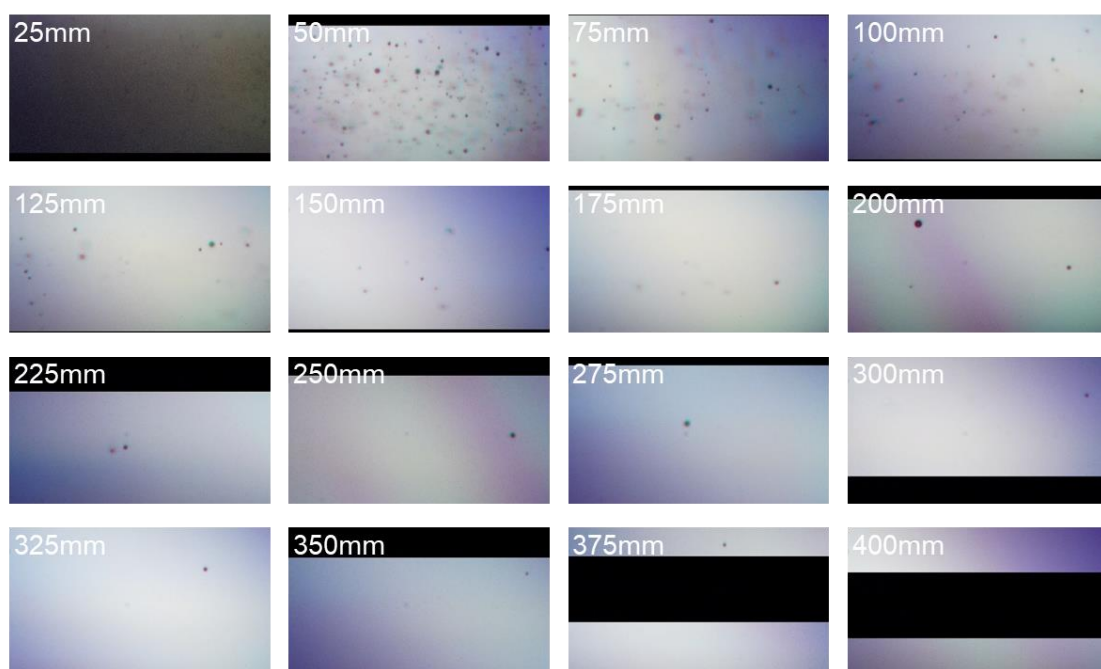


図 5.6.4 流路装置Ⅱ 250℃ 実験結果

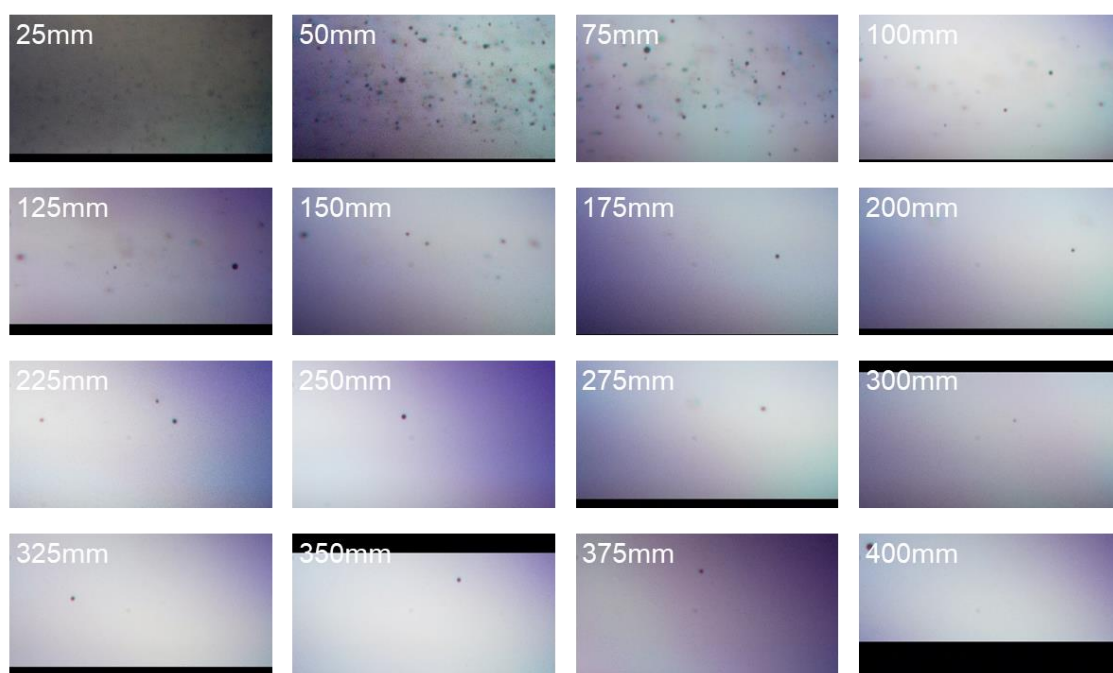


図 5.6.5 流路装置Ⅱ 300℃ 実験結果

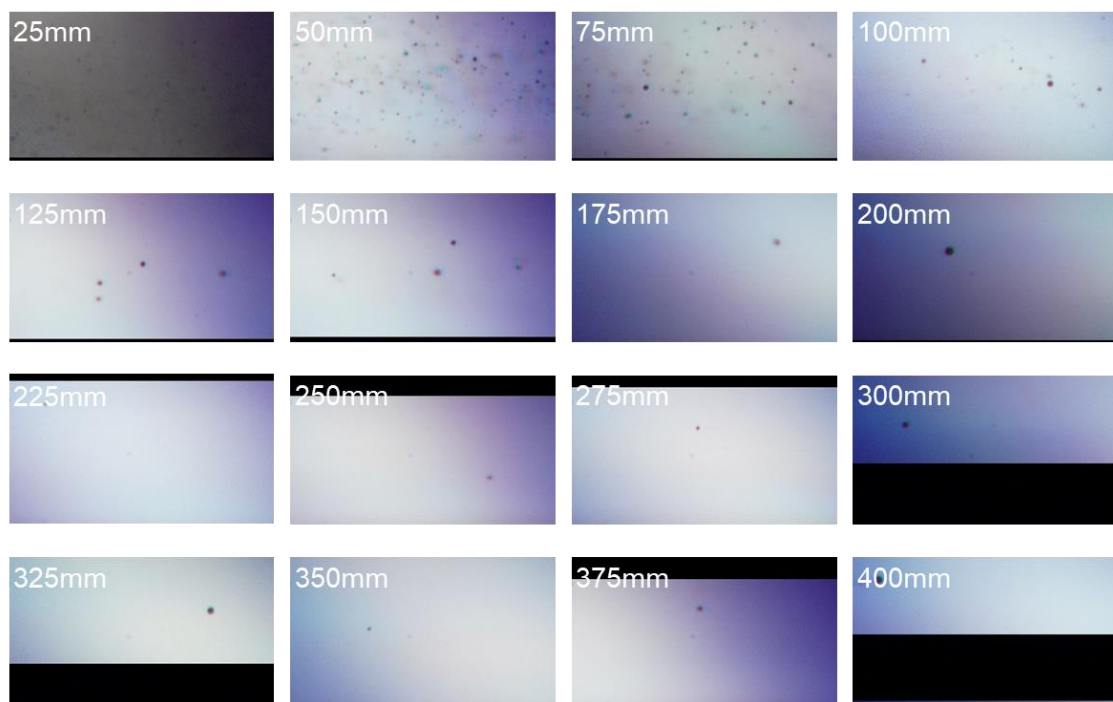


図 5.6.6 流路装置Ⅱ 325 °C 実験結果

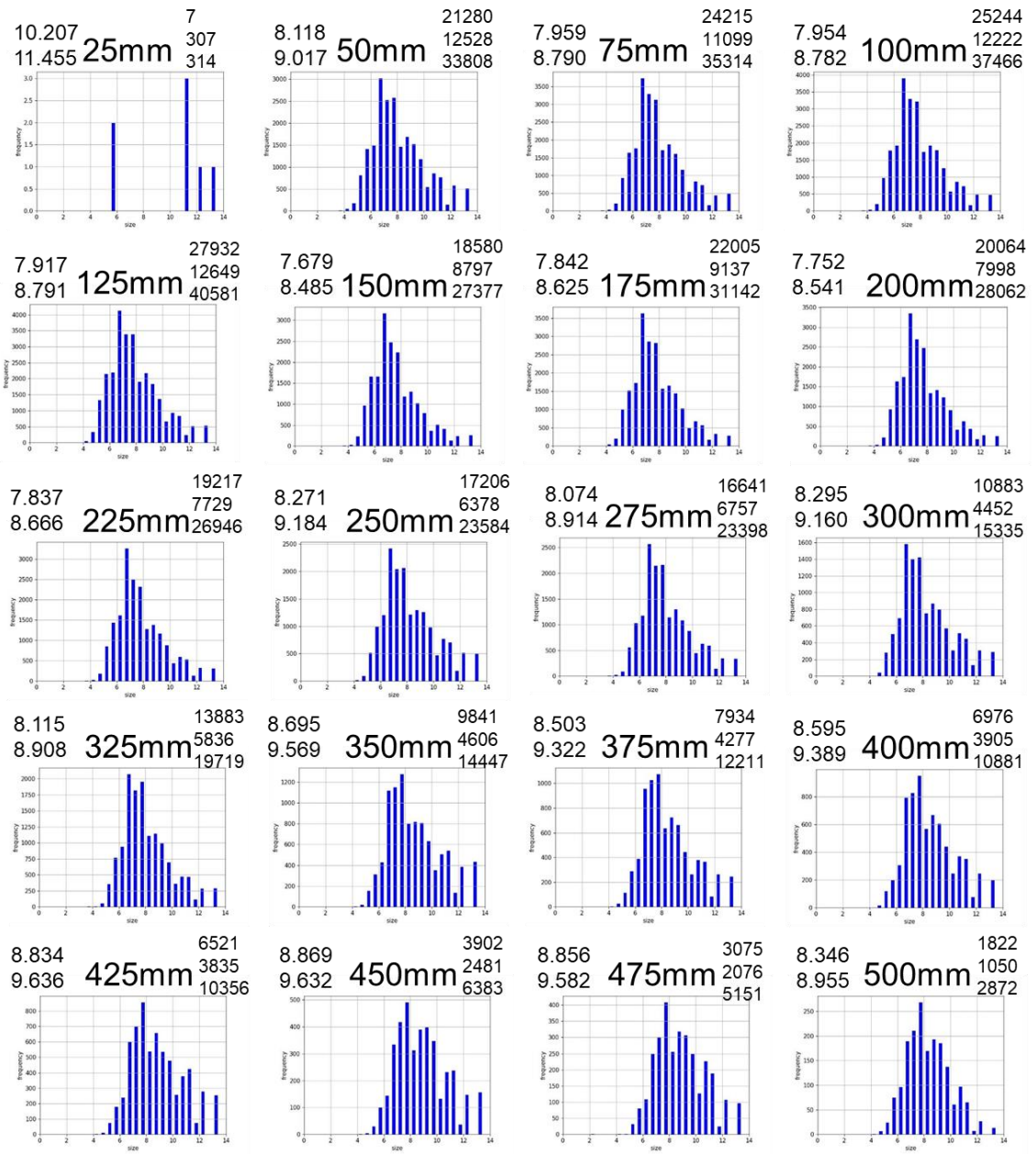


図 5.6.7 流路装置Ⅱ 100℃ 解析結果

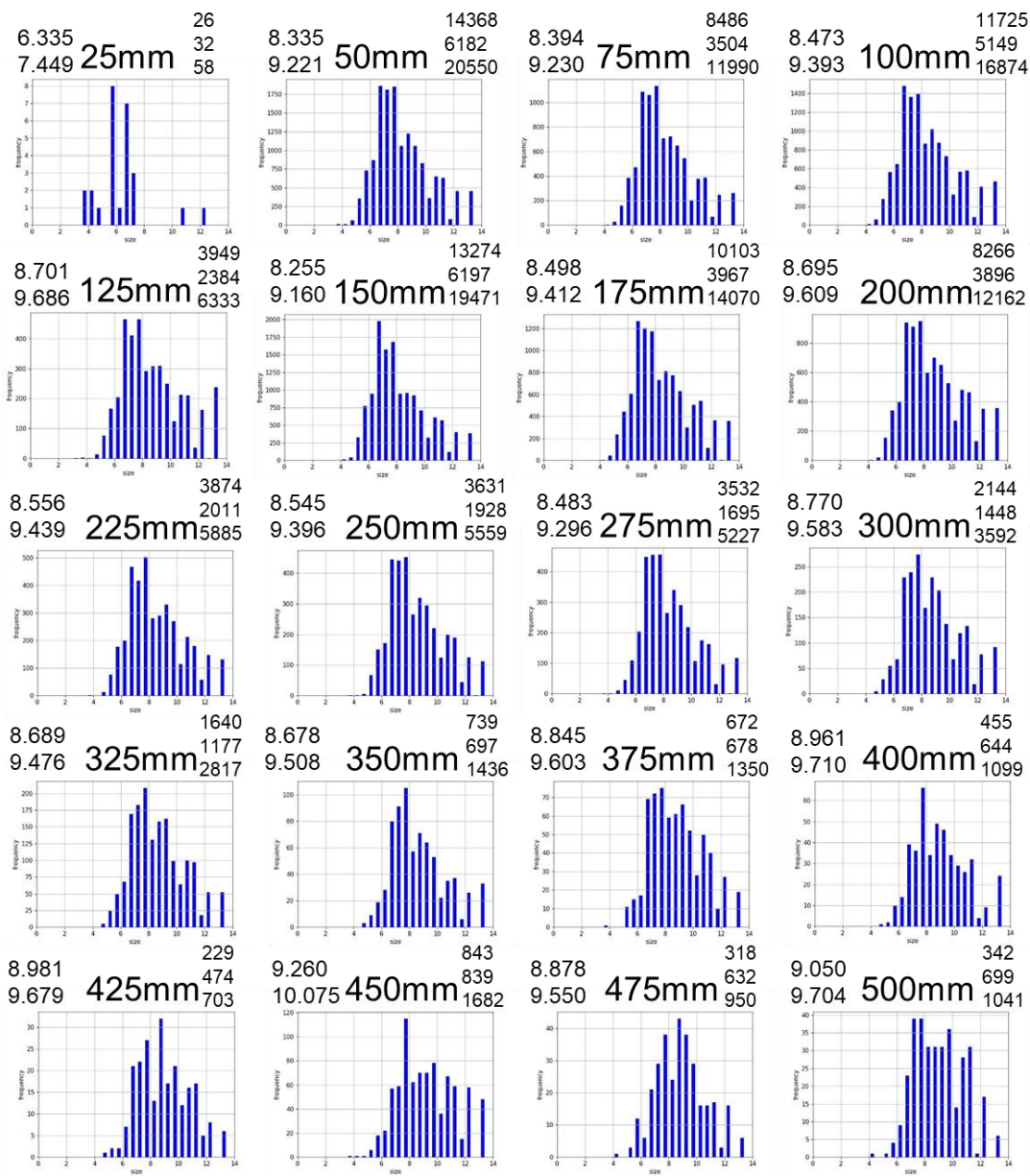


图 5.6.8 流路装置 II 150 °C 解析结果

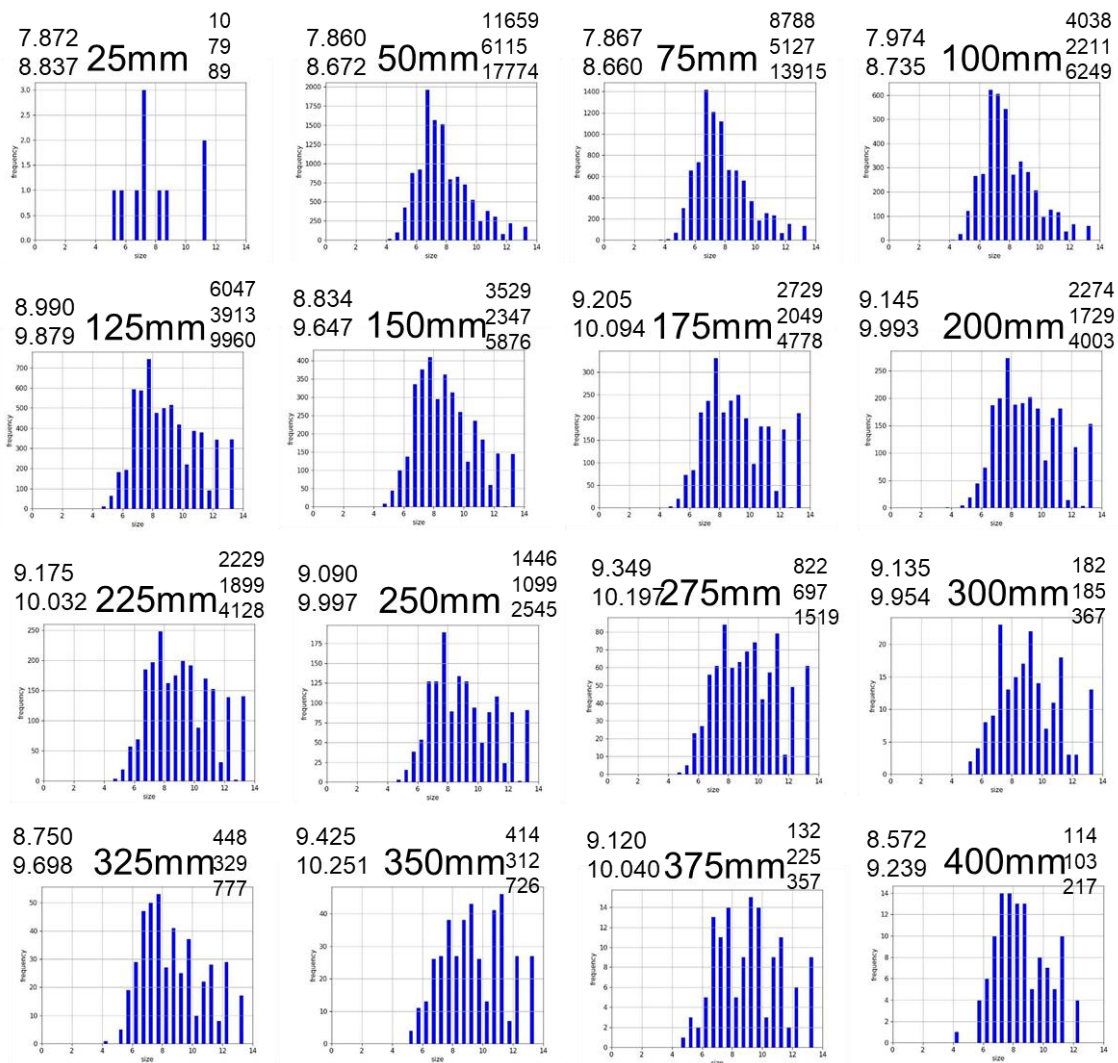


图 5.6.9 流路装置 II 200 °C 解析结果

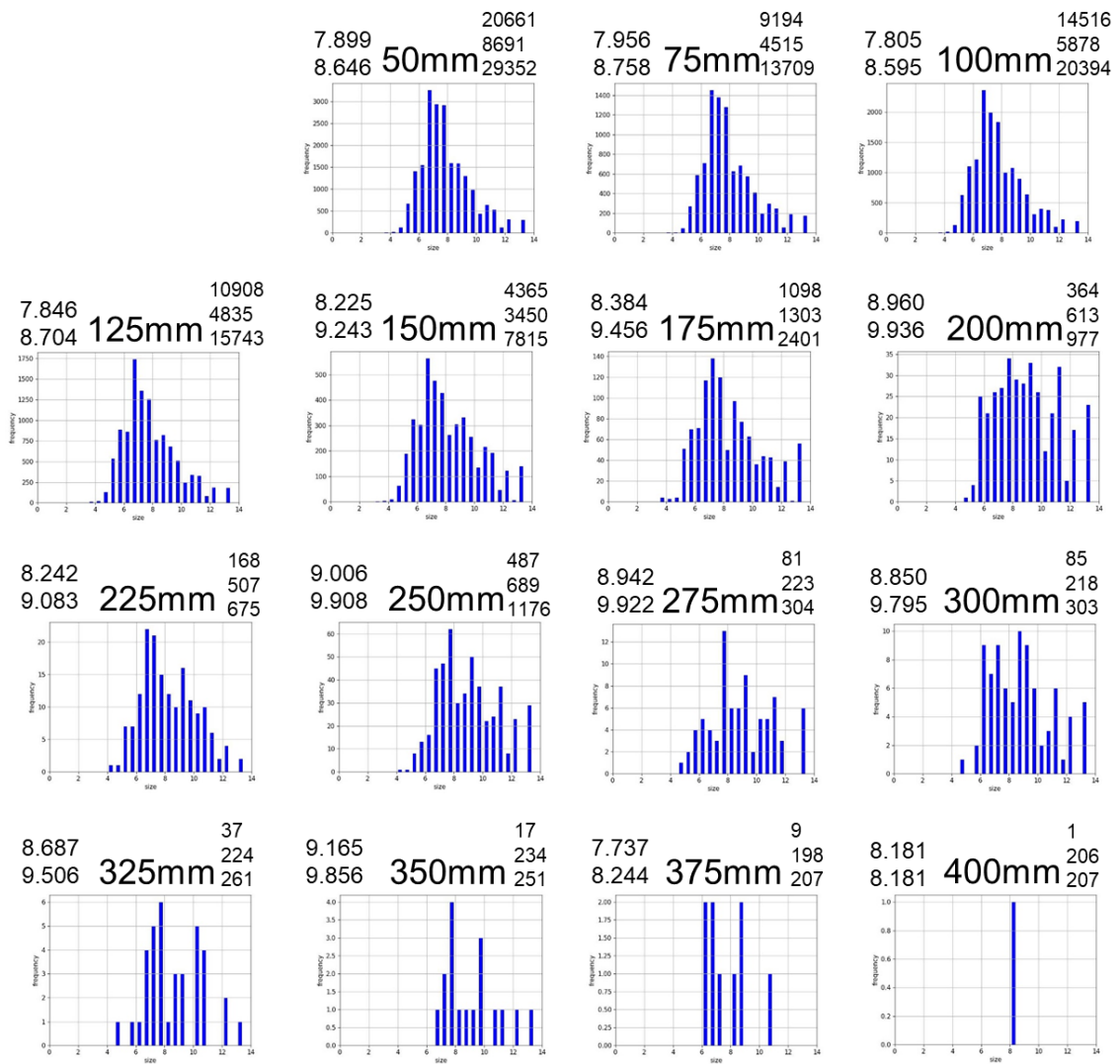


图 5.6.10 流路装置 II 250 °C 解析結果

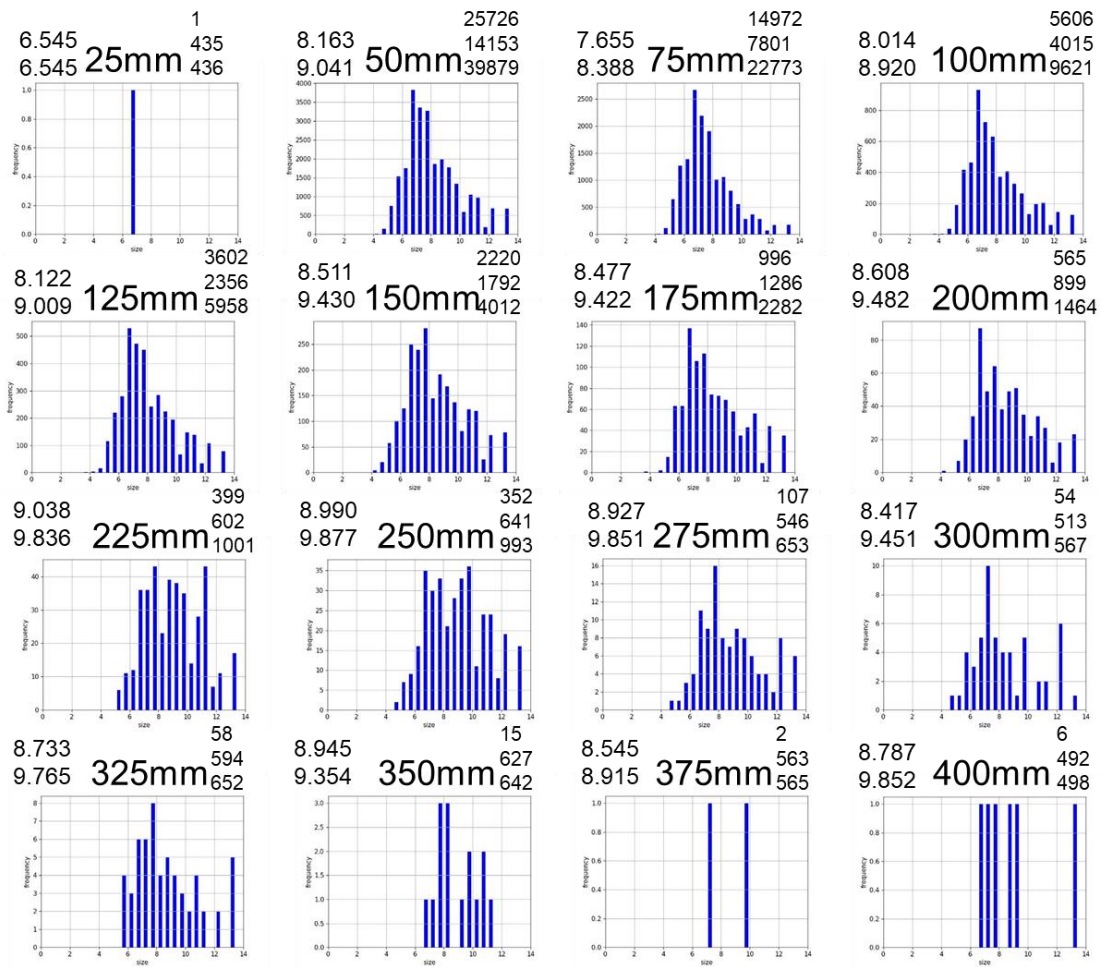


圖 5.6.11 流路裝置 II 300 °C 解析結果

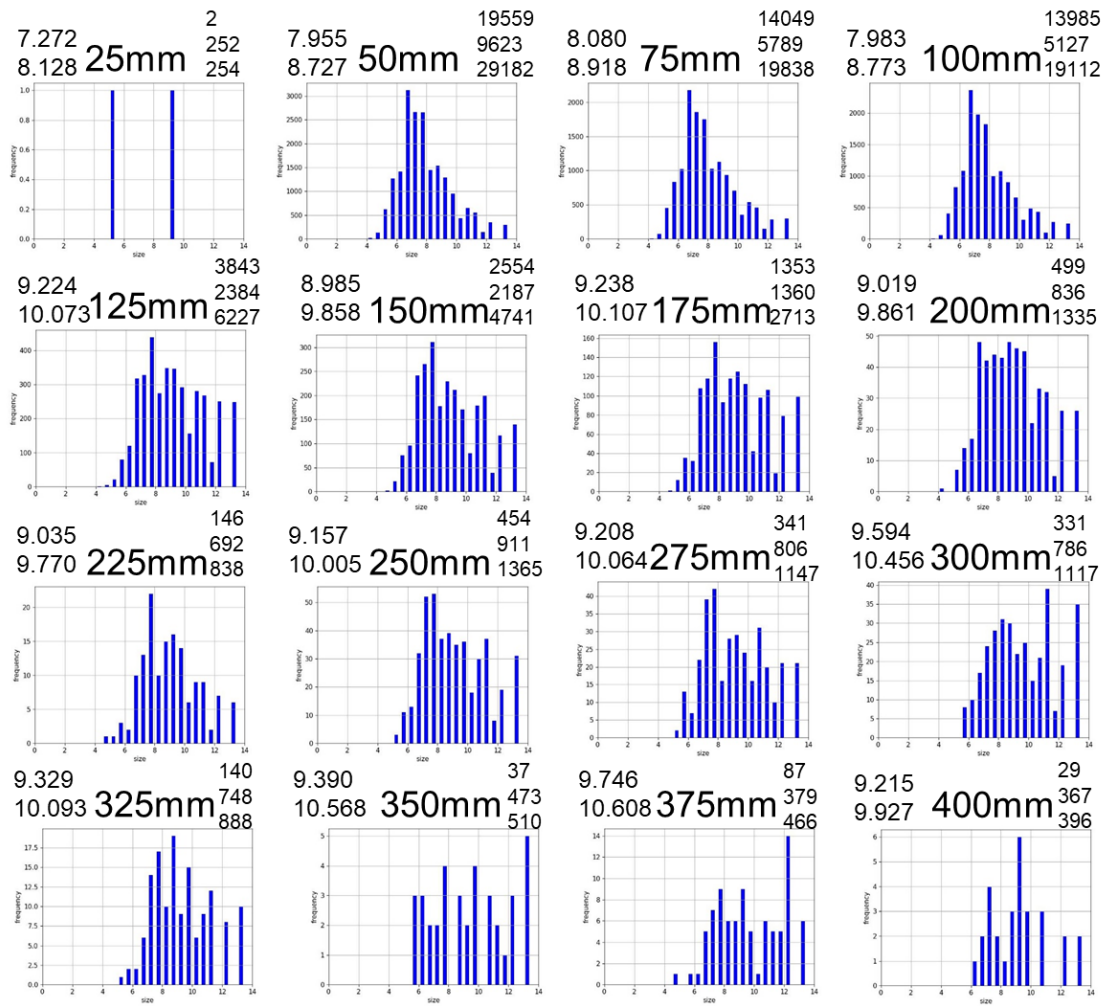


圖 5.6.12 流路裝置 II 325 °C 解析結果

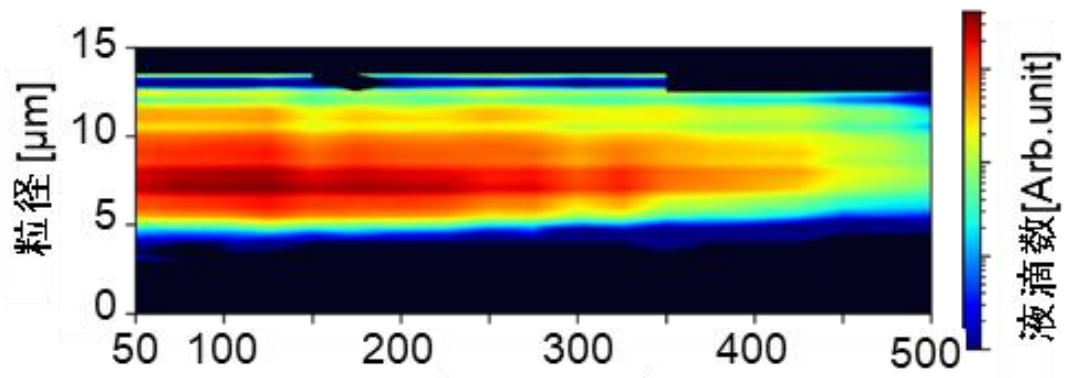


图 5.6.13 流路装置 II 100 °C等高线图

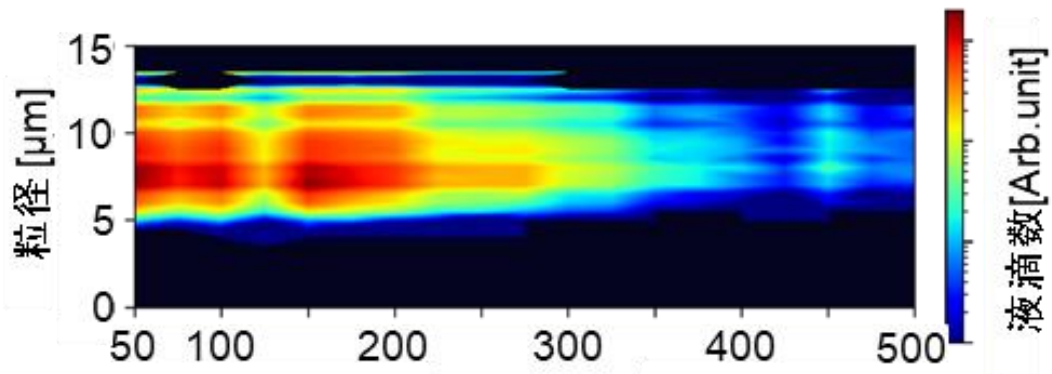


图 5.6.14 流路装置 II 150 °C等高线图

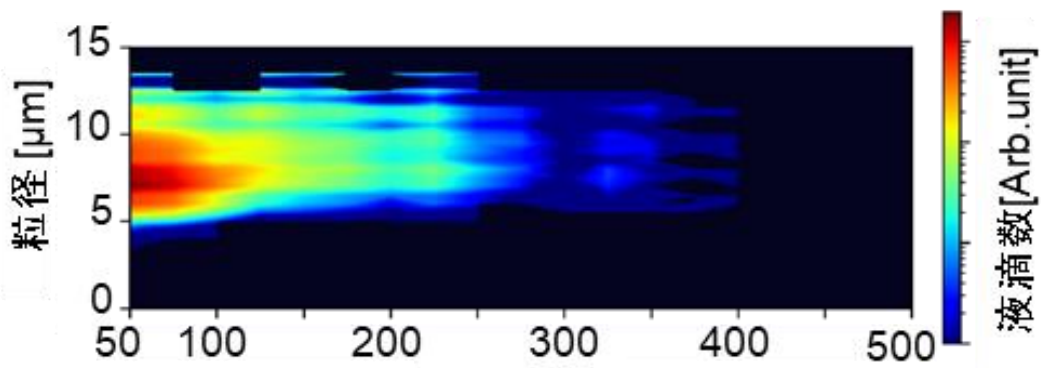


图 5.6.15 流路装置 II 200 °C等高线图

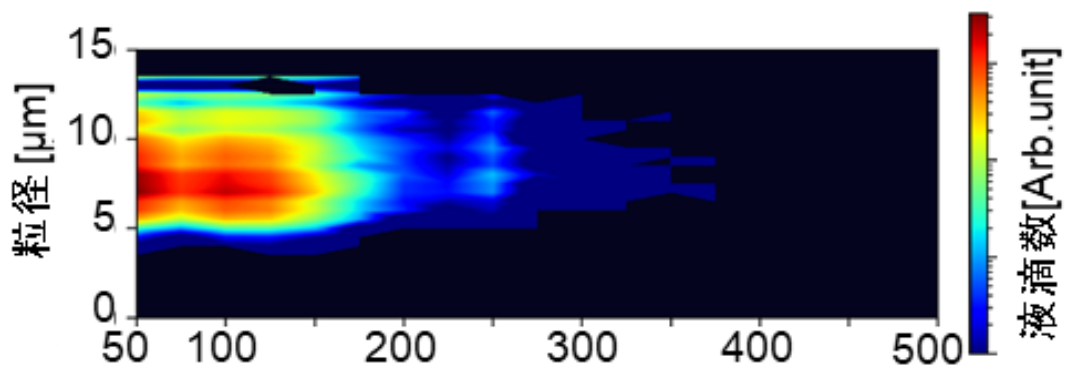


图 5.6.16 流路装置 II 250 °C等高线图

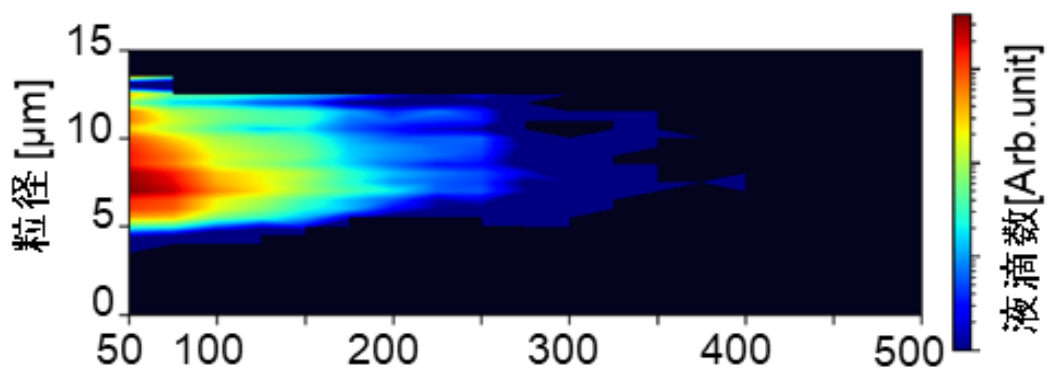


图 5.6.17 流路装置 II 300 °C等高线图

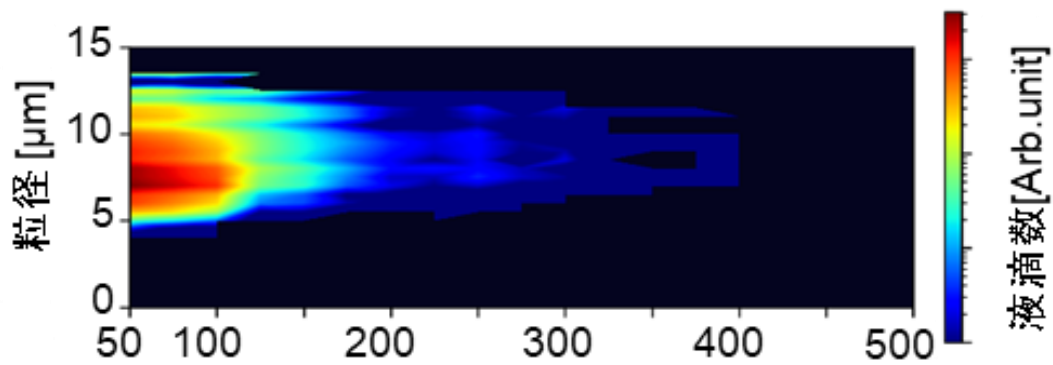


图 5.6.18 流路装置 II 325 °C等高线图

5.6.3 考察

流路装置Ⅱ(流れ場幅 5 mm 仕様)を用いた場合において、100 °Cでは流路下流域である 400 mm 地点以降でも統計的処理に必要な液滴個数を観測することができた。150 °C以上の条件では 350 mm 地点以降から液滴個数が大幅に減少し、統計的処理に必要な量のサンプル数の取得はできなかった。これは、流路下流域に行くにつれて、ミスト流が流れ場内に拡散してしまうことで、撮影できる確率が減少してしまうためだと考えられる。また、200 °C以上の温度域においては、400 mm 以降の液滴が非常に少なくなったことから撮影を断念した。これは、ヒーターの設定温度が高温になるほど、また観測地点が下流域になるほど液滴個数が減少していることから液滴が蒸発し、小さくなることで撮影が困難になっていると考えられる。

等高線図の結果から、100 ~200 °Cでは温度が高くなるにつれて液滴の観測可能距離が減少しているのが分かる。しかし、250 °C以上では観測個数の減少率は小さくなり、どの設定温度であっても 150 mm 地点付近まである程度の液滴が存在していることが分かる。この結果から、高温流れ場内を流れる微小液滴にもライデンフロスト現象が発生し、液滴の周囲に蒸気膜が形成され熱伝達が阻害されることで蒸発速度が遅くなり蒸発時間が増加し、観測可能距離の温度依存が見られなくなった。しかし、すべての温度帯において観測した液滴個数は一定ではなく、特に高温帯や下流域においては統計的分析に必要な液滴個数を取得できていない。よって、現時点においては微小液滴であってもライデンフロスト現象が発生していると断言することはできないが、ライデンフロスト現象が生じていると言えそうなところまで研究を進展させることができた。

本研究の先行研究では、B.S.Gottfried らの研究^(1.10)において提示されたミリオーダーの液滴のライデンフロスト現象の蒸発時間モデル式を修正した^(1.25)。この修正したモデル式を用いて本研究で取り扱うマイクロオーダーの液滴に当てはめ、簡易的に蒸発時間を予測した。液滴直径を平均粒径である 7 μm 、温度を 300 °Cとして算出すると蒸発時間は 0.18 秒であり、これは流れ場幅 5 mm の流路装置に流量 4.0 L/min でミスト流を流した場合、2.46 m 流れることに相当する。したがって、長さ 500 mm の流路装置では、液滴直径の変化量は最大でも 0.48 μm 程度であり非常に微小な変化しか生じないはずである。しかしながら、実際に 300 °Cで観測した結果をみると、500 mm 地点で観測された液滴個数は上流地点である 50 mm 地点と比べて大幅に減少していることから、多くの液滴が完全に蒸発していることが予想される。つまり、ミリオーダーの液滴で算出されたモデル式はマイクロオーダーの液滴は適応できない可能性がある。そもそも、本研究ではマイクロオーダーの液滴を全周囲から加熱するような実験系であり、液滴の加熱が下面からのみを対象とするミリオーダー液滴のライデンフロスト現象のモデル式とは異なるため、マイクロオーダー液滴の蒸発モデル式は新たに構築する必要があるかもしれない。

また、どの実験結果においても 25 mm 地点においては液滴を観測できていない。これは観測窓である石英ガラスの表面が汚れており、光源装置の光量不足を発生させることで液

滴の撮像が困難になったためである。本研究で用いた流路装置は異種溶液の蒸発実験でも用いている。メタノールを用いた実験を行ったところ、最もミスト流の密度が濃くなる最上流地点において汚れの堆積が確認された。^(3.1) よって、今後は 3.6 節でも述べたようにメンテナンスが簡単に行え、且つ流れ場の交換が可能な流路装置の開発が必要である。

また、現状の計測プログラムでは 4 μm 以下の液滴の計測ができていない。これは撮影装置の分解能不足と計測プログラムの精度不足が考えられる。

本研究で用いたマイクロスコープレンズでは分解能不足のために小さな液滴を明確に撮像できていない。これが 4 μm 以下の液滴を計測できない最大の理由であると思われる。レンズの分解能は次式のように与えられる。

$$\delta = \frac{\lambda}{NA} \quad (5.2)$$

(δ : 解像限界, λ : 波長, NA : 開口数)

式より、解像度を向上するには波長を短くするか、開口数を大きくする必要がある。本研究では多くの液滴にピントを合わせるため、被写界深度が 80 μm であるマイクロスコープレンズを導入した。ちなみに、先行研究で用いられていたレンズは開口数が 0.45 であり、可視光 (550 nm) の場合、分解能は 1.2 μm である。本研究で用いたレンズは、可視光 (550 nm) にて 3 μm を解像限界とすると開口数は 0.18, 4 μm を解像限界とすると開口数は 0.14 と算出される。開口数が従来利用していた顕微鏡用レンズよりも大きく減少したために小さな液滴の計測が困難になってしまった可能性がある。一般的に開口数を大きくすると、被写界深度は浅くなる。先行研究では被写界深度が 1.36 μm と非常に浅いことから多くの液滴にピントが合わず、ボケた液滴を誤計測し液滴径の精度の信頼性が低かったが、開口数が大きく解像度が高いため小さい液滴を鮮明に捉えていた。本研究で採用したマイクロスコープレンズは、被写界深度が 80 μm と大幅に向上したが、その分、分解能が低下し、小さい液滴を計測できなくなってしまった。もし、より小さな液滴を捉えたいのであればある程度の被写界深度を確保しつつ、高い解像度を持つレンズの導入、もしくは解像度を優先とし、ボケの認識処理を取り入れたプログラムの作成などの対策が挙げられる。

また、計測プログラムの精度不足という点では、主に色収差による誤認識と処理から生じる分解能の偏りがある。まず、色収差による誤認識について、5.5.3 節でも述べたように液滴の周辺に生じる緑色のボケを誤認識することにより、本来の液滴径より大きく計測される場合がある。参考までにこの誤認識はすべての液滴に発生するわけではない。(図 5.6.1) この誤認識への対策は 2 つ挙げられる。1 つ目はフィルタを用いて光源色を固定することで色収差を削減する方法である。本研究ではこの対策については実験を行ったため後述する。また、もう 1 つの対策として、認識プログラムでの識別が考えられる。つまり、液滴かどうかを識別する処理に加え、色収差が起きていない液滴かどうかを判別材料に加える。これは

教師データ作成時にボケておらず、且つ色収差が発生していない液滴に限定したアノテーションを行うことで対策できると考えられる。

また、処理から生じる分解能の偏りについて、液滴粒径の計測処理に用いている大津の二値化とハフ変換が正確に計測できていない可能性が考えられる。計測結果より、どの条件においても $13\ \mu\text{m}$ の領域は計測されず、 $11\ \mu\text{m}$ 後半の領域では計測個数が減少するという傾向が見られた。これは二値化とハフ変換による液滴計測に問題があると予測されるが、完全な原因の究明はできなかった。よって、今後はこの原因の究明や、新たな手法による液滴粒径の計測手法の構築などが必要であると考えられる。

加えて、本研究では総流量 $4.0\ \text{L/min}$ までで実験を行った。これは、噴霧装置上部からミストのリークが確認されたためである。より高温度や、下流域での観測個数を増加させるためには噴霧装置や流路装置の構造、およびそれらの接合方法などを見直す必要があると考えられる。

また、流路下流域に行くにつれて、観測される液滴が観測窓の下部で観測されることが比較的多かった。これは、1.3 節で述べたミスト液滴の基板への押し付け効果が確認されたと考えられる。しかし、すべての実験において見られた現象ではないため、さらに実験を行い確認する必要がある。

5.7 光学系Ⅱ(波長フィルタ)による液滴観測実験

前節で述べたように、非常に小さい液滴をこれまでの光源装置の構成(光学系Ⅰ)で観測することが困難であった。そこで、マイクروسコープレレンズの分解能向上と、緑色のボケの除去による誤認識削減を目的として、波長フィルタを用いた液滴観測(光学系Ⅱ)を行った。その詳細について述べる。

5.7.1 光学系Ⅱ 実験方法

本節ではフィルタを選定するための実験を行った。観測装置は後述する 5.8.4 節と同様の装置群を使用した。実験条件と解析条件をそれぞれ表 5.7.1, 表 5.7.2 に示す。観測位置は、5.6 節で述べたように 25 mm 地点はガラス面の汚れが酷く、液滴を撮影可能なほどの光量を確保できなかったため、50 mm 地点以降で観測を行った。解析条件は、これまでと同様に学習 4.1 で作成した重みを利用し、まずこの重みが十分に液滴の認識に使えるかどうか確認実験を行った。結果的には、背景が青色になることから液滴の認識が困難であることが判明した。そこで、4.4.5 節で述べたように新たに教師データである学習 5 を作成し、学習を行い新たな重みを作成した。よって、本節の解析は 2 種類の重みを利用し液滴認識を行っている。

表 5.7.2 実験条件

Solvent	H ₂ O
Temperature [°C]	100, 150, 200, 250, 300
Carrier gas / dilution gas [L/min]	4.0 / 0.0
Observe position from inlet [mm]	50, 75, 100, 125, 150, 175, 200, 225, 250, 275, 300, 325, 350, 375, 400, 425, 450, 475, 500
Power [V·A]	24 · 0.64
Pulse time [ns]	22
Measurement time [s]	120
ISO sensitivity	10000
Ambient temperature [°C]	25
Ambient humidity [%]	22

表 5.7.3 解析条件

YOLO weights	学習 4.1, 学習 5
confidence	0.3
image size	768

使用した波長フィルタを図 5.7.1 に示す. フィルタは roscolux #69 Brilliant Blue と#74 Night Blue を用いた. #74 Night Blue のフィルタは撮影結果が非常に暗くなることから液滴の認識が困難であったため, 液滴の観測には#69 Brilliant Blue を用いた. #69 Brilliant Blue, #74 Night Blue それぞれのフィルタのデータシートを図 5.7.2, 図 5.7.3 に示す. #79 を使用した実験の結果については付録 Apx.15 に記載する. フィルタは光軸上の集光レンズに貼り付けて設置した. 図 5.7.4 に設置した様子を示す.

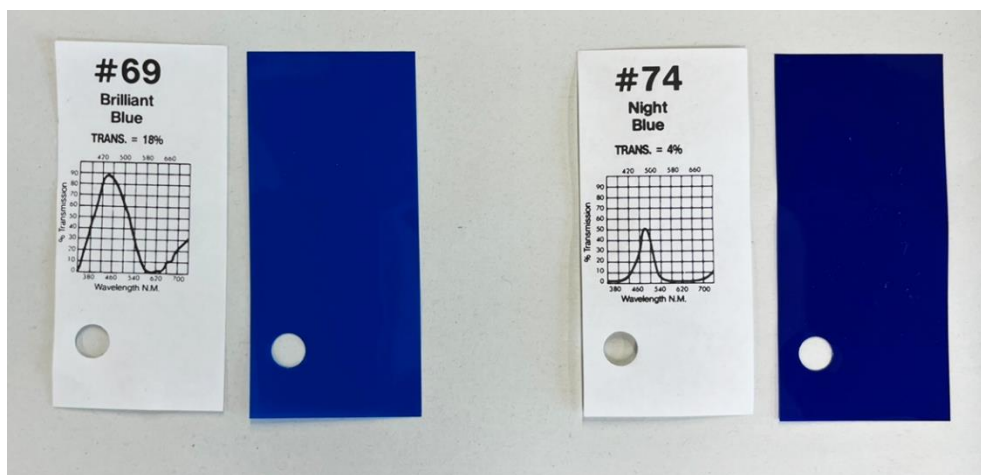


図 5.7.1 使用したフィルタ 2 種

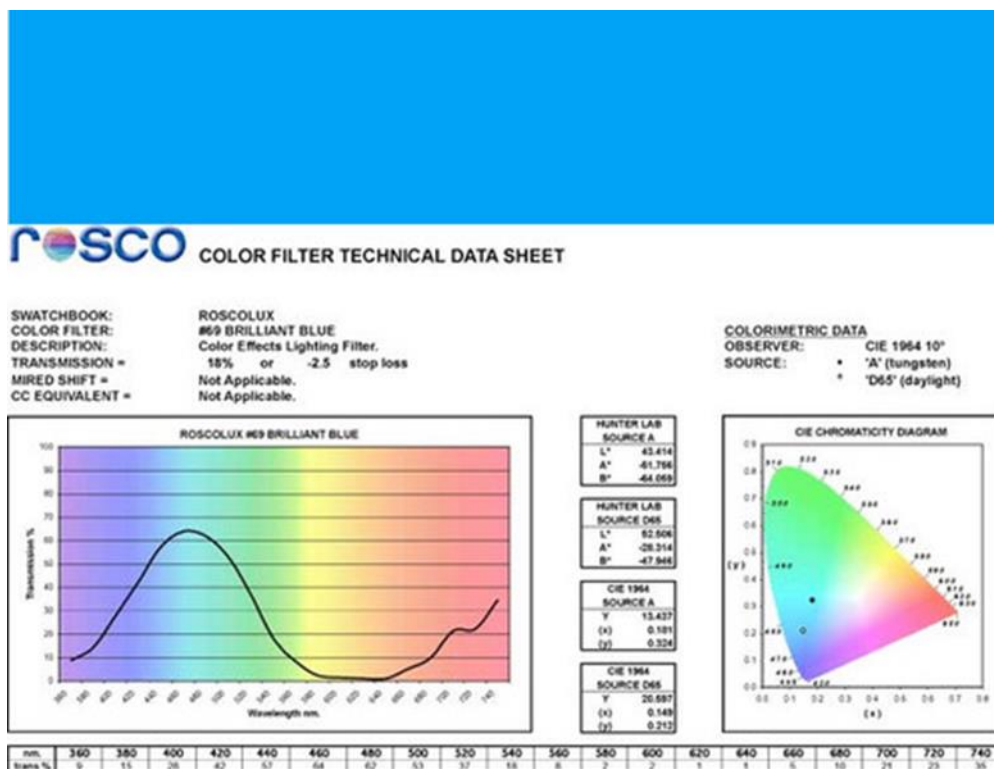


図 5.7.2 #69 Brilliant Blue^(5.1)



rosco COLOR FILTER TECHNICAL DATA SHEET

SWATCHBOOK:
COLOR FILTER:
DESCRIPTION:
TRANSMISSION =
MIREL SHIFT =
CC EQUIVALENT =

ROSCOLUX
#74 NIGHT BLUE
Color Effects Lighting Filter.
4% or -4.7 stop loss
Not Applicable.
Not Applicable.

COLORIMETRIC DATA
OBSERVER: CIE 1964 10°
SOURCE: * 'A' (tungsten)
* 'D65' (daylight)

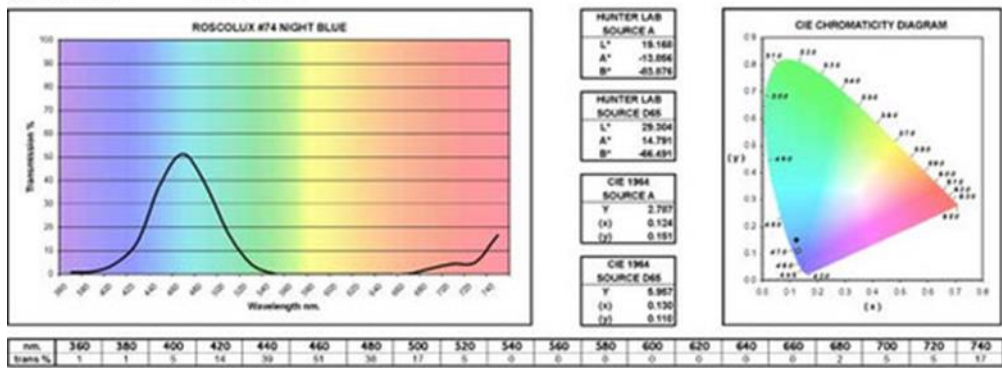


図 5.7.3 #74 Night Blue^(5.2)

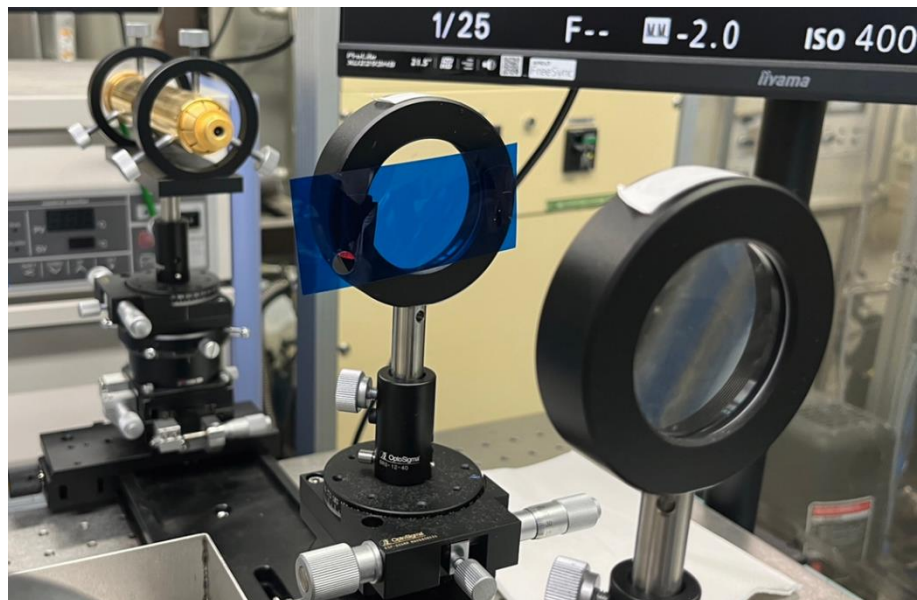


図 5.7.4 フィルタ設置の様子

5.7.2 光学系Ⅱ 実験結果

まず、フィルタを用いて取得した画像をこれまで使用していた認識プログラムで正常に計測ができるかどうかを確認した実験の結果について述べる。確認実験は実験条件を統一し、フィルタの種類、有無のみを変更させて実験した。図 5.7.5 に左から#69 Brilliant Blue, #74 Night Blue, フィルタなしの画像を示す。また、それぞれを学習 4.1 で解析した結果を同様の順で図 5.7.6 に示す。

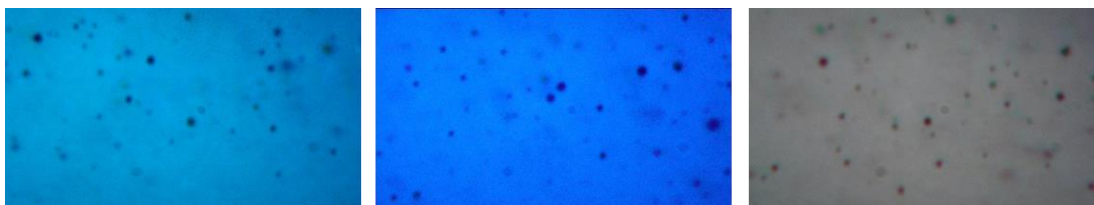


図 5.7.5 実験結果 (左：#69 Brilliant Blue, 中：#74 Night Blue, 右：フィルタなし)

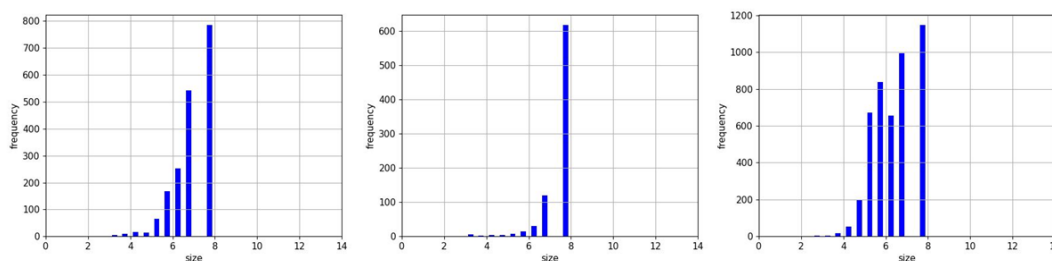


図 5.7.6 解析結果 (左：#69 Brilliant Blue, 中：#74 Night Blue, 右：フィルタなし)

結果より、フィルタを通過した場合の液滴認識個数が減少したことが分かる。これは用いた教師データが白色光を用いた実験系で取得された画像から作成したものである。しかし、フィルタを用いて撮影された画像は背景と液滴が共に青色であり、液滴と背景の区別が上手くできなかったためだと考えられた。よって、4.4.5 節で述べたようにフィルタ画像を用いた新たな教師データを作成した。

次に#69 Brilliant Blue のフィルタを用いた実験で得られた各観測地点の代表的な画像を温度別に図 5.7.7, 図 5.7.8, 図 5.7.9, 図 5.7.10, 図 5.7.11 に示す. 新たに開発した学習 5 の教師データで解析した結果を図 5.7.12, 図 5.7.13, 図 5.7.14, 図 5.7.15, 図 5.7.16 に示す. 各ヒストグラムの上左に上から算術平均粒径 D [μm]とザウター平均粒径 D_s [μm]を示し, 右上に上からピント合致として認識した液滴個数, ボケとして認識した液滴個数, ピント合致とボケた液滴の合計を総認識個数として示す. また, 各温度の粒径変化の傾向を見るために横軸を観測位置, 縦軸を液滴粒径, カラースケールを液滴個数として示した等高線図を温度条件別にそれぞれ図 5.7.17, 図 5.7.18, 図 5.7.19, 図 5.7.20, 図 5.7.21 に示す. なお, 等高線図はすべての条件において撮影時間を 120 秒に限定して算出した

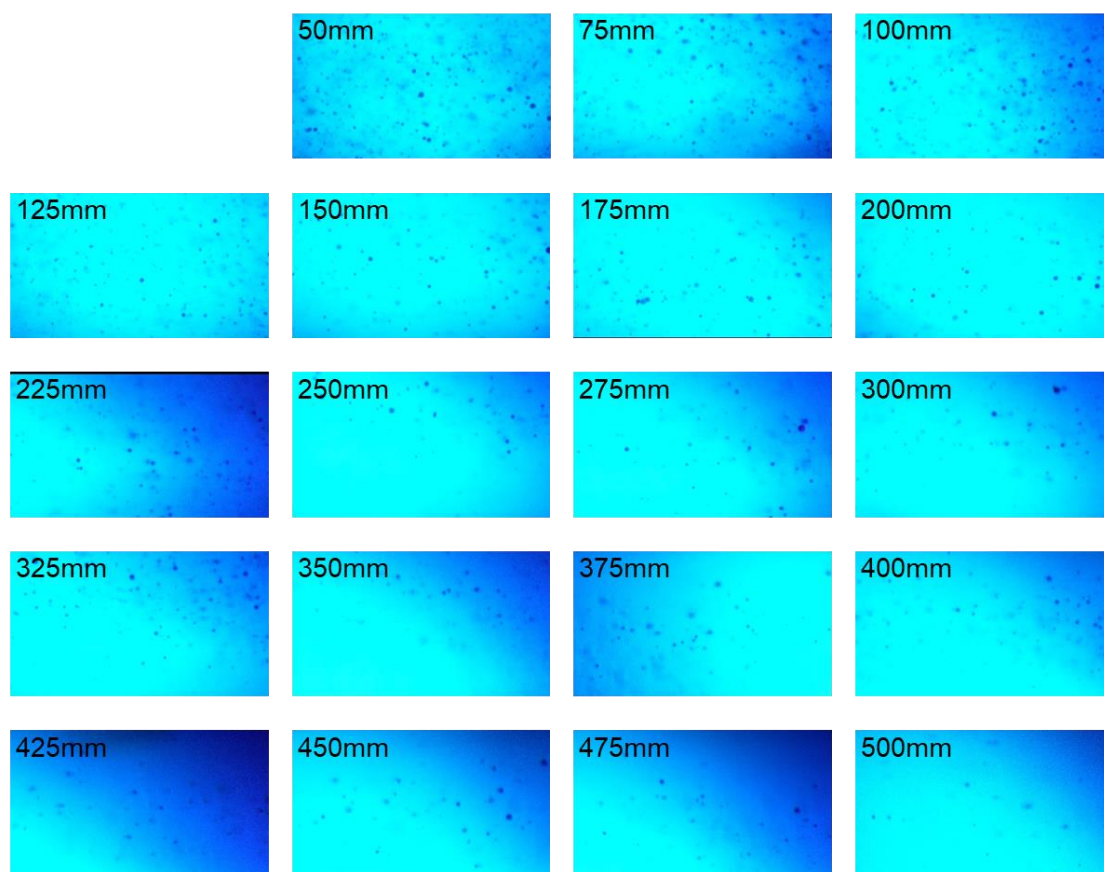


図 5.7.7 100 °C 実験結果

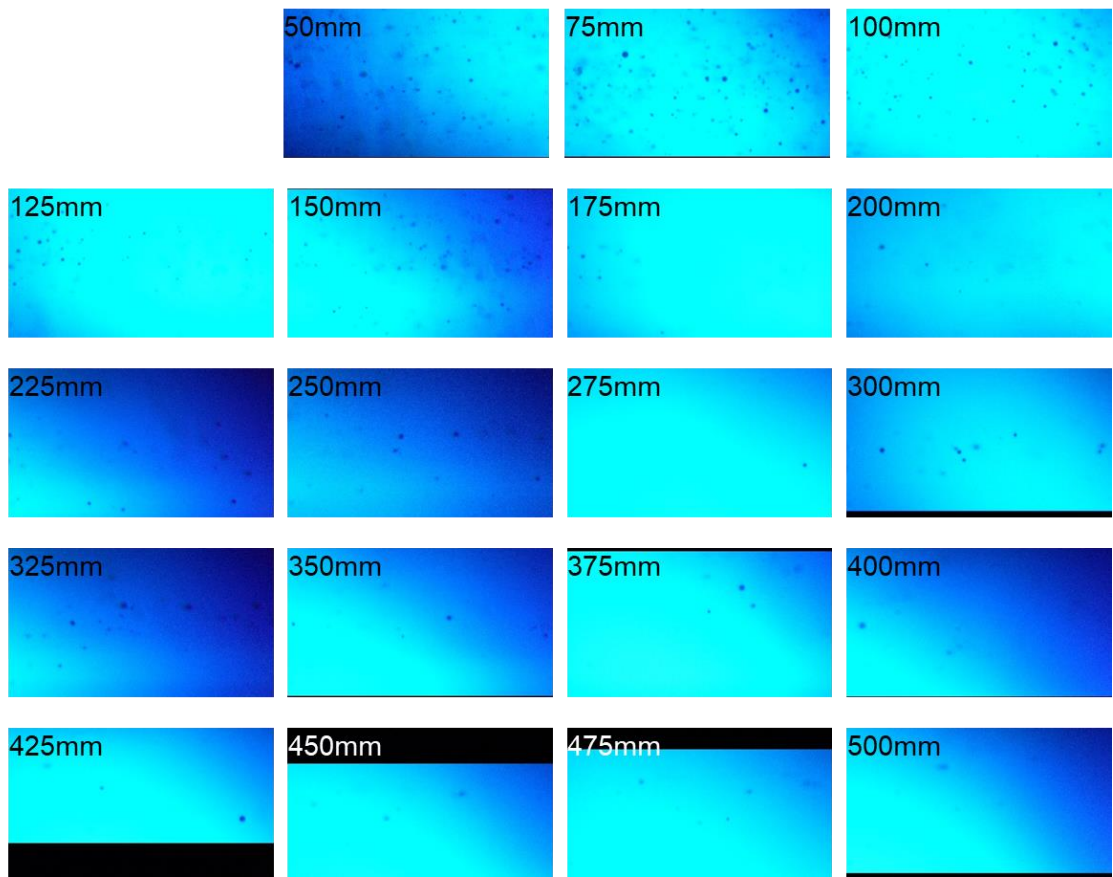


図 5.7.8 150 °C 実験結果

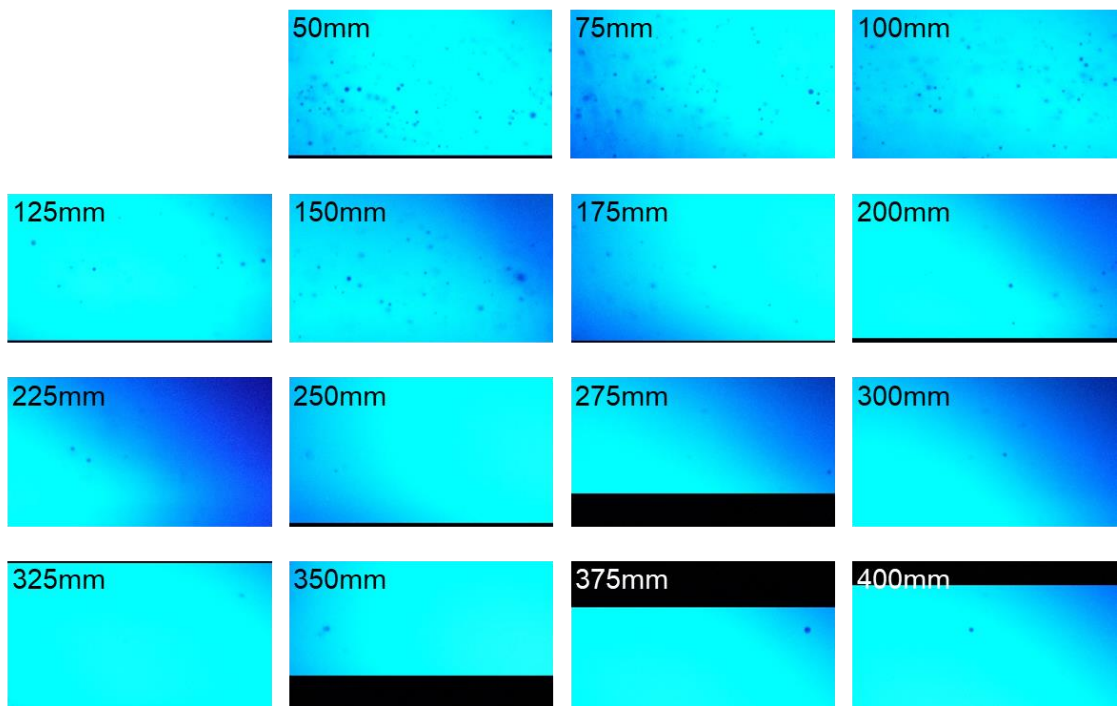


図 5.7.9 200 °C 実験結果

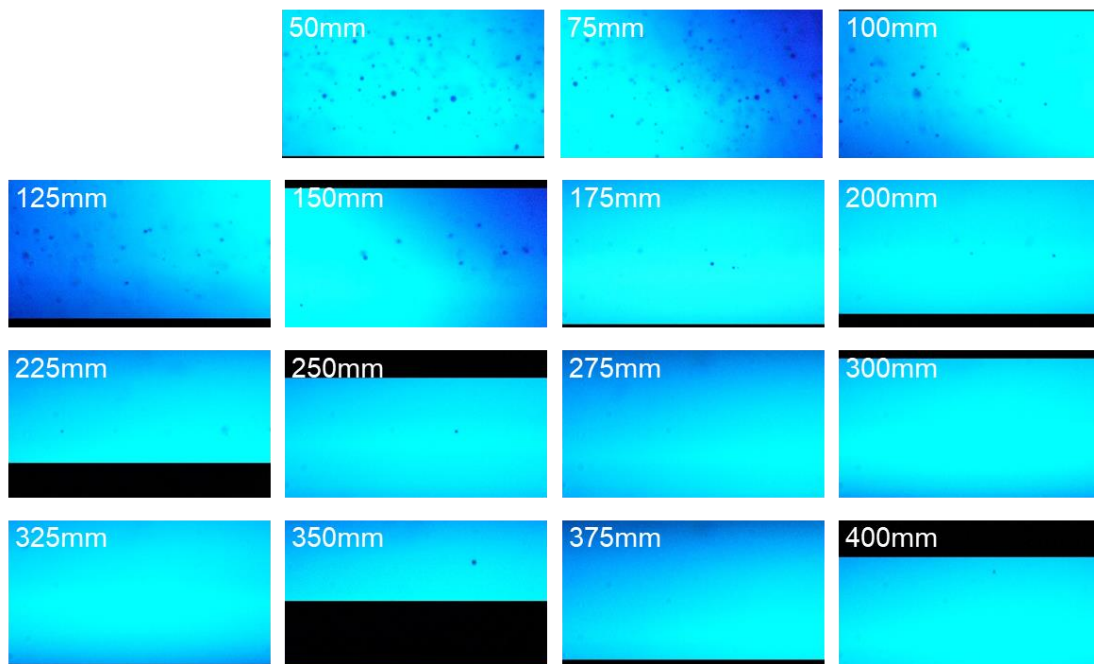


図 5.7.10 250 °C 実験結果

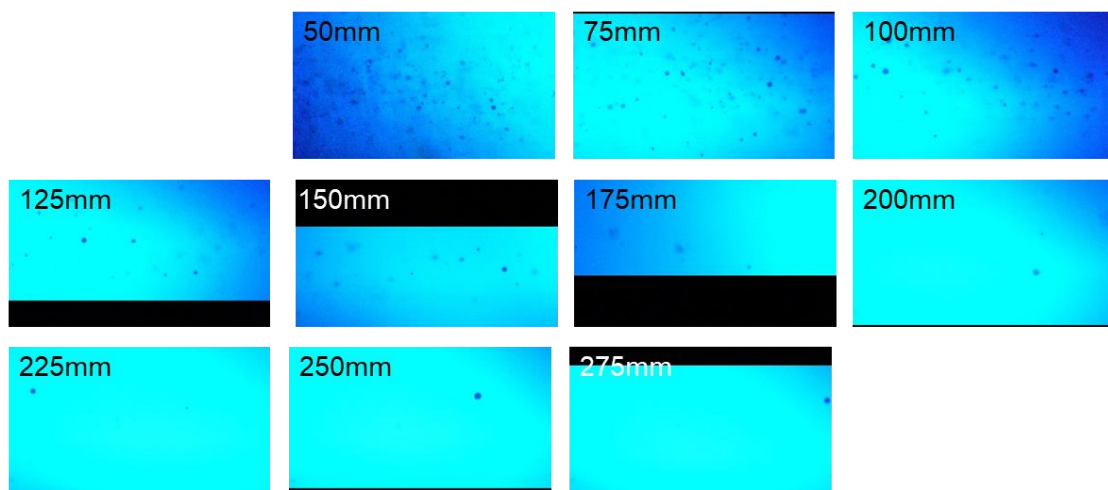


図 5.7.11 300 °C 実験結果

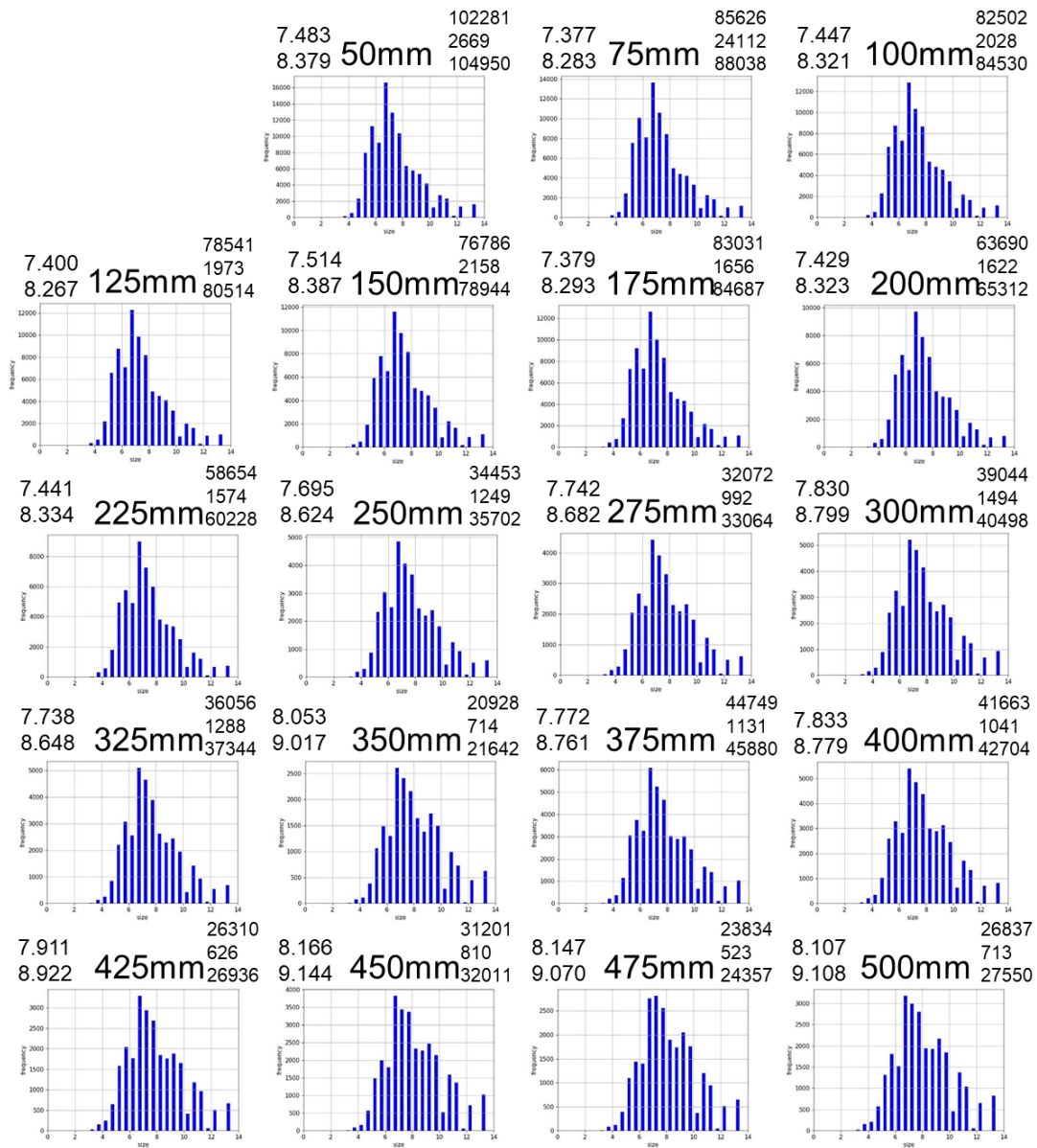


图 5.7.12 学习 5 100°C 解析结果

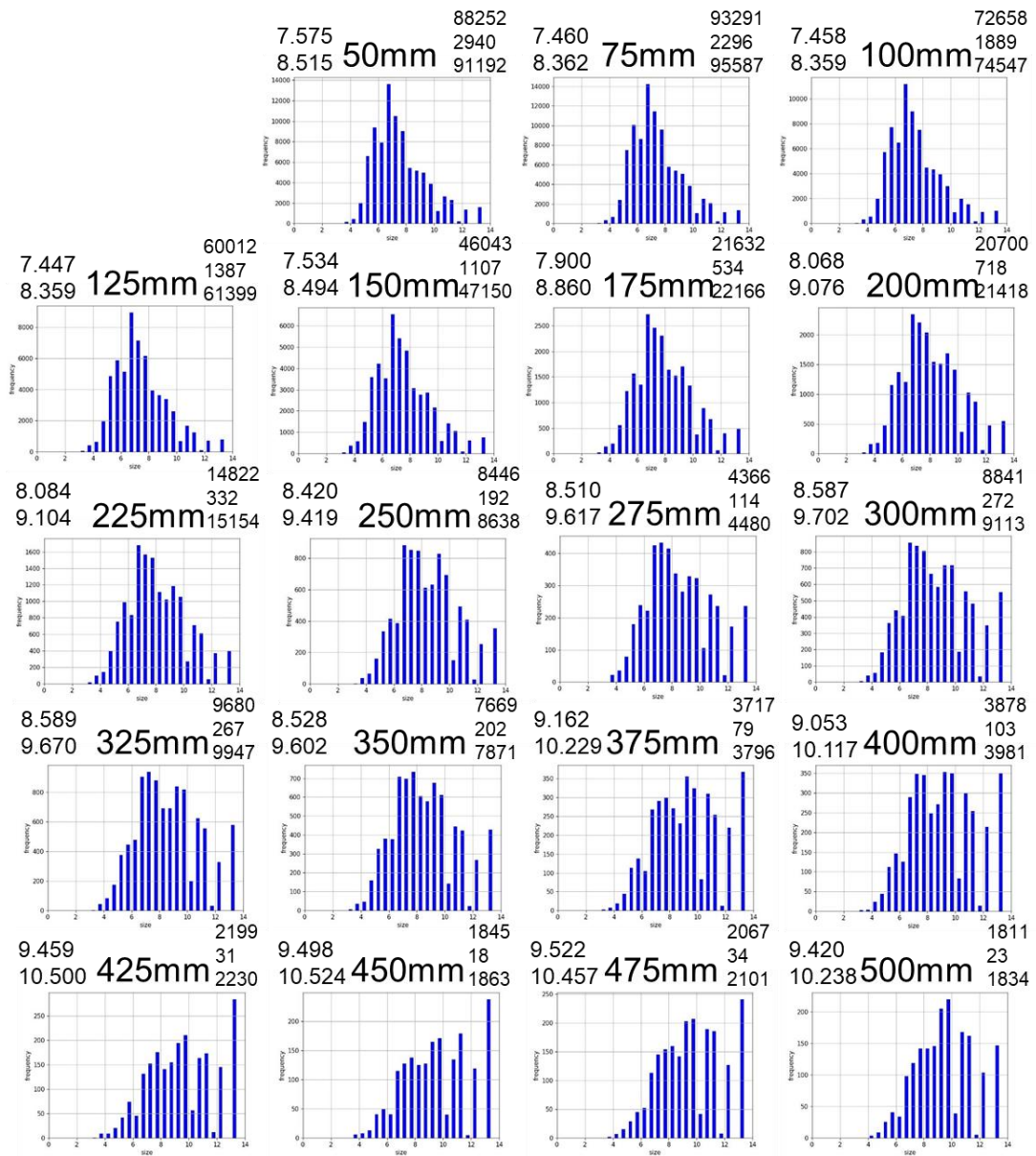


图 5.7.13 学习 5 150°C 解析结果

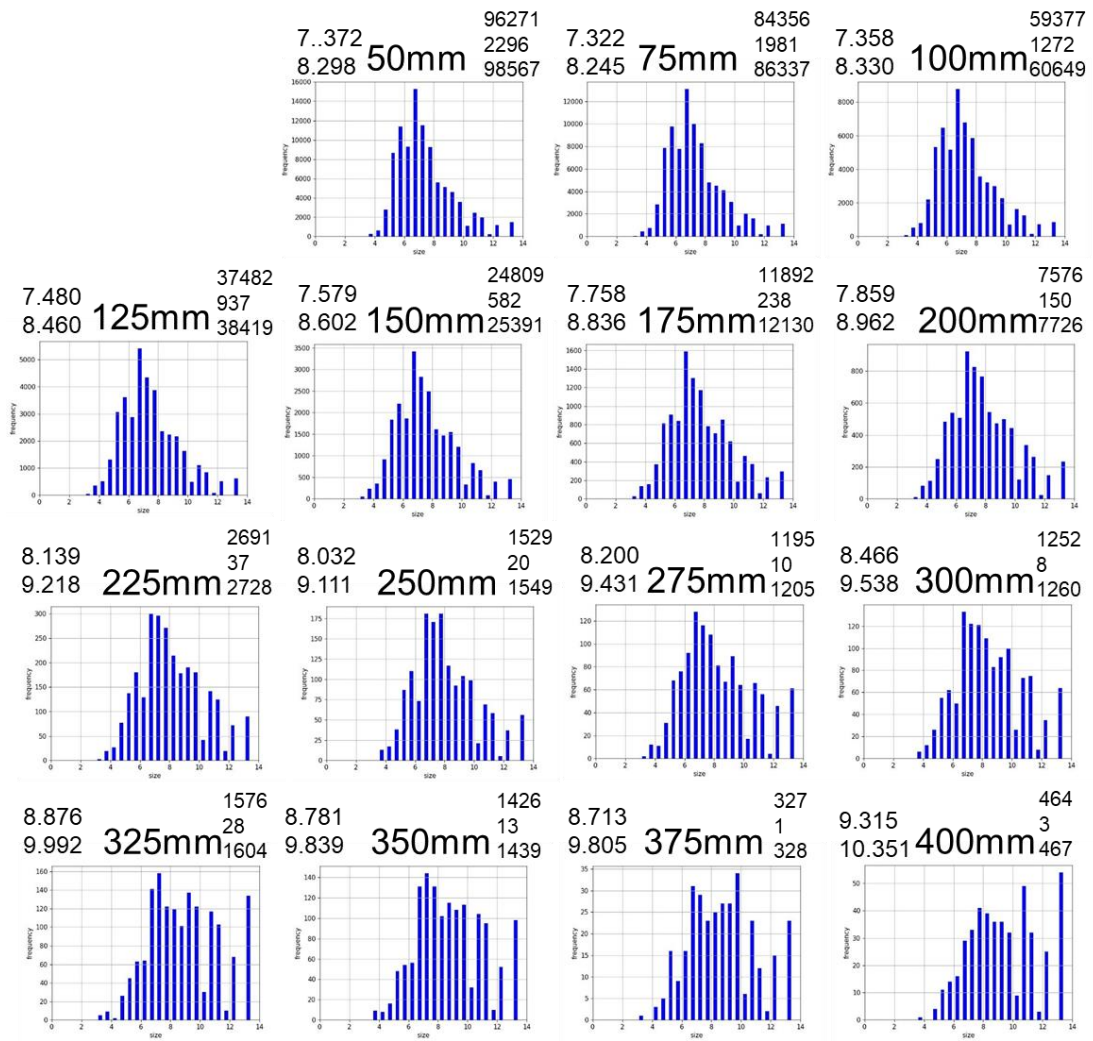


图 5.7.14 学习 5 200°C 解析结果

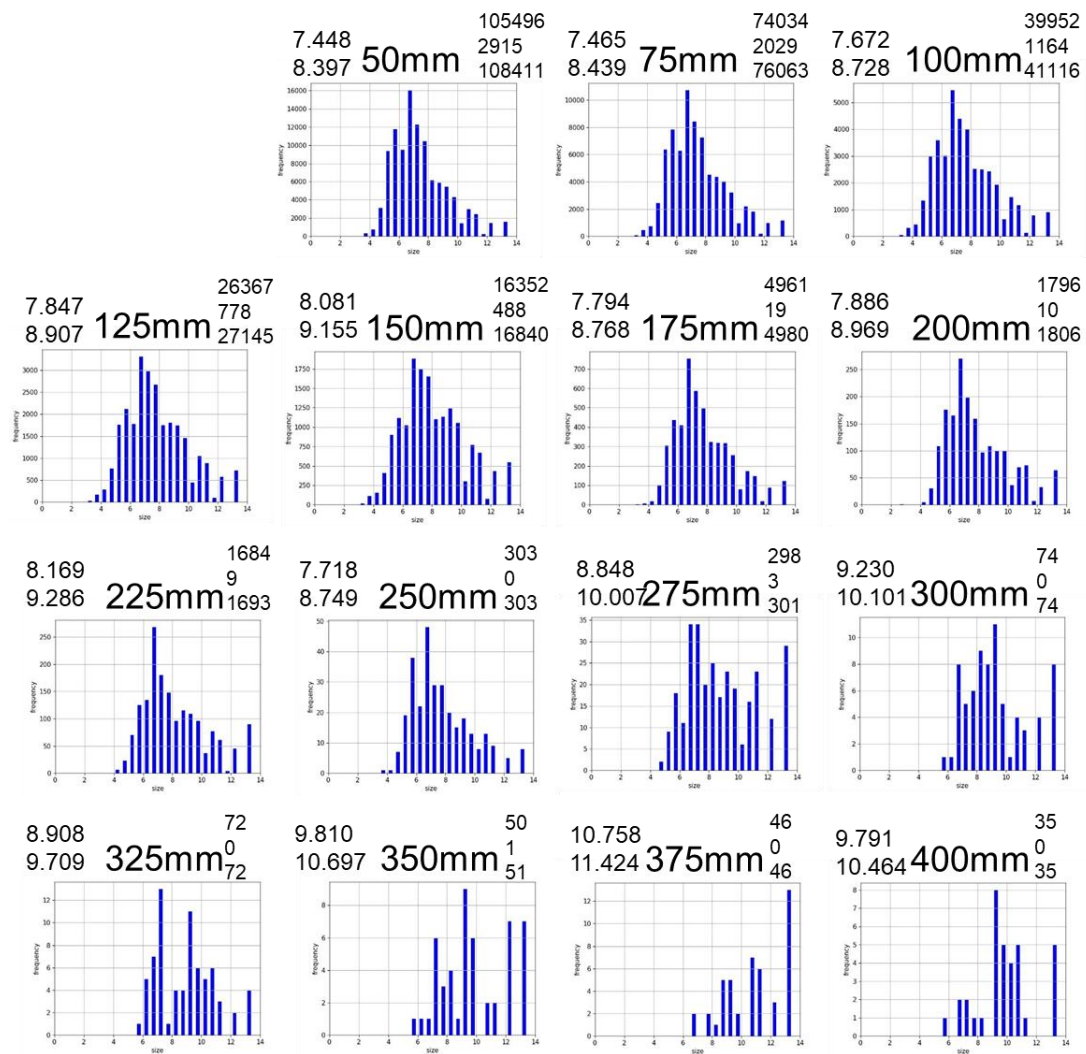


图 5.7.15 学习 5 250°C 解析结果

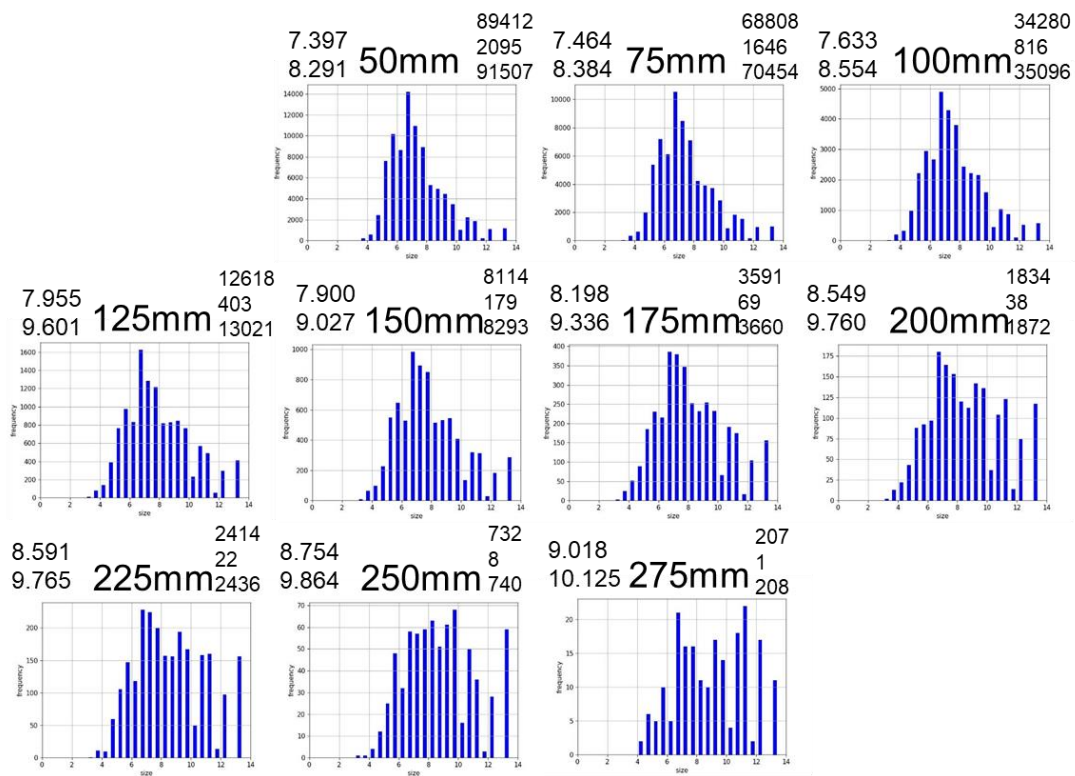


図 5.7.16 学習 5 300°C 解析結果

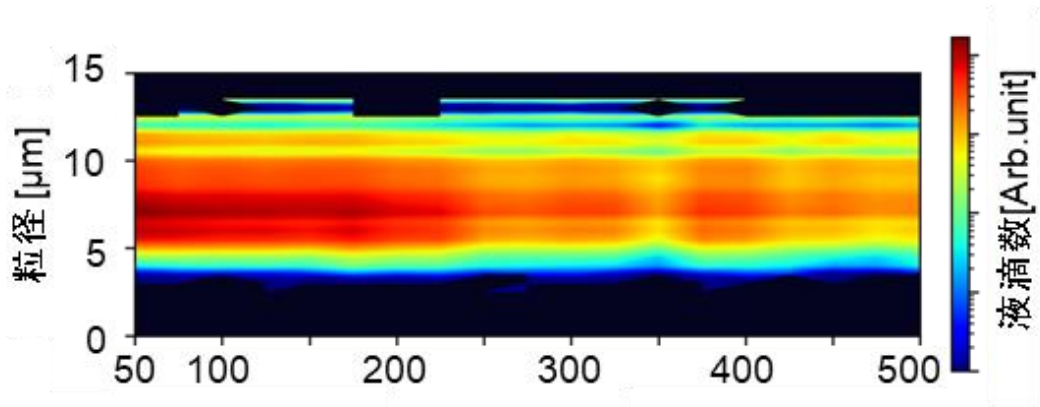


图 5.7.17 100 °C等高线图

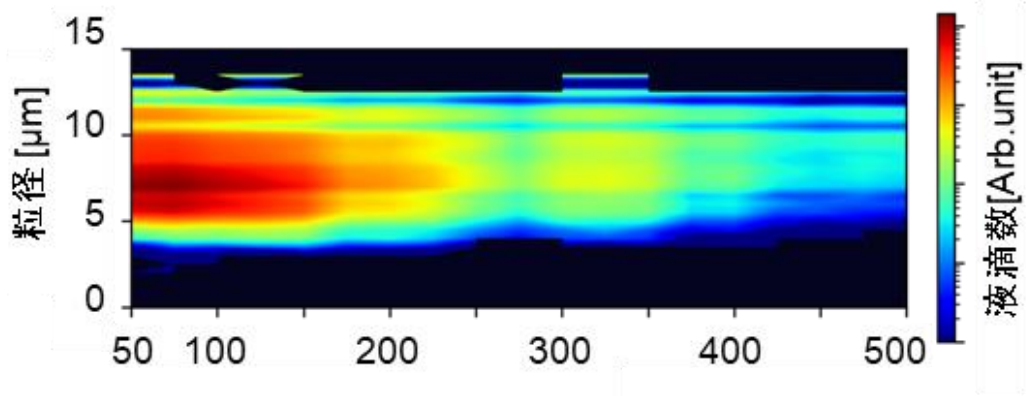


图 5.7.18 150 °C等高线图

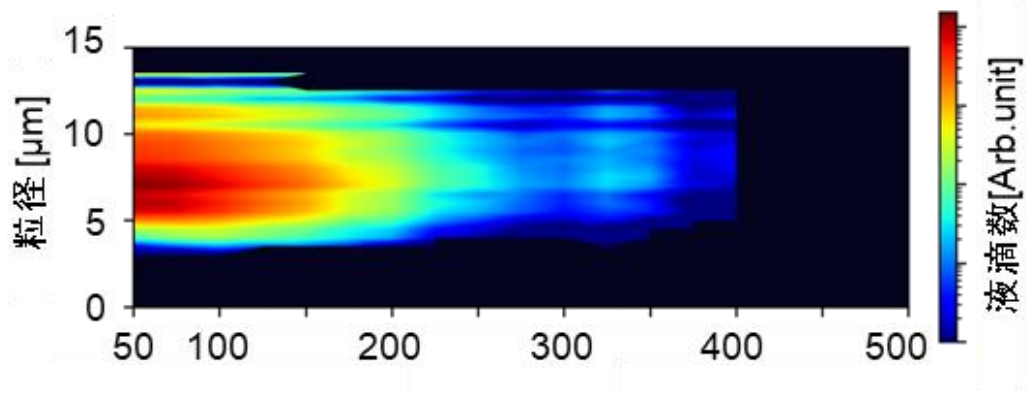


图 5.7.19 200 °C等高线图

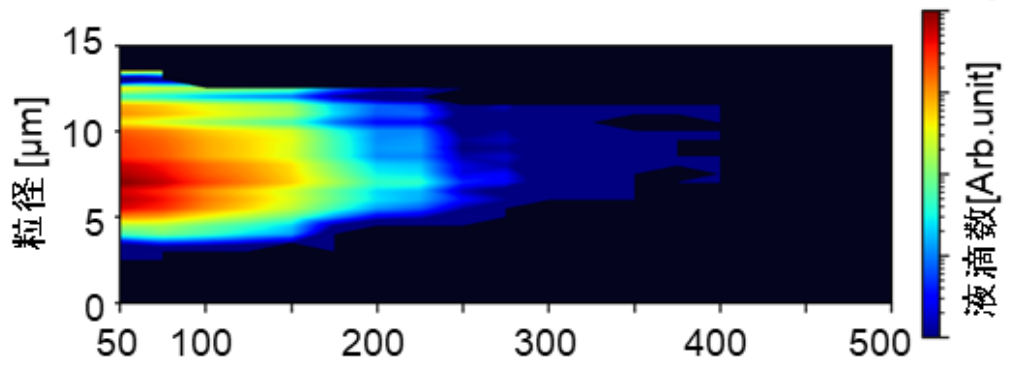


図 5.7.20 250 °C等高線図

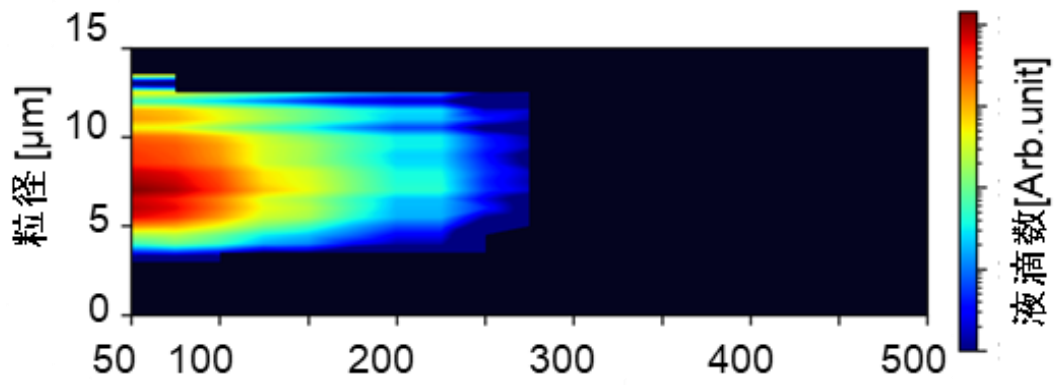


図 5.7.21 300 °C等高線図

5.7.3 光学系Ⅱ 考察

フィルタ#69 Brilliant Blue を用いた場合でも、フィルタなしの結果と同様に 250 °C以上の温度域における液滴個数の減少傾向は緩やかになっていることが確認できた。また、フィルタなしの結果では 4 μm 以下の領域において液滴の認識がほぼできていなかったが、フィルタを用いることにより、最低で 3 μm 付近の液滴の認識が可能となった。これは学習 5 としてフィルタに適応させた教師データを作成する際に、小さい液滴も認識の対象となるよう、画像内に写る比較的小さな液滴に対してもタグ付けを行ったため、認識が可能になったと考えられる。また、小さな液滴を認識できるようになったことから、総認識個数が増加したことで全体の傾向をより把握しやすくなった。フィルタなしの際に誤認識の主な原因となっていた色収差によるボケはフィルタを通過させることでほとんど発生しておらず、色収差に対してフィルタは有効的な手段であることが判明した。しかし、実験温度 150 °C、観測距離 200 mm 以降からは 13 μm 付近に検出される液滴が増加した。ここで検出された液滴画像と二値化処理とハフ変換を行った後の結果画像を図 5.7.22 に示す。結果より、正常に計測できていると考えられる液滴も存在するが、背景と液滴との境目がはっきりしておらず正確な計測ができていない液滴の存在が判明した。小さな液滴を捉えようとする、現状の装置群では解像度不足により像の明瞭度が低下する。これにより、液滴像の影が薄くなり背景と液滴を識別することが困難になることで誤認識に繋がっていると考えられる。本実験でフィルタの有効性が確認できたため、今後は各温度帯、各観測地点の蒸発挙動のデータを大量に取得し、解析に取り組む。

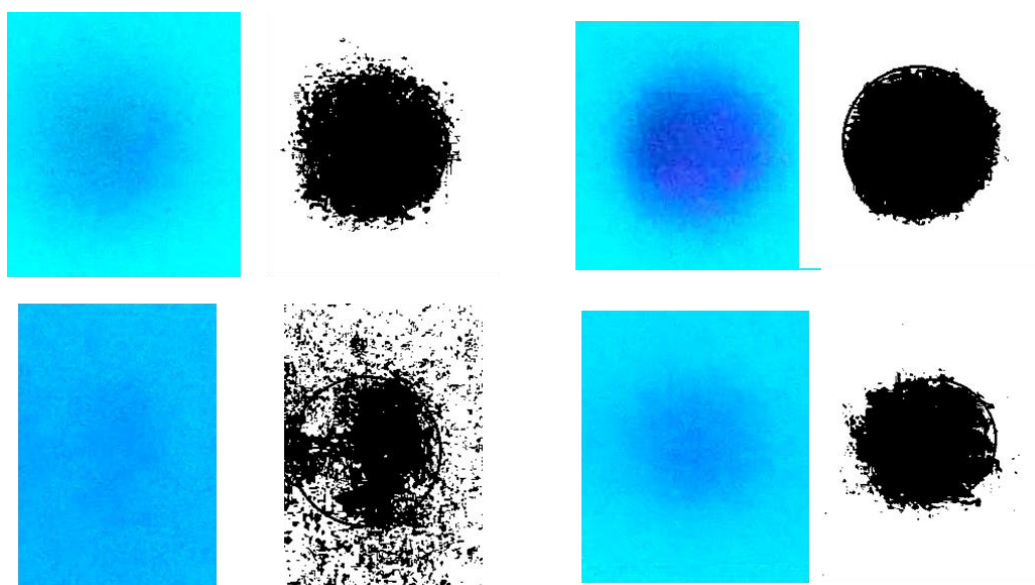


図 5.7.22 13 μm 以上と計測された液滴の元画像(左)とハフ変換後の画像(右)

5.8 倍率×2による液滴観測実験

5.6節で述べた小さな液滴の認識が困難である問題を改善するために、レンズ倍率を向上させて光学系Ⅰ、光学系Ⅱで実験を行った詳細について述べる。

5.8.1 倍率×2 光学系Ⅰ 実験方法

5.6節まで使用していた撮影装置のレンズに3.5.1節で示したエクステンダーレンズを取り付け、焦点距離を2倍にして観測実験を行った。撮影装置以外の装置は5.6節と同様である。実験条件と解析条件をそれぞれ表5.8.1、表5.8.2に示す。

表 5.8.1 実験条件

Solvent	H ₂ O
Temperature [°C]	100, 150, 200, 300
Carrier gas / dilution gas [L/min]	4.0 / 0.0
Observe position from inlet [mm]	50, 75, 100, 125, 150, 175, 200, 225, 250, 275, 300, 325, 350, 375, 400, 425, 450, 475, 500
Power [V·A]	24 · 0.64
Pulse time [ns]	22
Measurement time [s]	120
ISO sensitivity	2000
Ambient temperature [°C]	23~26
Ambient humidity [%]	16~40

表 5.8.2 解析条件

YOLO weights	学習 4.1
confidence	0.3
image size	768

5.8.2 倍率×2 光学系 I 実験結果

エクステンダーレンズを用いた実験で得られた各観測地点の画像を温度別に図 5.8.1, 図 5.8.2, 図 5.8.3, 図 5.8.4 に示す. また, 取得した画像を推論し解析した各観測地点の粒径結果のヒストグラムをそれぞれ温度別に図 5.8.5, 図 5.8.6, 図 5.8.7, 図 5.8.8 に示す. 各ヒストグラムの左上に上から算術平均粒径 D [μm]とザウター平均粒径 D_s [μm]を示し, 右上に上からピント合致として認識した液滴個数, ボケとして認識した液滴個数, ピント合致とボケた液滴の合計を総認識個数として示す.

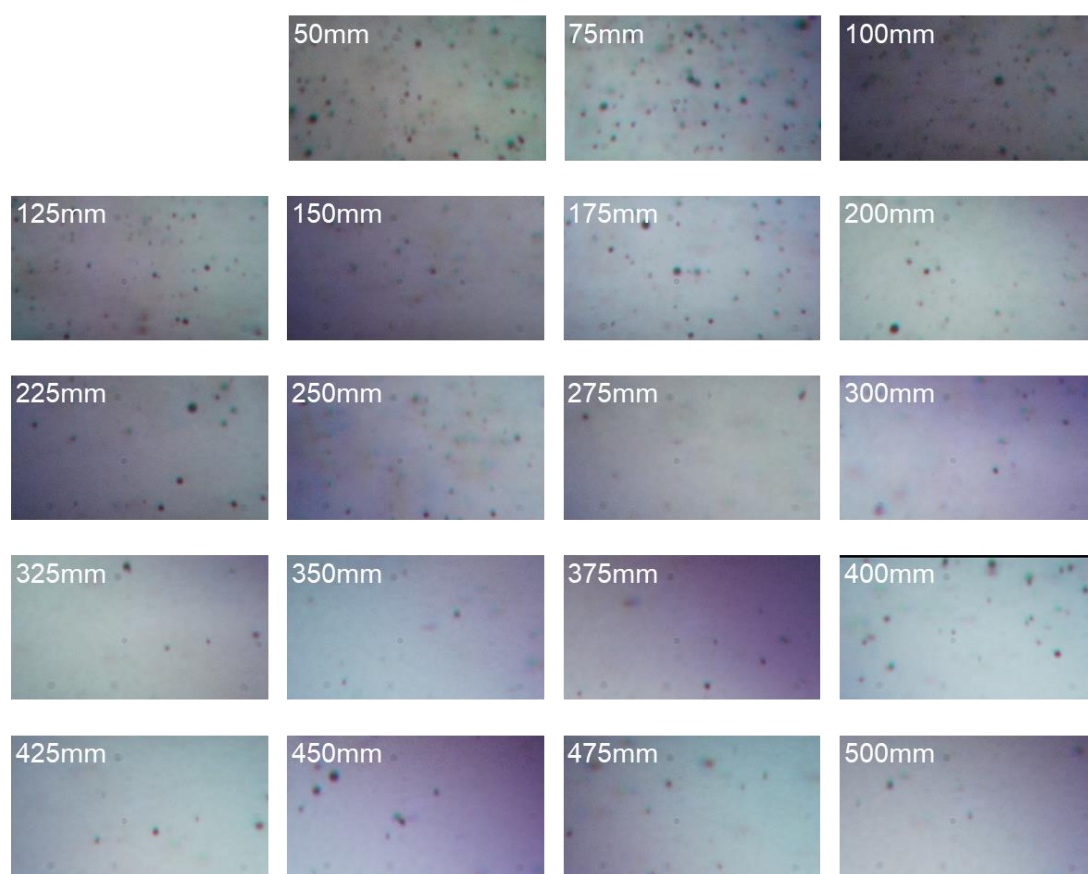


図 5.8.1 100 °C実験結果

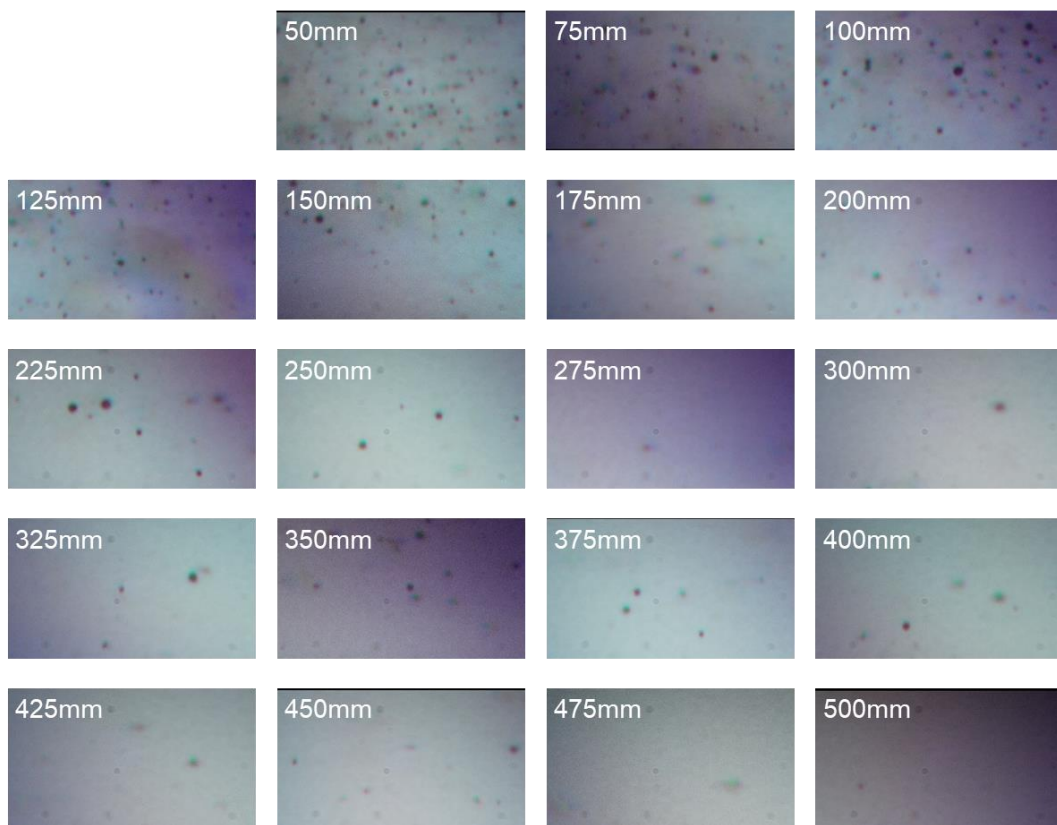


図 5.8.2 150 °C実験結果

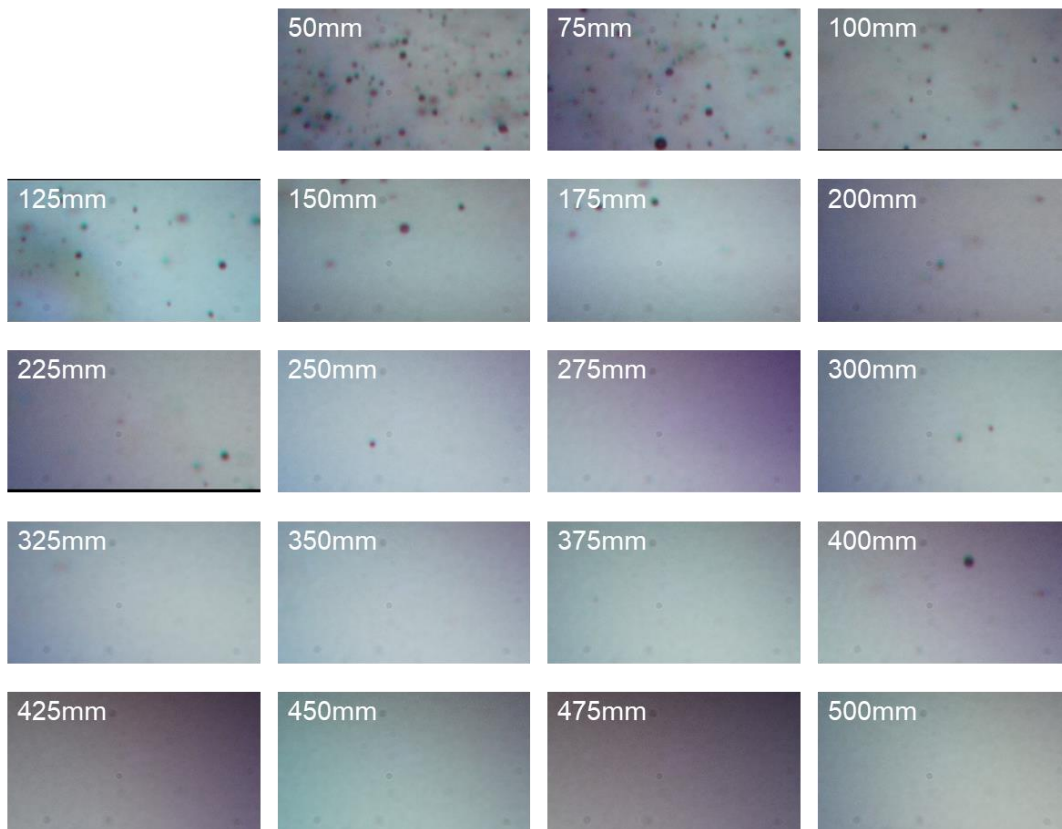


図 5.8.3 200 °C実験結果

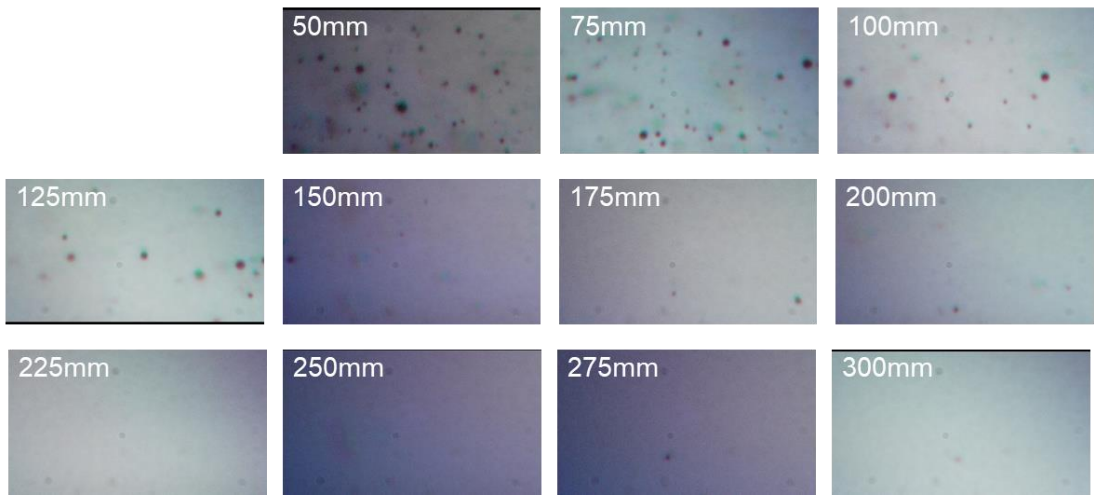


图 5.8.4 300 °C 实验结果

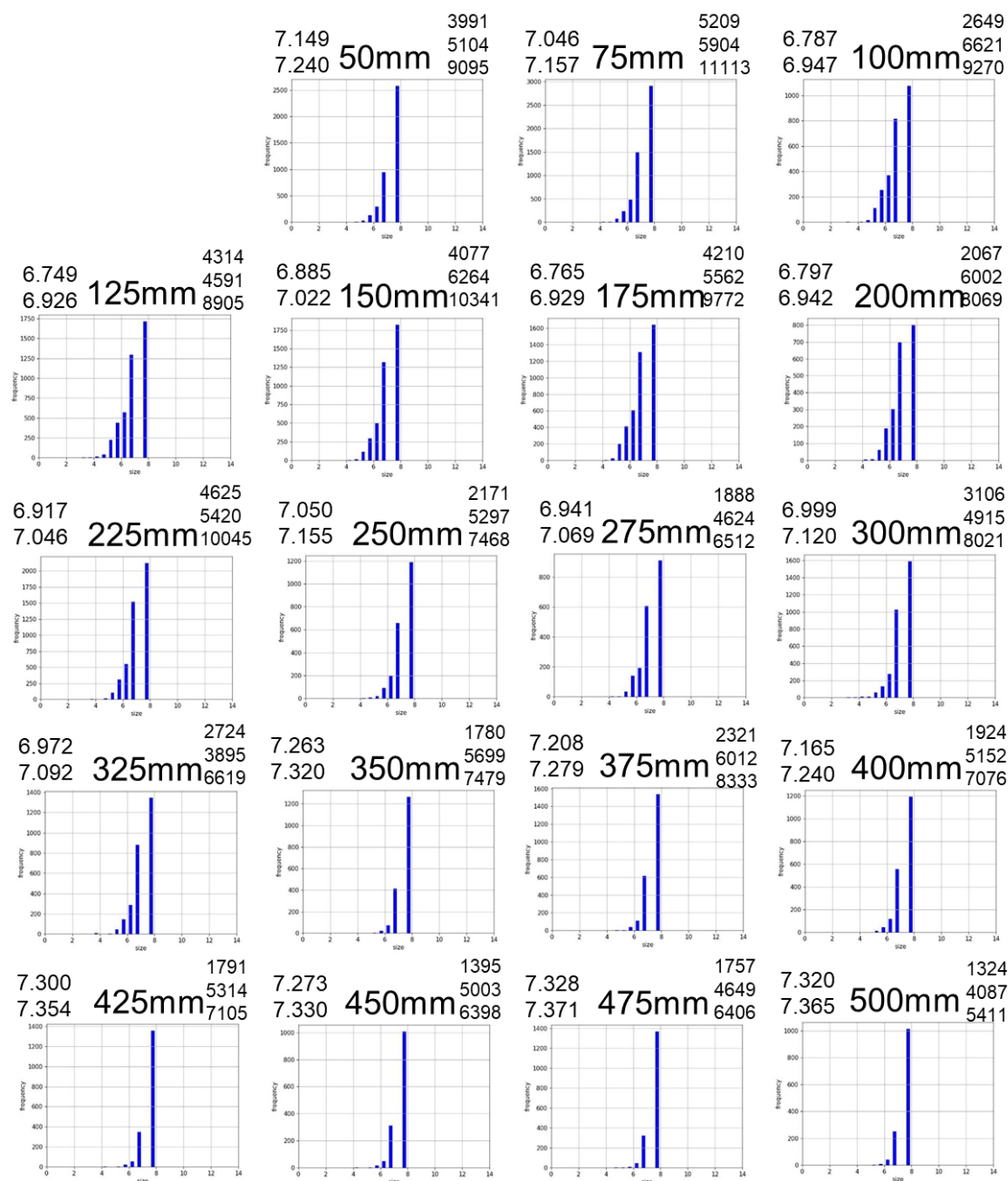


图 5.8.5 100 °C解析結果

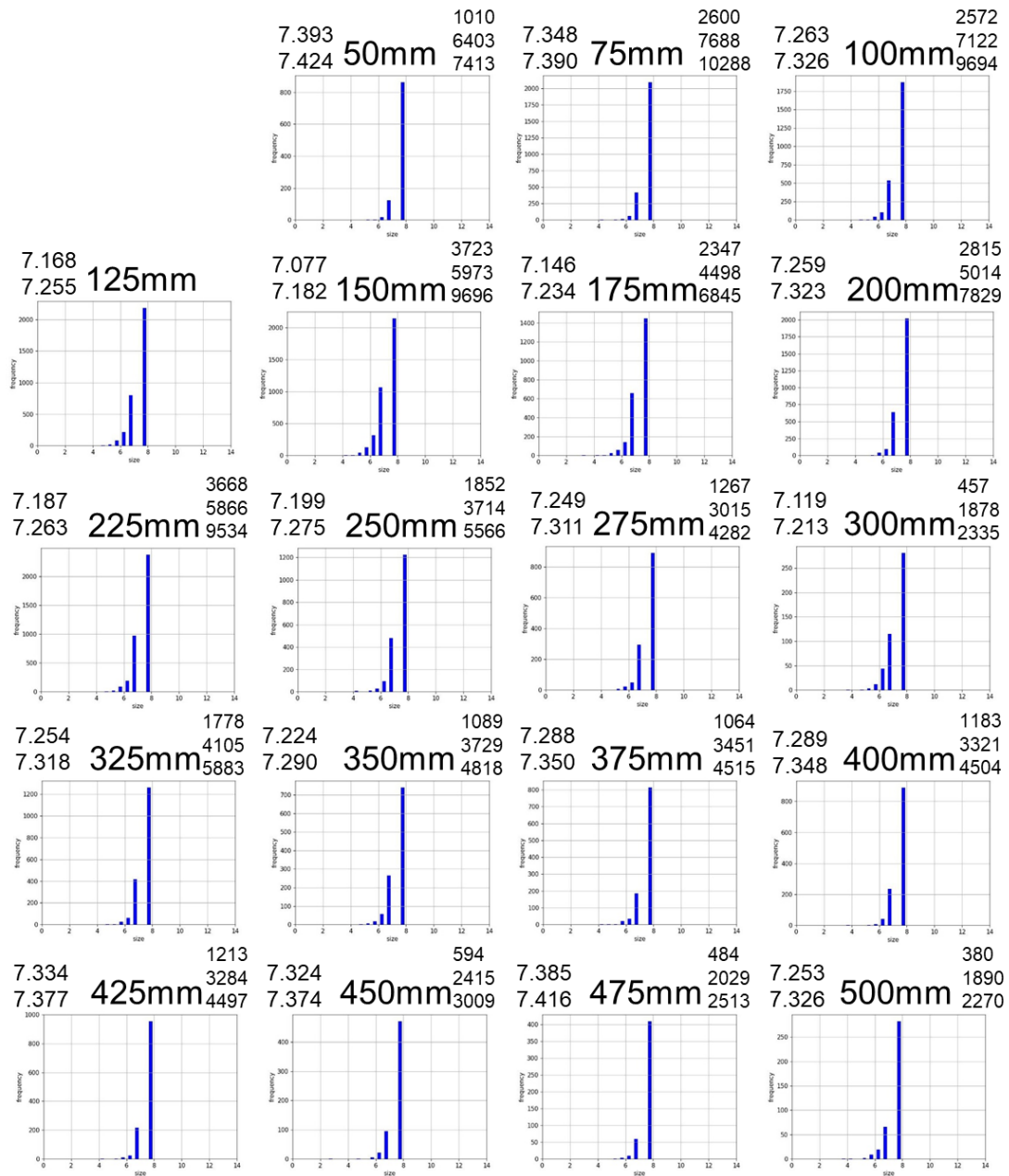


图 5.8.6 150 °C解析結果

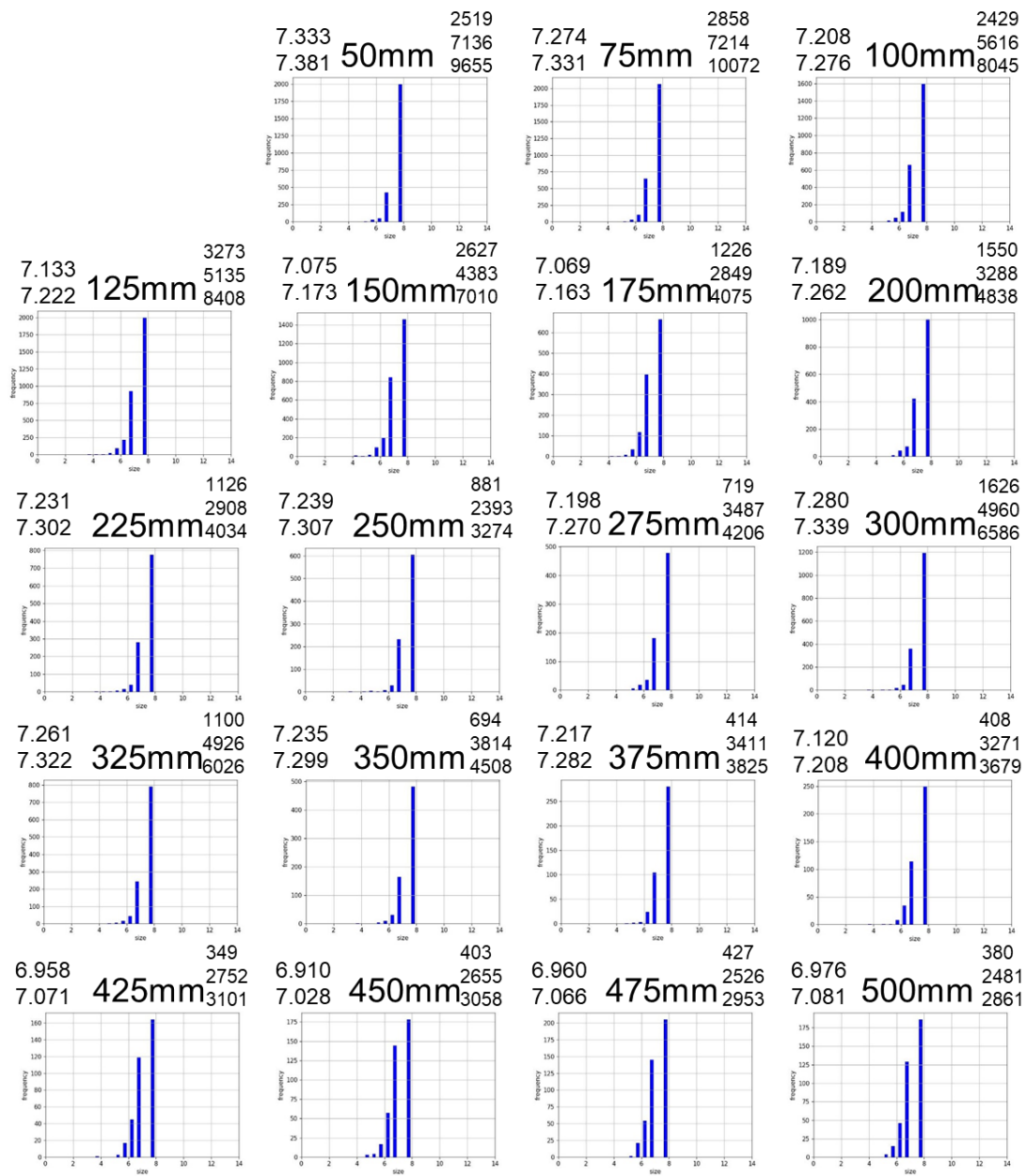


图 5.8.7 200 °C解析結果

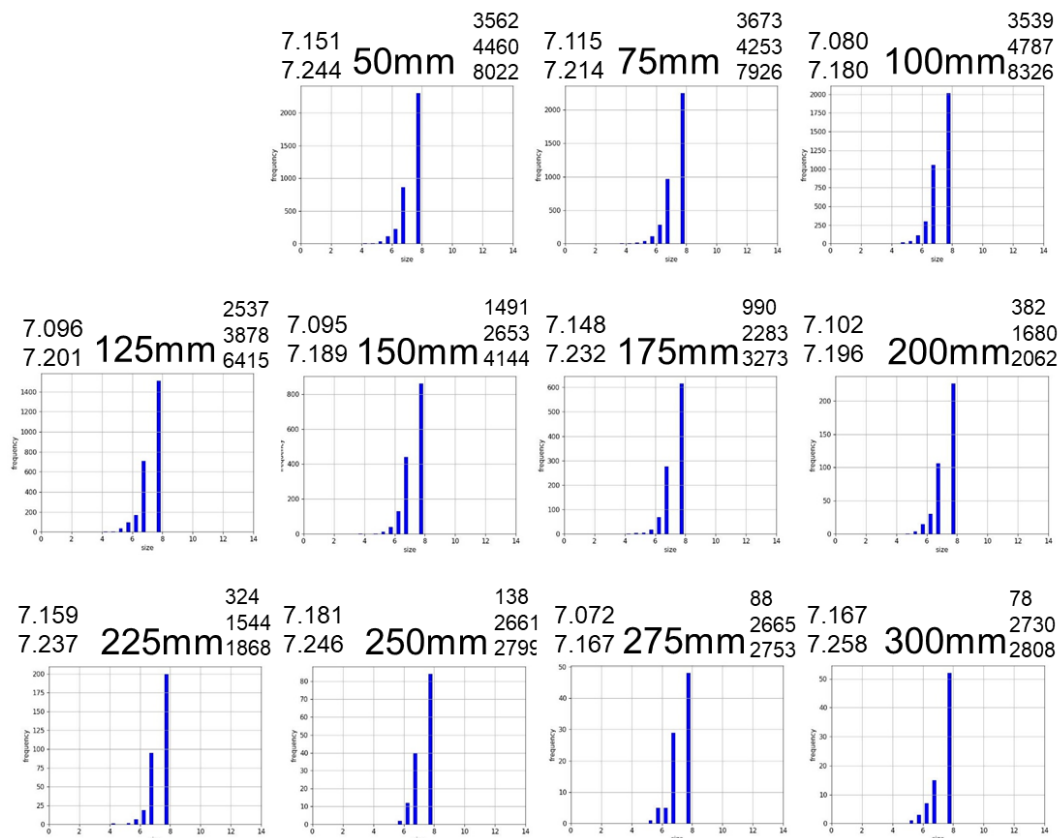


図 5.8.8 300 °C解析結果

5.8.3 倍率×2 光学系 I 考察

取得された画像を見ると，焦点距離を倍にしたため撮影範囲が小さくなったことから観測できる液滴数が減少していることが分かる．またヒストグラムより，すべての温度帯と観測位置において7 μm 程度を最大としてそれ以上の液滴が計測されていないことから解析プログラムによる正確な計測ができていないことが確認できた．この原因として撮影装置の分解能不足が考えられる．5.6節でも述べたように，撮影装置の分解能不足により明確に液滴が撮像できていない．解像度不足の状態の像をエクステンダーレンズを用いて2倍に拡大したため，さらに解像度不足が顕著に表れることで認識が困難になったと考えられる．

5.8.4 倍率×2 光学系Ⅱ 実験方法

エクステンダーレンズを装着し、焦点距離を 2 倍にした状態で光学系Ⅱを用いて観測実験を行った。使用した観測装置群は 5.8.1 節と同様で、フィルタは 5.7.1 と同様に#69 のフィルタを用いた。実験条件と解析条件をそれぞれ表 5.8.3, 表 5.8.4 に示す。解析は学習 5 の重み関数を使用した。

表 5.8.3 実験条件

Solvent	H ₂ O
Temperature [°C]	100, 200
Carrier gas / dilution gas [L/min]	4.0 / 0.0
Observe position from inlet [mm]	50, 75, 100, 125, 150, 175, 200, 225, 250, 275, 300, 325, 350, 375, 400, 425, 450, 475, 500
Power [V·A]	24 · 0.64
Time [ns]	22
Measurement time [s]	120
ISO sensitivity	10000
Ambient temperature [°C]	23~26
Ambient humidity [%]	16~40

表 5.8.4 解析条件

YOLO weights	学習 5
confidence	0.3
image size	768

5.8.5 倍率×2 光学系Ⅱ 実験結果

エクステンダーレンズとフィルタを用いた実験で得られた各観測地点の画像を温度別に図 5.8.7, 図 5.8.8 に示す.

また, 取得した画像を推論し解析した各観測地点の粒径結果のヒストグラムをそれぞれ温度別に図 5.8.9, 図 5.8.10 に示す. 各ヒストグラムの左上に上から算術平均粒径 D [μm]とザウター平均粒径 D_s [μm]を示し, 右上に上からピント合致として認識した液滴個数, ボケとして認識した液滴個数, ピント合致とボケた液滴の合計を総認識個数として示す.

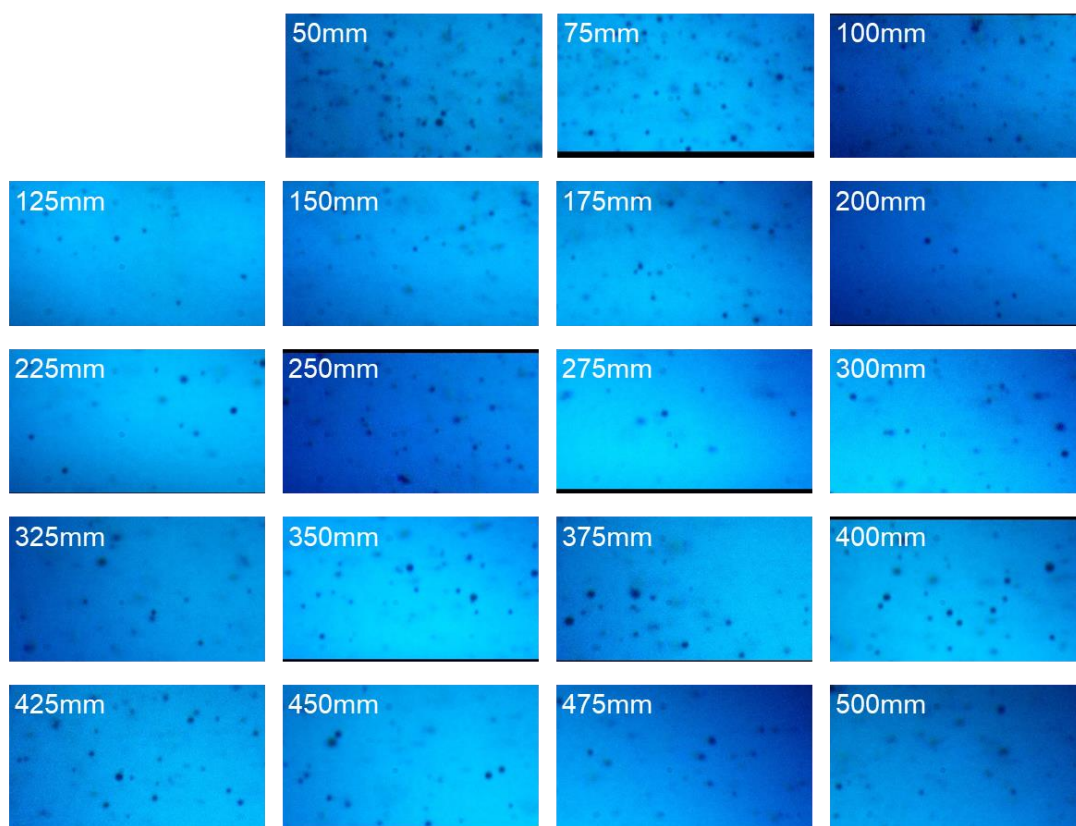


図 5.8.7 100°C実験結果

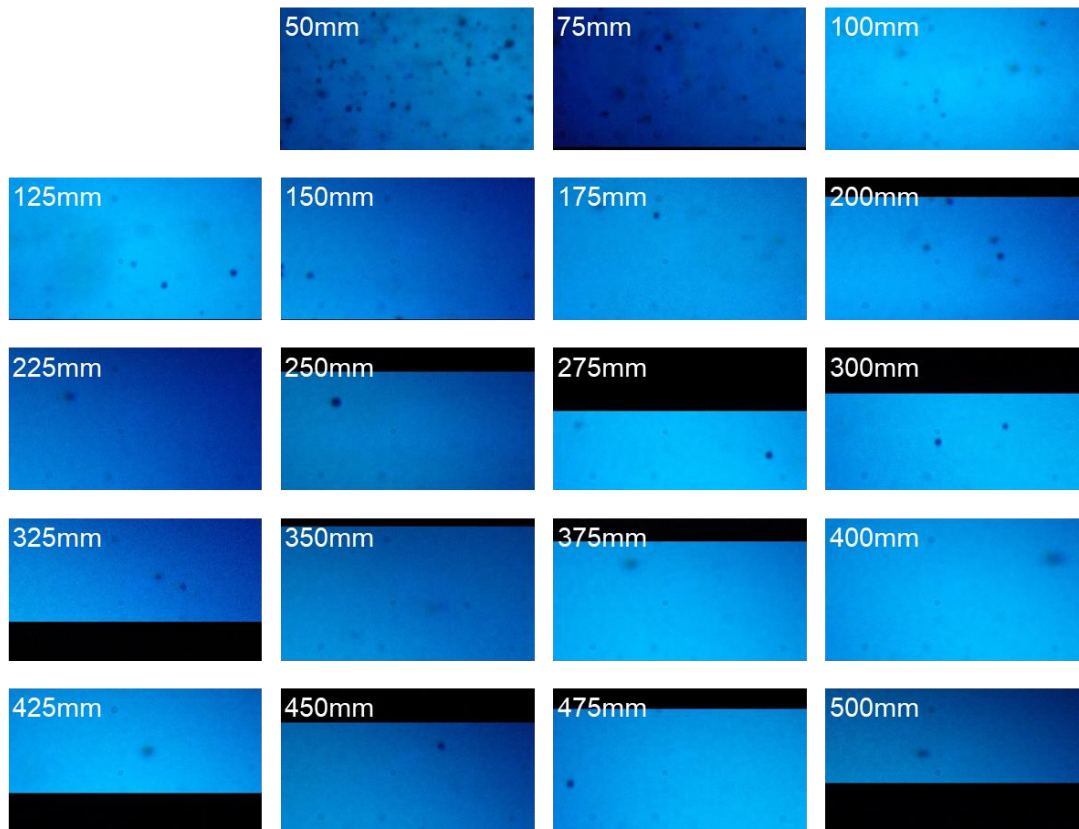


图 5.8.8 200°C实验结果

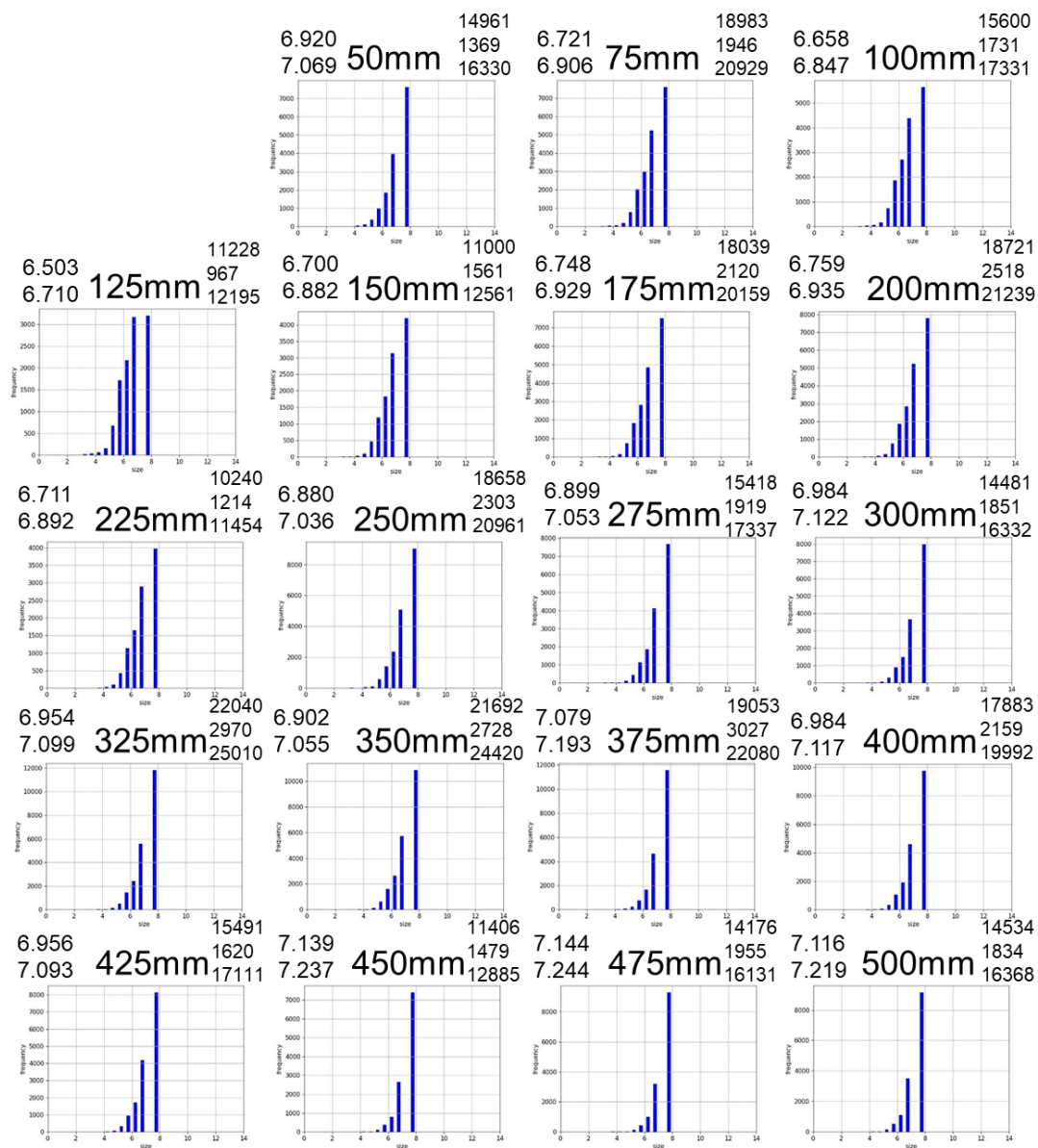


图 5.8.9 100°C解析結果

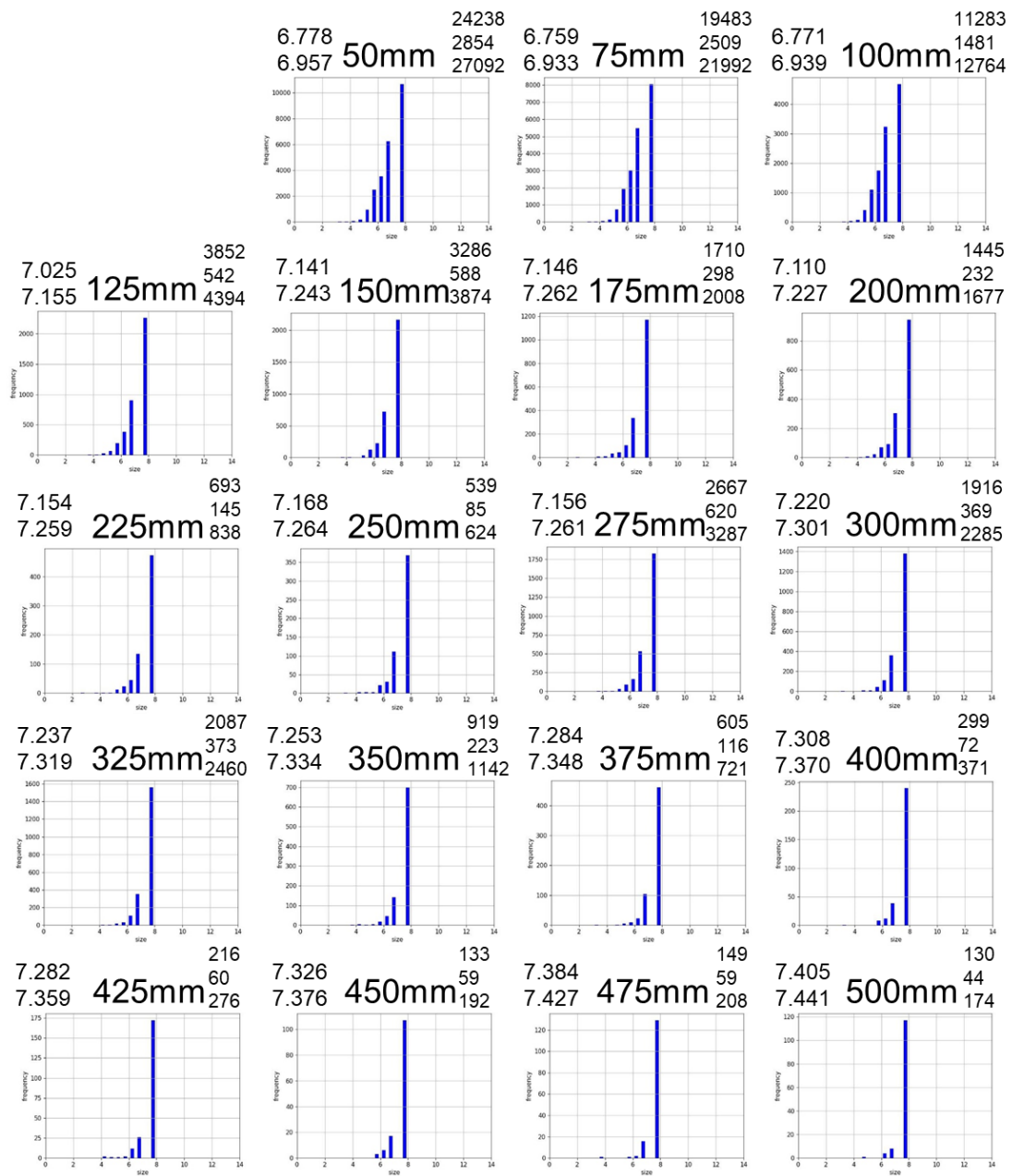


図 5.8.10 200°C解析結果

5.8.6 倍率×2 光学系Ⅱ 考察

ヒストグラムを見ると、5.8.2 節の倍率×2 光学系Ⅰと同様に $7\mu\text{m}$ 付近を最大としてそれ以上のサイズの液滴が計測されておらず、正常な計測ができていないことが判明した。教師データ、フィルタなどの条件を変更しても結果の傾向が 5.8.2 節の倍率×2 光学系Ⅰと同様になったため、撮影装置の分解能不足が原因であると考えられる。しかし、フィルタなしの結果と比較して、 $4\mu\text{m}$ 以下の液滴の認識が確認できた。光学系Ⅱは小さい液滴を認識できるように作成した学習 5 の教師データを用いて認識を行っているため、教師データの質によって液滴認識の精度が大きく左右されることが確認できた。

5.9 観測実験のまとめ

液滴観測実験で得られた結果を本節でまとめる。

5.6 節、5.7 節の結果より、超純水の微小液滴の蒸発挙動は、流路装置温度が $200\text{ }^{\circ}\text{C}$ (ミスト流温度 $170\text{ }^{\circ}\text{C}$)までは液滴個数が大きく減少するが、それ以上の温度帯では液滴個数の減少率が緩やかになった。この結果より、微小液滴でもライデンフロストが起きている可能性が確認できた。

装置の問題点として、レンズの解像度不足により、 $3\mu\text{m}$ 以下の小さい液滴の認識ができない問題が確認できた。よって、小さい液滴を明確に識別できる解像度をもつ撮影装置の導入、また、光源装置で用いる波長を短くし、解像度を向上する必要がある。また、計測プログラムに関しては、小さい液滴を認識できるように注意しながら作成した教師データを用いて学習を行い取得した重み関数を用いて液滴を認識させる必要がある。これに加え、二値化、ハフ変換などの液滴粒径計測処理を見直し、より正確な計測処理の実現が必要である。

また、本研究の観測実験では、流れ場内に撮影装置のピントを合わせるため、2.3.2 節で述べた固定治具のマイクロメーターを操作し、液滴が最も明瞭に見える位置にピントを調整していた。流れ場幅が 5 mm に対し、被写界深度は本研究で導入したマイクロスコープレンズの倍率×400の設定の場合、 $80\mu\text{m}$ である。ピント調整は観測位置を変更する度に調整を行っており、実験者の感覚に頼らざるを得ず、すべての条件において流れ場内の同じ位置を撮影できてはいない。流れ場内は 1.3 節で述べたように流れ場の中心が最も流速が速く、壁面に近づくにつれて流速は遅くなると考えられる。つまり、ピント位置が奥行き方向に変化することで観測するミスト流の加熱時間が異なる。よって、ピント位置をすべての条件で流れ場中心等固定し、各観測地点の液滴への加熱時間を統一する必要がある。

第6章 結論

本研究では、高温場における液滴の蒸発挙動の解明を行うために、微小液滴を観測する特殊な装置群の開発と、液滴粒径の正確な解析を実現する粒径解析プログラムを開発し、微小液滴蒸発挙動の観測・解析を行った。

6.1 微小液滴観測装置の開発

微小液滴を様々な条件下にて、統計的に扱えるデータ量を取得できる観測を実現するために、以下に示す内容を行った。

- 全流域での観測を目的とした流れ場幅 1 mm, 5 mm の流路装置, 流入口部品の開発
- 流路装置の温度場安定化, 高温場での実験を目的とした流路上部加熱装置の導入
- 被写界深度拡大による液滴観測個数増加を目的としたマイクروسコープレンズの導入
- 単位時間当たりのデータ取得量向上を目的とした 8K 撮影対応機材の導入

また、改善が必要な点を以下に示す。

- 流路装置のメンテナンス性向上
- 歪みのない流入口部品の開発
- 撮影装置の分解能向上
- 光源装置変更による分解能向上
- 流れ場内におけるピント位置の調整に必要な治具

6.2 液滴粒径解析プログラムの開発

観測装置で取得されたデータを解析し、液滴粒径の統計的分析を実現するために、以下に示す内容を行った。

- 液滴のピンボケ判別のため深層学習を導入した液滴認識プログラムの開発
- GUI, 解析処理の全自動化による粒径解析の効率化

また、改善が必要な点を以下に示す。

- 教師データの質の統一
- 粒径計測処理の最適化
- リアルタイム計測を目指した計測プログラムの開発

6.3 微小液滴蒸発挙動の観測

本研究で開発した観測装置，解析プログラムを用いて液滴蒸発挙動の解明に取り組み，以下に示す内容について解明を進めた．

- 複数の温度場，観測位置における液滴蒸発挙動の観測
- 流れ場内における液滴蒸発挙動の可視化
- 微小液滴の個数減少の傾向が 250 °C 以上において緩やかになることから，ライデンフロスト現象が発生している可能性を確認

また，今後解析が必要な点を以下に示す．

- 超純水の観測液滴個数を大幅に増加させ，統計分析による液滴蒸発挙動の解明
- 実験温度，観測位置の間隔を小さくした挙動観測実験
- 流路，各装置の接合部，ガス供給条件などの改善による液滴観測個数の増加
- マイクロオーダーの微小液滴における蒸発のモデル式作成
- 超純水以外の溶液における蒸発挙動解析

付録

Apx.1 機械学習の評価指標

機械学習や深層学習の結果の評価で用いられる指標の詳細について表 Apx.1 に記載する.

※バウンディングボックス=BB, オブジェクト=obj

表 Apx.1 機械学習評価指標

train	訓練用データセット
val(validation)	評価用データセット
box_loss	予測された BB と正解である BB との合致度の損失
obj_loss	予測された obj と正解である obj との合致度の損失
cls_loss	予測された BB の分類の正確さを測定する損失 (クラスが1つの場合 0 になる)
precision	検出した BB が正しい比率 過検出 (間違った BB を過剰に検出する) が無ければ 1.0 未検出 (検出すべき BB を検出できていない) があっても 1.0
recall	検出すべき BB を検出できている比率 未検出 (検出すべき BB を検出できていない) がなければ 1.0 過検出 (間違った BB を過剰に検出する) があっても 1.0
PR curve	縦軸に precision, 横軸に recall をプロットしたグラフ
IoU	予測の BB と正解の BB の一致度 (詳細は 4.3.2 節)
AP	PR curve のグラフ面積 (大きいほど良いモデル)
mAP	AP 値をすべてのクラスについて平均化したもの
mAP0.5	IoU0.5 での平均精度
mAP0.5:0.95	IoU0.5 から IoU0.95 の範囲の様々な IoU 閾値での平均精度

Apx.2 YOLO 学習 1 他条件

4.4.1節で述べた学習1で行った最適学習条件の模索に関して,各学習条件の詳細を表Apx.2,各条件の結果をそれぞれ図Apx.2.1~図Apx.2.14に示す.

※cfg, weightsのYOLOv5s, YOLOv5m, YOLOv5l, YOLOv5xをそれぞれs, m, l, xと示す.

表 Apx.2 学習 1 詳細

name	batch	epochs	cfg	img	patience	weights
220516_2	16	1000	m	640	100	s
220517_1	4	300	x	640	100	s
220517_2	16	300	m	640	100	s
220517_3	4	300	m	1080	100	s
220519_2	8	300	l	640	100	s
220520_2	4	300	m	640	100	s
220520_3	4	300	m	640	100	s
220523_1	16	300	m	640	100	m
220524_2	16	300	m	640	100	m
220529_1	8	300	l	640	100	l
220725_1	8	300	l	640	100	l
220725_2	6	300	x	640	100	x
220825_2	6	300	l	704	0	l
220825_3	4	300	x	704	0	x

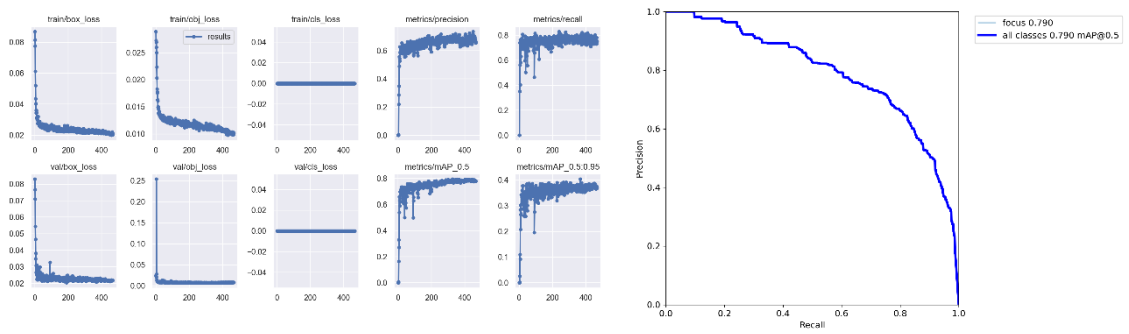


図 Apx.2.1 220516_2 結果

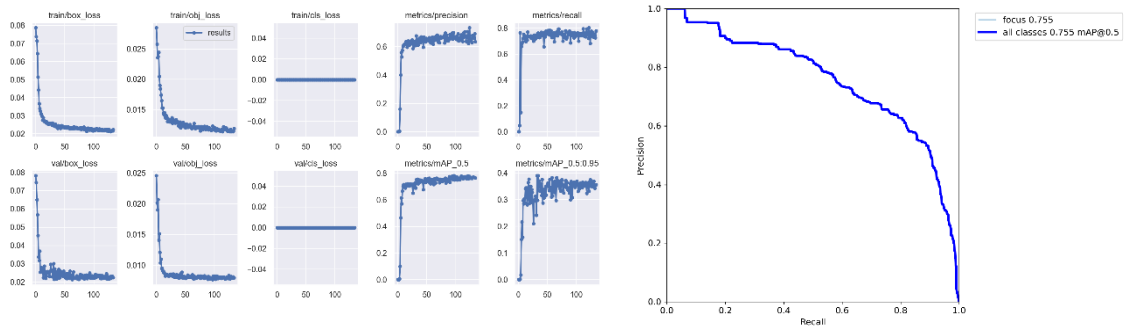


図 Apx.2.2 220517_1 結果

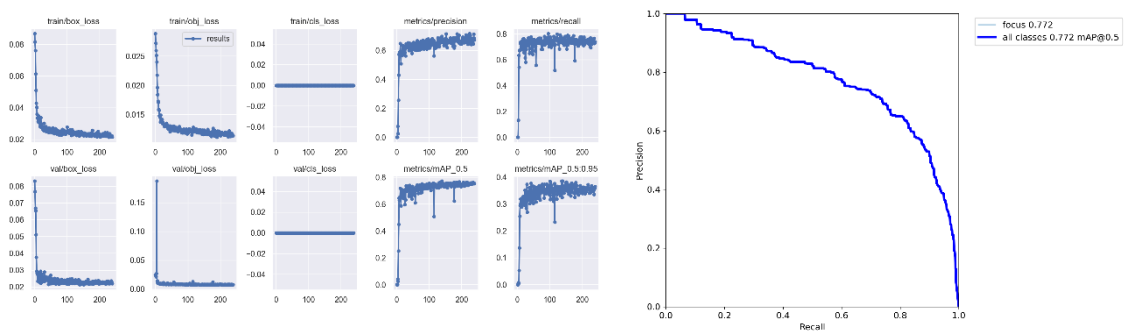


図 Apx.2.3 220517_2 結果

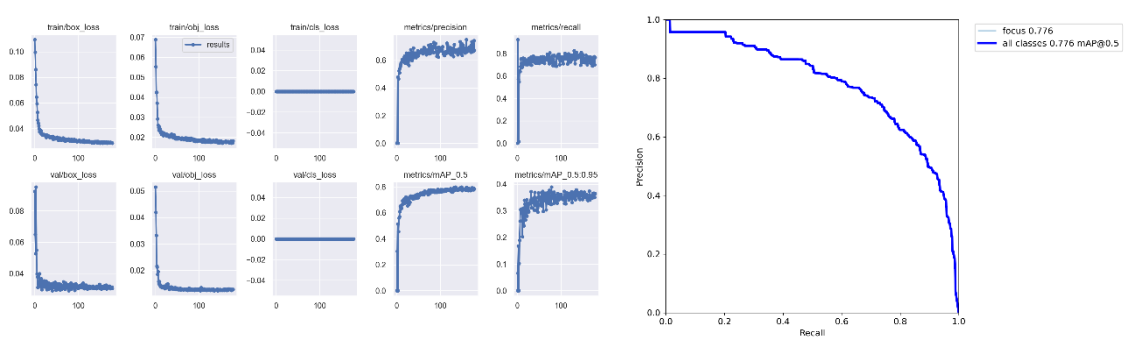
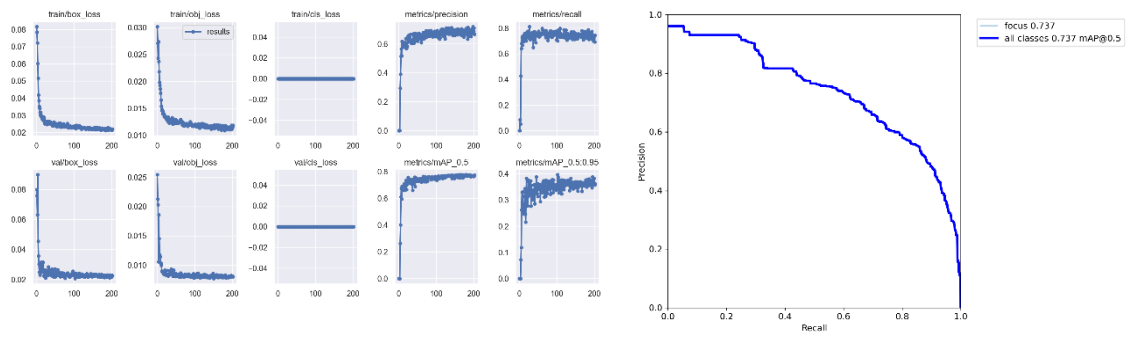
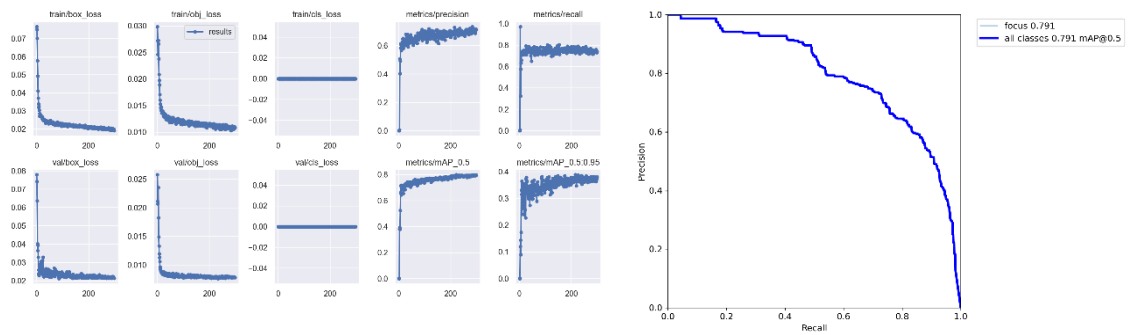


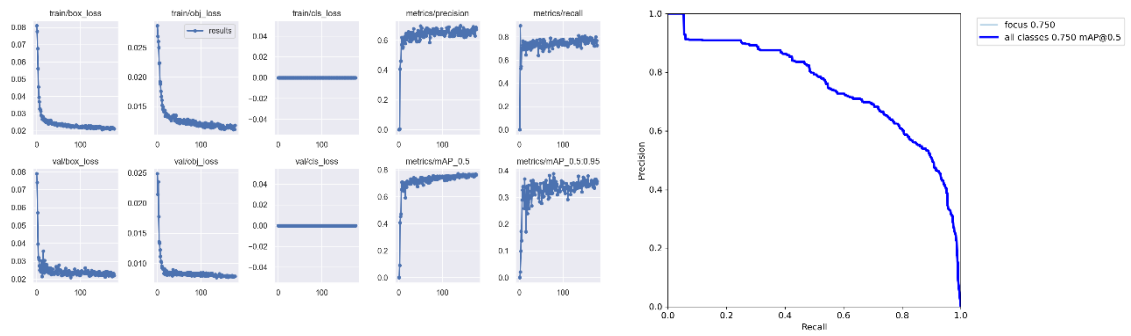
図 Apx.2.4 220517_3 結果



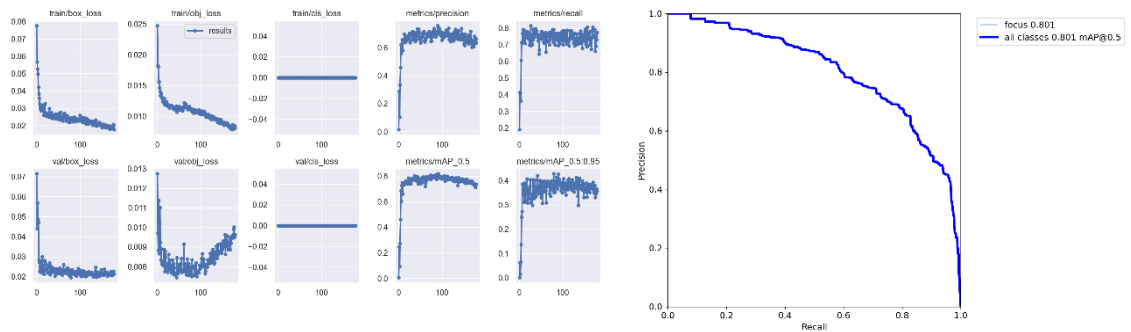
☒ Apx.2.5 220519_2 結果



☒ Apx.2.6 220520_2 結果



☒ Apx.2.7 220520_3 結果



☒ Apx.2.8 220523_1 結果

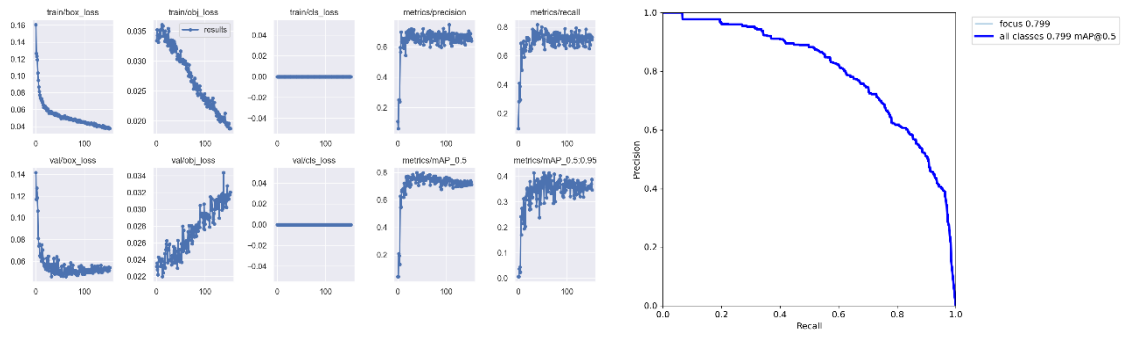


図 Apx.2.9 220524_2 結果

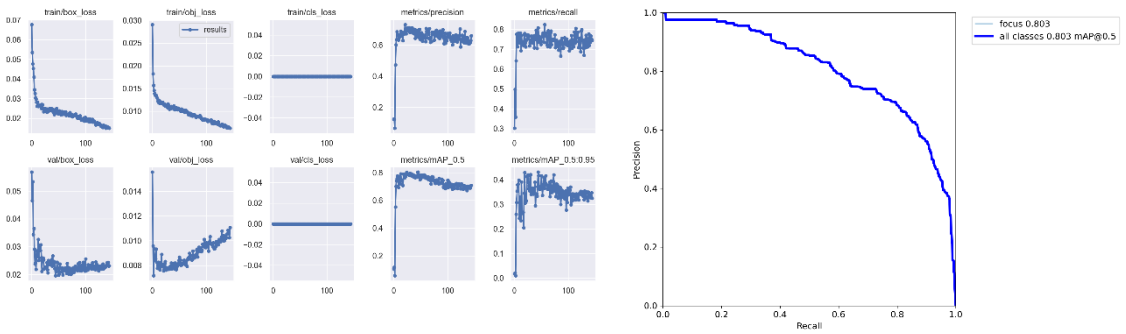


図 Apx.2.10 220529_1 結果

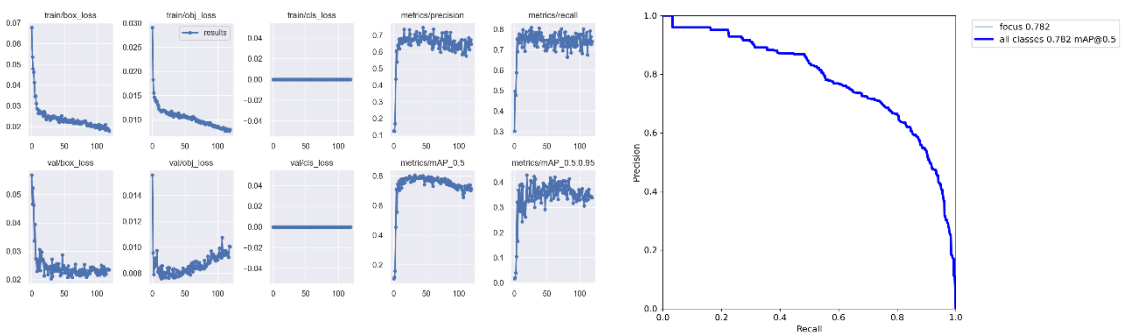


図 Apx.2.11 220725_1 結果

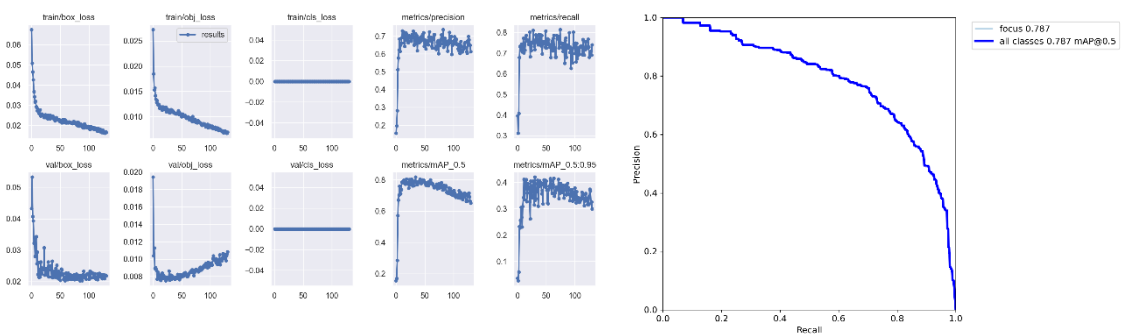


図 Apx.2.12 220525_2 結果

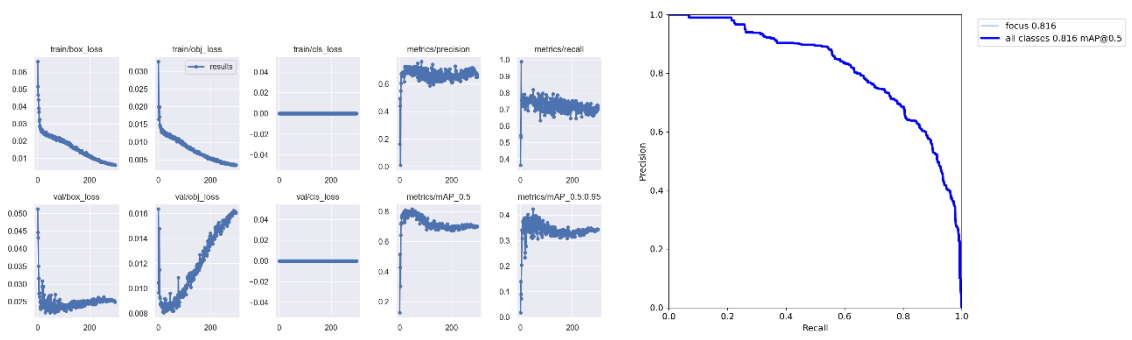


図 Apx.2.13 220825_2 結果

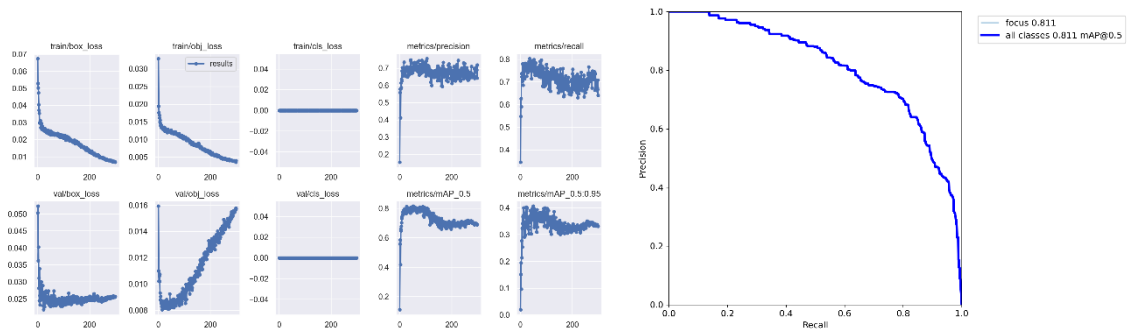


図 Apx.2.14 220825_3 結果

Apx.3 YOLO 学習 2 他条件

4.4.2 節で述べた学習 2 で行った最適条件の模索に関して、学習条件の詳細を表 Apx.3、結果を図 Apx.3 に示す。

※cfg, weights の YOLOv5m, YOLOv5l をそれぞれ m, l と示す。

表 Apx.3 学習 2 詳細

name	batch	epochs	cfg	img	patience	weights
220623_1	16	300	m	640	100	m

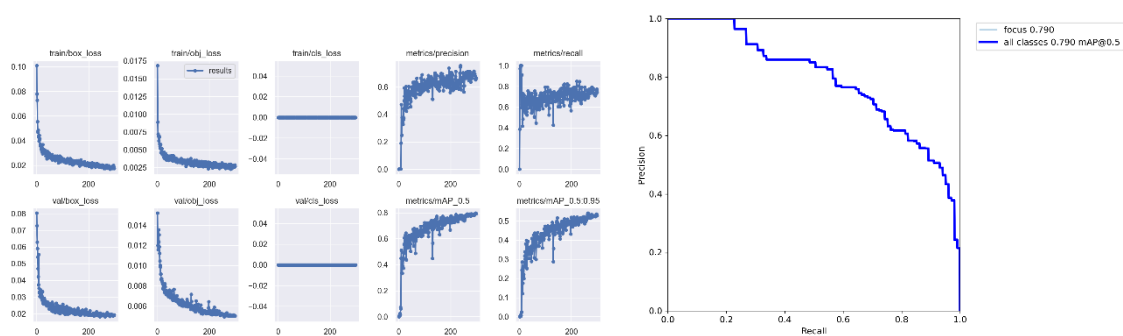


図 Apx.3 220623_1 結果

Apx.4 YOLO 学習 3 他条件

4.4.3 節で述べた学習 3 で行った最適条件の模索に関して学習条件の詳細を表 Apx.4, 結果を図 Apx.4.1, 図 Apx.4.2 に示す.

※cfg, weights の YOLOv5l を 1 と示す.

表 Apx.4 学習 3 詳細

name	batch	epochs	cfg	img	patience	weights
220826_1	4	300	1	704	0	1
220826_3	4	300	1	768	0	1

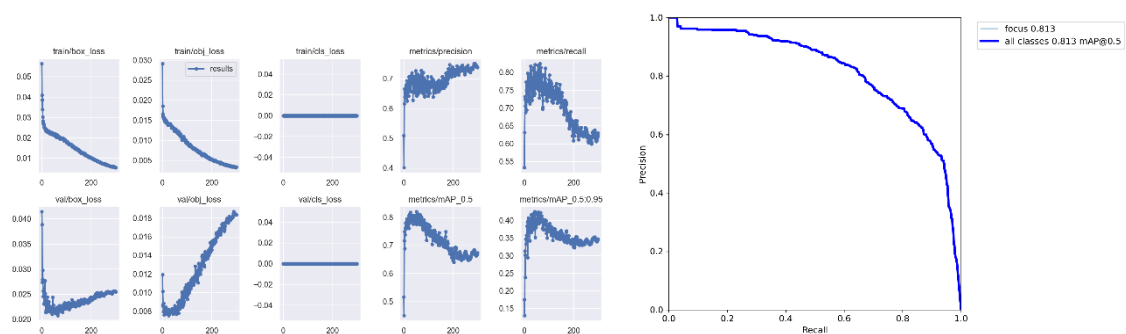


図 Apx.4.1 220826_1 結果

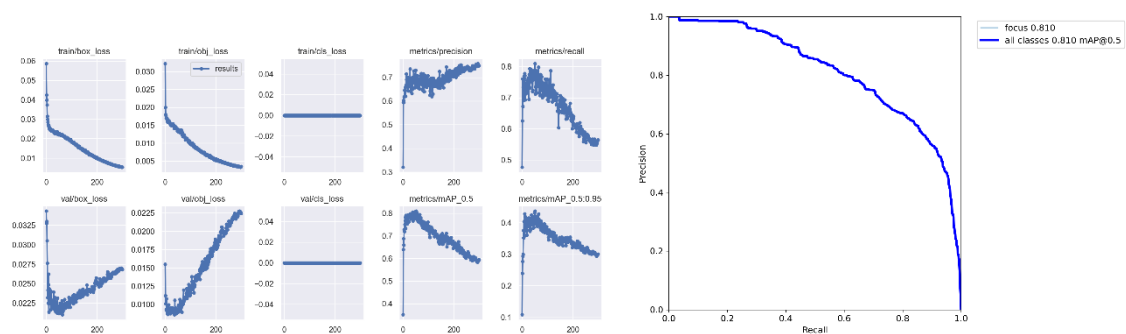


図 Apx.4.2 220826_3 結果

Apx.5 YOLO 学習 4 他条件

4.4.4 節で述べた学習 4 で行った最適条件の模索に関して学習条件の詳細を表 Apx.5, 結果を図 Apx.5 に示す.

※cfg, weights の YOLOv5l を 1 と示す.

表 Apx.5 学習 4 詳細

name	batch	epochs	cfg	img	patience	weights
221121_2	6	300	x	768	0	1

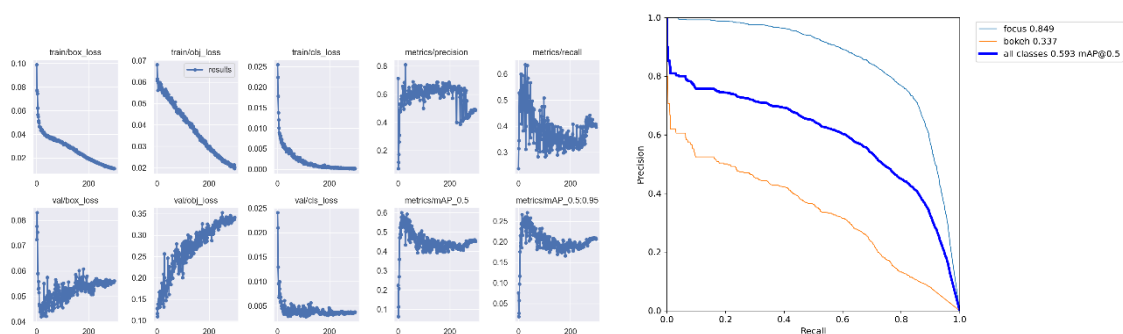


図 Apx.5 221121_2 結果

Apx.6 YOLO 推論時リサイズ比較

YOLO を用いて液滴の識別を行うために教師データを用いて学習させた際、処理の軽量化を目的として画像をリサイズして使用した。そこで推論時も処理の軽量化のために画像をリサイズして解析を行ってみたところ、認識結果には影響がないことが判明したが、液滴粒径の計測において精度低下が確認されたため本研究の解析ではリサイズせず、オリジナルの画像を用いて解析を行った。本節ではその精度低下について述べる。

横 6000 pixel, 縦 4000 pixel のオリジナル画像と、横 1080 pixel, 縦 720 pixel にリサイズした画像をそれぞれ同様の条件にて推論した結果をそれぞれ図 Apx.6.1, 図 Apx.6.2 に示す。学習には学習 1 を使用した。

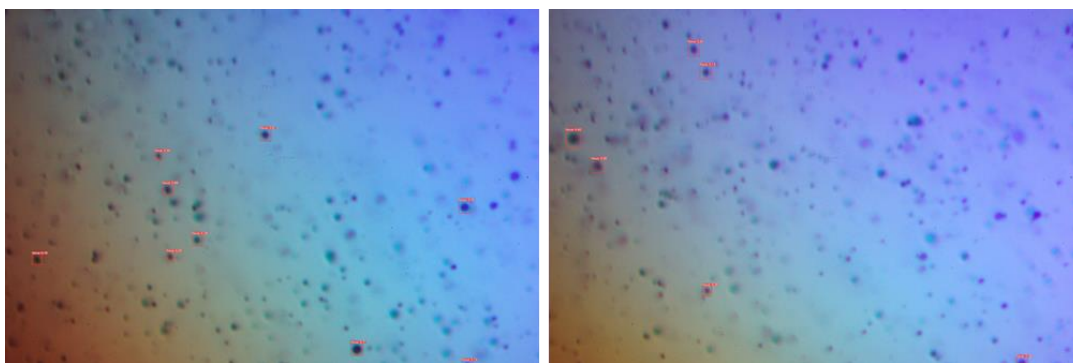


図 Apx.6.1 オリジナル画像推論

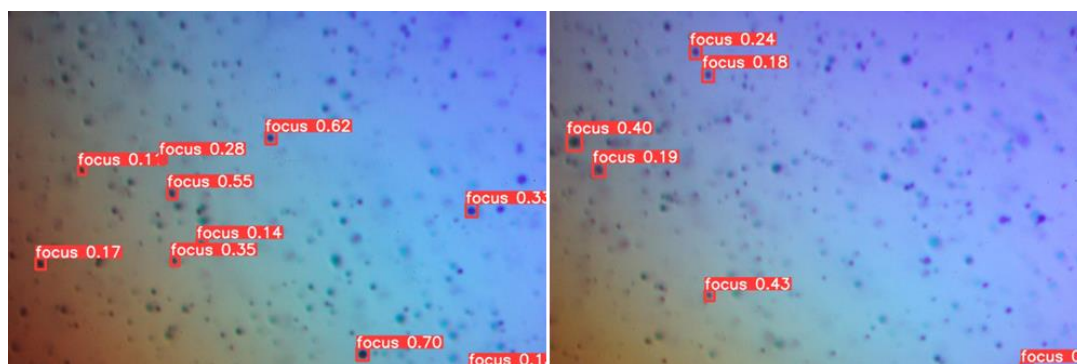


図 Apx.6.2 リサイズ画像推論

YOLO によって推論されたバウンディングボックスの上部にはその物体の判別結果の名称と、その物体の認識精度を示す値が表示されたタグが出力される。このタグの出力サイズは常に一定であるため、推論する画像の解像度が変わるとタグの大きさが変わっているように見える。認識された液滴はすべて同じであり、認識結果には影響がないことが確認できた。また、データが軽量になるため、リサイズされた画像の方が短時間で液滴の推論処理が終了した。しかし、リサイズ画像では 1 pixel のサイズが大きくなってしまいうため液滴像を構成する pixel 数が減少してしまうため、微小な粒径計測を行うには解像度が不足する。そのため、液滴径の正確な計測ができないことが懸念された。本研究では、液滴径をできるだけ正確に計測したいため、オリジナル画像での推論を採用した。

Apx.7 YOLO 学習 img 比較

YOLO における学習を行う際、読み込む画像のサイズを指定できる。読み込む画像のサイズが大きくなれば物体の認識精度は向上するが、処理の負担が大きくなる。よって、img の最適な値を決定するため検証を行った。

CNN のフィルタ処理の際、フィルタが移動する幅をストライドと呼び、YOLO では最大で 32 のストライドが用いられる。よって、画像サイズも 32 の倍数でなければならない。そこで、img の値をデフォルトの値である 640 から 32 の倍数で増加させ、学習を行った。

用いる YOLO のモデルは処理時間と精度のバランスが最も良い yolov5l を使用した。その他の条件は表 Apx.7 に示す。表の result は解析が正常に終了したか否かを示す。正常に終了しない理由は、解析に用いた PC のスペック不足である。また、それぞれの学習結果を図 Apx.7.1, 図 Apx.7.2 に示す。結果より、処理が正常に終了した条件の中で最も img の値が大きい No.4 の条件である 768 が最適と判断し、本研究の液滴認識にはこれを採用した。

表 Apx.7 img 検証学習条件

name	batch	epochs	cfg	img	patience	weights	result
No.1	8	300	1	800	0	1	×
No.2	8	300	1	704	0	1	×
No.3	4	300	1	704	0	1	○
No.4	6	300	1	768	0	1	○
No.5	6	300	1	800	0	1	×
No.6	8	300	1	768	0	1	×

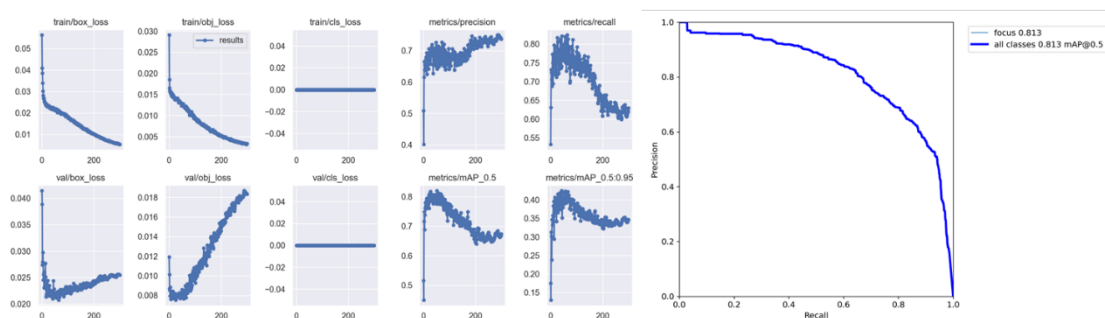


図 Apx.7.1 img 検証結果 No.3

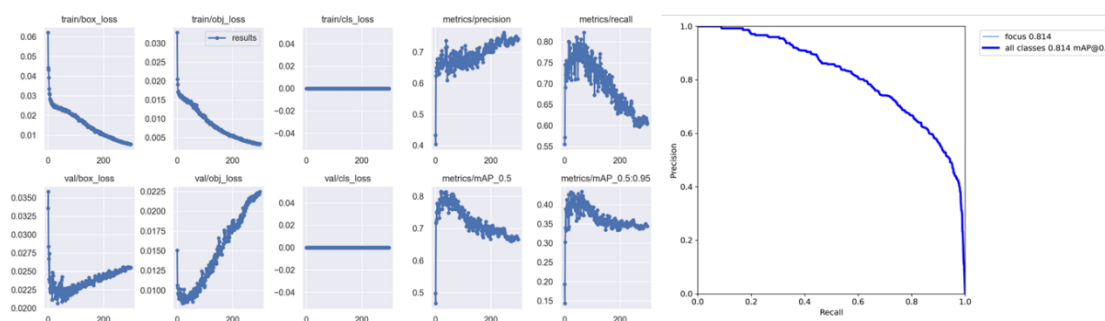


図 Apx.7.2 img 検証結果 No.4

Apx.8 YOLO 推論時 confidence 比較

YOLO の推論の際には物体検出の閾値である信頼度 (confidence) を調整することで物体検出の精度を調整することができる。confidence の値は 0~1 の範囲内で調整し、本研究での液滴解析では主に 0.3 を使用した。本節では confidence を 0.3 と決定した検証実験について述べる。

学習 3 の教師データを用いて、confidence の条件のみを 0.1~0.5 に変化させ、推論結果を比較した。それぞれの推論結果を図 Apx.8.1~図 Apx.8.5 に示す。

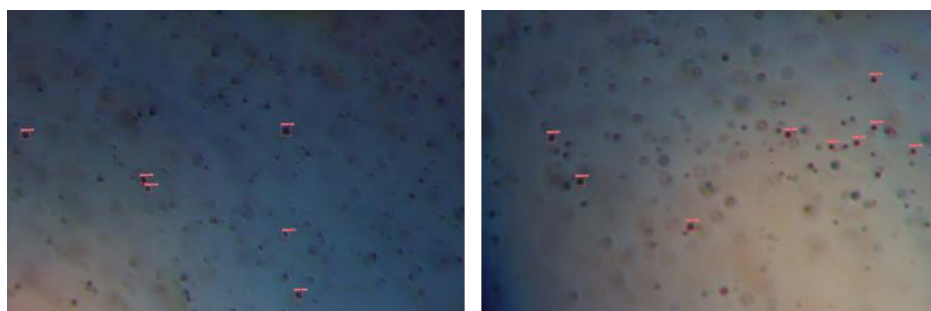


図 Apx.8.1 confidence 0.1 結果



図 Apx.8.2 confidence 0.2 結果

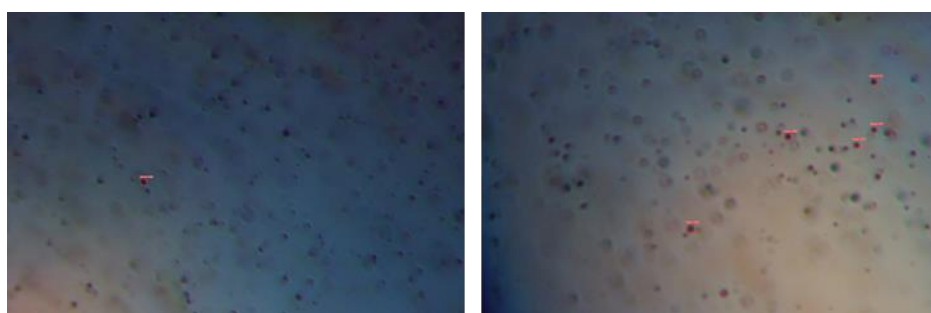


図 Apx.8.3 confidence 0.3 結果

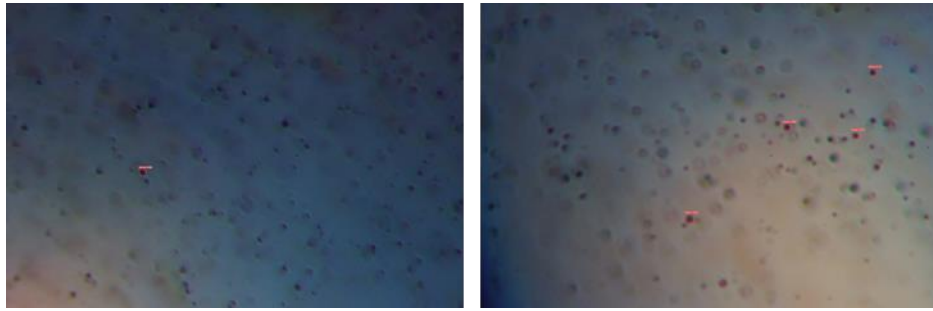


図 Apx.8.4 confidence 0.4 結果

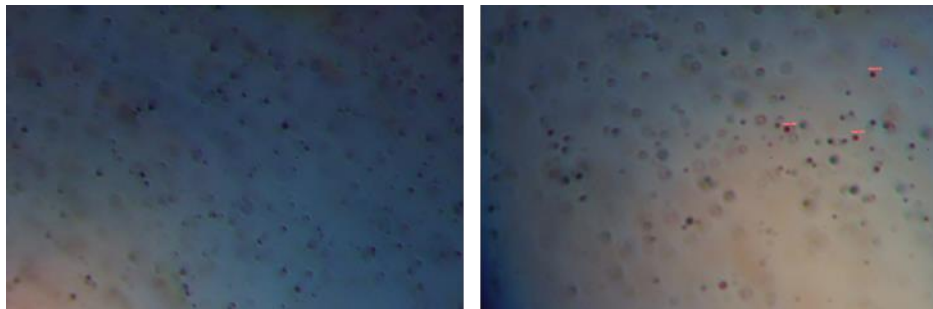


図 Apx.8.5 confidence 0.5 結果

結果より，confidence の数値を大きくすれば認識個数が減少することが分かる．液滴の蒸発挙動を解析するためには統計的に分析する必要があるため，ある程度の液滴個数が必要である．よって，液滴認識個数が多くなる，低い confidence の値の方がよい．しかし，confidence が 0.1 や 0.2 では誤認識が多く確認された．誤認識された液滴を図 Apx.8.6 に示す．これらの液滴は正確な測定ができておらず，数多く計測されれば平均粒径にも大きな影響を及ぼすため，本研究での推論で用いる confidence は誤認識がほぼ発生せず，最も液滴認識個数の多い confidence = 0.3 を用いた．



図 Apx.8.6 誤認識液滴

Apx.9 液滴粒径解析プログラム 二値化比較

4.5 節で述べた液滴粒径解析プログラムにおける二値化手法の比較検証について述べる。

先行研究までの解析プログラムは円認識処理の一つであるハフ変換を行うために二値化が必要であった。二値化手法は様々な手法があるが、事前に画像内の照度をガンマ補正処理によって一定化した後、閾値を指定して二値化していた。よって、本研究でも通常の二値化手法で解析プログラムを設計した。YOLO によって切り取られた液滴画像を通常の二値化で処理した画像を図 Apx.9.1 に示す。図から分かる通り、液滴と背景を分けて二値化できている液滴画像(Apx.9.1 左)もあるが、背景が暗い場合、正確に二値化ができていない(Apx.9.1 右)ことが分かる。

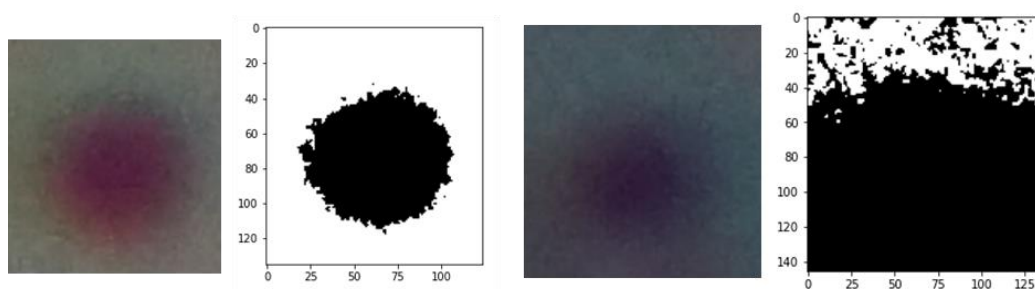


図 Apx.9.1 通常二値化

よって、本研究では二値化手法のひとつである大津の二値化を用いた。大津の二値化はヒストグラムのクラス間分離度が最大になる閾値を求める手法である。ヒストグラムとは横軸に 0~255 で表される画素値、縦軸に個数を取ったグラフであり、画像の特徴を表している。大津の二値化を用いることで画像内で大きな偏りの照度を持ち、且つ複数の画像でも個別に適切な閾値を与えることができる。液滴画像に対して大津の二値化処理を行った結果を図 Apx.9.2 に示す。結果より、大津の二値化であれば通常の二値化で正確に処理できていなかった画像に対しても正確な二値化処理を行うことができた。よって本研究での解析プログラムでは大津の二値化を採用した。



図 Apx.9.2 大津の二値化

Apx.10 フィルタ対応二値化検証

5.9節で述べたようにレンズ倍率を向上した場合での解析では正常に液滴径を計測できていない解析結果が得られた。その原因として二値化処理において正確に液滴と背景を区別できていないことが判明した。そこで、大津の二値化ではなく適応的閾値処理を用いた液滴粒径計測処理について検証を行ったため、その詳細について述べる。

適応的閾値処理とは、画像の小領域をごとに閾値を算出する二値化手法であり、領域ごとに画像の照度が変わる場合において有効な二値化手法である。(Apx.1) 本研究で開発した液滴粒径計測プログラムの二値化手法を適応的閾値処理に変更し、従来のプログラムでうまく計測ができなかった液滴画像に対して液滴認識処理を試みた。

適応的閾値処理は局所領域のサイズを指定する変数と、閾値から引く値の2つの変数を指定する。指定した変数を表 Apx.10 に示す。また、その変数を用いて閾値処理を行った結果を図 Apx.10 示す。

表 Apx.10 適応的閾値処理変数

局所領域サイズ指定	閾値から引く値
351	2, 5, 10, 20
451	5, 10
551	5, 10

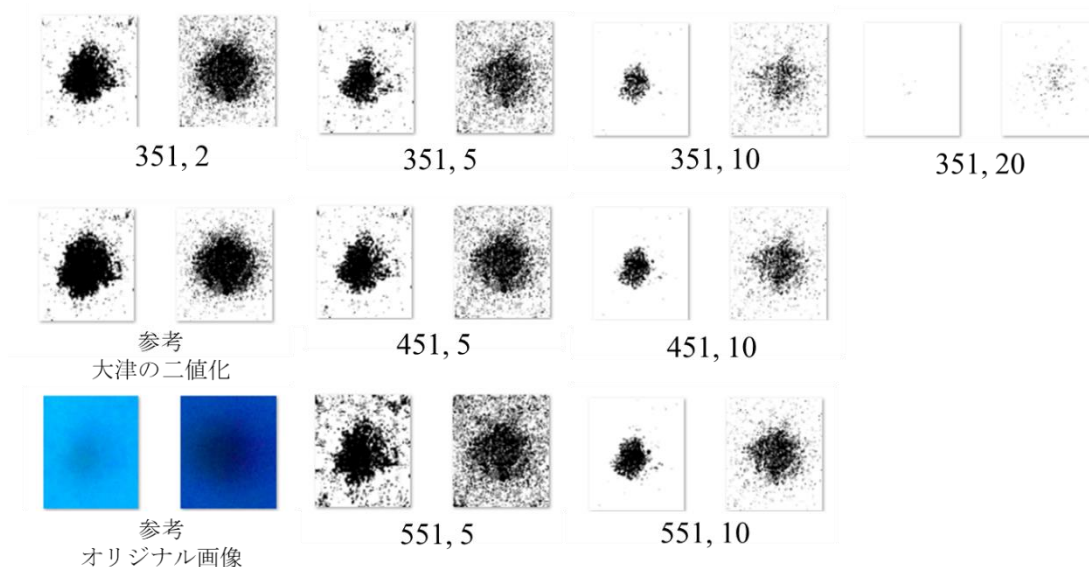


図 Apx.10 適応的閾値処理結果

結果より、大津の二値化では本来の大きさよりも大きく計測されていた液滴が適応的閾値処理を用いることで本来の大きさに近いサイズで検出することができるようになった。しかし、液滴の計測に用いるためにはより多くの液滴に対して正常に粒径計測が可能かどうか確かめる必要があり、本研究では時間の都合上この処理を追加したプログラムを開発できなかった。今後は本節で述べたような二値化処理等の画像処理にて液滴と背景をより

正確に識別できる処理を追加することで、様々な条件下での液滴認識が可能になると考えられる。しかし、5.9節でも述べたようにレンズの分解能不足により液滴自体が明確に撮影できていない場合は、画像処理のみでの正確な液滴粒径の計測は困難である。

Apx.11 液滴粒径解析プログラム モルフォロジー変換

画像内から円などを認識するハフ変換において、正確な物体認識を実現するにはノイズ除去が必須である。本研究で開発した解析プログラムではモルフォロジー変換によってノイズ除去を行った。本節では、ノイズ除去によるハフ変換への影響について述べる。

本研究で用いたモルフォロジー変換のカーネルサイズは、収縮処理で(1,1)、膨張処理で(5,5)と設定した。モルフォロジー変換の有無によるハフ変換の結果をそれぞれ図 Apx.11.1、図 Apx.11.2 に示す。モルフォロジー変換無しの場合、液滴径の計測に誤差が生じ、計測対象の液滴の1割程度は本来の液滴径よりも大きく誤認識されてしまっていた。しかし、モルフォロジー変換を行うことで、誤検出の原因となる液滴のエッジ付近のノイズが削減されることで液滴粒径をより正確に認識できた。しかし、すべての液滴を正確に計測はできていないため、まだ改善が必要である。



図 Apx.11.1 モルフォロジー変換無



図 Apx.11.2 モルフォロジー変換有

Apx.12 液滴粒径解析プログラム ハフ変換

画像から液滴粒径を計測するために先行研究と同様に本研究でもハフ変換を用いた。ハフ変換とは、とある点に接する線や円を複数求め、それらの重なる点の量を投票問題として算出し、画像内の線や円などのオブジェクトを認識する手法である。本研究の解析プログラムは `python` で開発したため、`python` のライブラリである `OpenCV` のハフ変換を用いた。ハフ変換の変数は表 Apx.12 に示す 8 つがあり、入力画像指定以外の変数は適切な閾値に指定しなければならない。本研究では `python` ライブラリの 1 つである `matplotlib` のスライダー機能を用いて閾値を調整しリアルタイムに解析結果が出力されるプログラムを用いて適切な閾値を求めた。ハフ検出の結果の一例を図 Apx.12 に示す。

表 Apx.12 ハフ変換閾値

名称	説明	指定値
<code>image</code>	入力画像指定	二値化処理後画像
<code>Method</code>	手法指定	<code>cv2.HOUGH_GRADIENT</code>
<code>dp</code>	画像解像度(分母指定)	4
<code>minDist</code>	検出円の最小中心距離	500
<code>param1</code>	Canny 法の検出閾値	1
<code>param2</code>	円検出の投票数閾値	62
<code>minRadius</code>	検出円の最小半径	8
<code>maxRadius</code>	検出円の最大半径	74



図 Apx.12 ハフ変換結果

Apx.13 平均自由行程の算出

本研究の研究対象である微小液滴が互いに衝突する可能性について考えるために、微小液滴同士の平均自由行程を算出した。その詳細について本節で述べる。

物質は熱振動を伴うため、速度分布はマクスウェル=ボルツマン分布に従い、この時の平均自由行程は次式で与えられる。

$$\lambda = \frac{1}{\sqrt{2}n\sigma} \quad (\text{Apx.13.1})$$

(λ : 平均自由行程[m], n : 数密度[/ m^3], σ : 有効断面積[m^2])

まず、数密度について求める。本研究で用いた噴霧装置での超純水の噴霧量は経験的に 2.0 g/min であり、噴霧装置から発生し、流路装置に導入される液滴の平均粒径は本研究で求められた値のおおよその平均値として 7.5 μm とする。液滴 1 個の質量 m は

$$\begin{aligned} m &= \frac{4}{3}\pi r^3 \times \rho \\ &= \frac{4}{3}\pi(3.75 \times 10^{-6})^3 \times (997) \\ &\approx 2.2 \times 10^{-13} \end{aligned} \quad (\text{Apx.13.2})$$

(m : 質量[kg], r : 液滴半径[m], ρ : 密度[kg/m^3])

となる。よって、微小液滴の数密度 n は

$$\begin{aligned} n &= \frac{a}{mw} \\ &= \frac{2.0 \times 10^{-3}}{(2.2 \times 10^{-13}) \times (4 \times 10^{-3})} \\ &\approx 2.27 \times 10^{12} \end{aligned} \quad (\text{Apx.13.3})$$

(n : 数密度, a : 噴霧量[kg/min], w : 流量[m^3/min])

よって、平均自由行程 λ は

$$\begin{aligned} \lambda &= \frac{1}{\sqrt{2}n\sigma} \\ &= \frac{1}{\sqrt{2}n(4\pi r^2)} \\ &= \frac{1}{\sqrt{2} \times (2.27 \times 10^{12}) \times (4\pi \times (3.75 \times 10^{-6})^2)} \\ &= 1.7 \times 10^{-3} \\ &= 1.7 \text{ [mm]} \end{aligned} \quad (\text{Apx.13.4})$$

となる。液滴粒径は $7.5 \mu\text{m}$ であるため、平均自由行程は約 200 倍以上大きいことが分かる。平均速度がマクスウェル=ボルツマン分布に従うとき、平均速度 \bar{v} は

$$\begin{aligned}\bar{v} &= \frac{2}{\sqrt{\pi}} \sqrt{\frac{2kT}{m}} \\ &= \frac{2}{\sqrt{\pi}} \sqrt{\frac{2 \times 1.38 \times 300}{2.2 \times 10^{-13}}} \\ &\approx 2.2 \times 10^{-4} \text{ [ms]} \quad (\text{Apx.13.5})\end{aligned}$$

(\bar{v} : 平均速度[m/s], k : ボルツマン定数, T : 温度[k])

である。この時、ある液滴がほかの液滴と衝突する平均自由時間 τ は

$$\begin{aligned}\tau &= \frac{\lambda}{\bar{v}} \\ &= \frac{1.7 \times 10^{-3}}{2.2 \times 10^{-4}} \\ &= 8.1 \text{ [s]} \quad (\text{Apx.6})\end{aligned}$$

となる。噴霧器から流路装置までは内径 10 mm のシリコンチューブを用いているため、体積流量 4.0 L/min でミストを搬送する際の実速度 v は

$$\begin{aligned}v &= \frac{w}{\pi r^2} \\ &= \frac{6.667 \times 10^{-5}}{\pi \times (0.005)^2} \\ &= 0.848 \text{ [m/s]} \quad (\text{Apx.7})\end{aligned}$$

である。シリコンチューブ長は 1 m であるため、ミスト流のチューブ通過時間 t は

$$\begin{aligned}t &= \frac{1}{0.848} \\ &= 1.18 \text{ [s]} \quad (\text{Apx.8})\end{aligned}$$

である。よって、チューブを通過する時間はミスト液滴同士が衝突までの平均自由時間より短いため、流路装置入口まではミスト液滴同士が衝突する可能性は少ないことが予測された。

Apx.14 蒸発時間計算

本研究室では、ライデンフロスト現象に対してミリオーダーの液滴での研究も行っている。本研究室の先行研究にて、B.S.Gottfried らの研究^(1.10)において提示されたミリオーダー液滴のライデンフロスト現象における蒸発時間モデル式を修正した^(1.25)。そのモデル式を用いて本研究で取り扱うマイクロオーダーの液滴に当てはめ、簡易的にマイクロオーダー液滴の蒸発時間を予測した。その詳細について述べる。

B.S.Gottfried らによって提示された無次元相関関数を式(Apx.14.1)に示す。

$$\tau \sqrt{\frac{g}{r_0}} = 37.8 \left(\frac{k\Delta T}{\rho_v D \lambda} \right)^{-0.735} \left(\frac{\rho_l}{\rho_v} \right)^{0.407} \left(\frac{c_p \mu}{k} \right)^{-0.874} \left(\frac{\mu}{\rho_v D} \right)^{0.714} \left(\frac{D}{\sqrt{g r_0^3}} \right)^{-\frac{1}{3}} \quad (\text{Apx.14.1})$$

また、先行研究において上式を修正したモデル式を(Apx.14.2)式に示す。

$$\tau \sqrt{\frac{g}{r_0}} = 1.76 \left(\frac{k\Delta T}{\rho_v D \lambda} \right)^{-0.325} \left(\frac{\rho_l}{\rho_v} \right)^{0.936} \left(\frac{c_p \mu}{k} \right)^{-0.501} \left(\frac{\mu}{\rho_v D} \right)^{-0.423} \left(\frac{D}{\sqrt{g r_0^3}} \right)^{-\frac{1}{3}} \quad (\text{Apx.14.2})$$

式(Apx.14.2)に水および空気の物性値を代入し、加熱面温度は10℃間隔で100～400℃、液滴の直径は2μm間隔で2～10μmの条件下における蒸発時間 τ をそれぞれ算出し、液滴径ごとにそれぞれの蒸発時間を図Apx.14.1に示す。また、7μmの液滴の蒸発時間から算出された液滴が完全に蒸発するまでの距離を流量別にプロットしたグラフを図Apx.14.2に示す。完全蒸発までの距離は、観測された液滴のおおよその平均値である液滴直径7μmを利用し、流れ場であっても蒸発速度が静止場と変わらないものとみなして算出した。代入した物性値の説明と値はそれぞれ表Apx.14.1、表Apx.14.2に示す。各物性値は先行研究で用いていた物性値を使用した。

もし、マイクロオーダーの液滴でもミリオーダーの液滴で導出されたライデンフロスト状態の液滴のモデルが成り立つと仮定した場合、微小液滴が完全蒸発するまでに、110℃では最大で12.7m、390℃では最大で2.9m流れることが確認できた。しかし、算出に用いたモデル式はあくまでミリオーダーの液滴のライデンフロスト現象のモデル式であり、これは液滴の下部からヒーターで加熱される場合を対象としている。本研究の観測対象であるマイクロオーダーの液滴は加熱された空間中で蒸発過程が進むと考えられるため、液滴の全周囲から加熱されており、ミリオーダーの液滴とは加熱条件が異なる。よって、この算出結果をそのまま利用することはできないと思われる。もし、ミリオーダー液滴のライデンフロストのモデル式がマイクロオーダー液滴にも適用できる場合、本実験系で微小液滴が完全に蒸発するまでに必要な距離は数mに及ぶこともある。その場合、本研究で用いている流路の長さは510mmであるため、蒸発挙動を観測するためには流路長が不足している可能性があることが判明した。

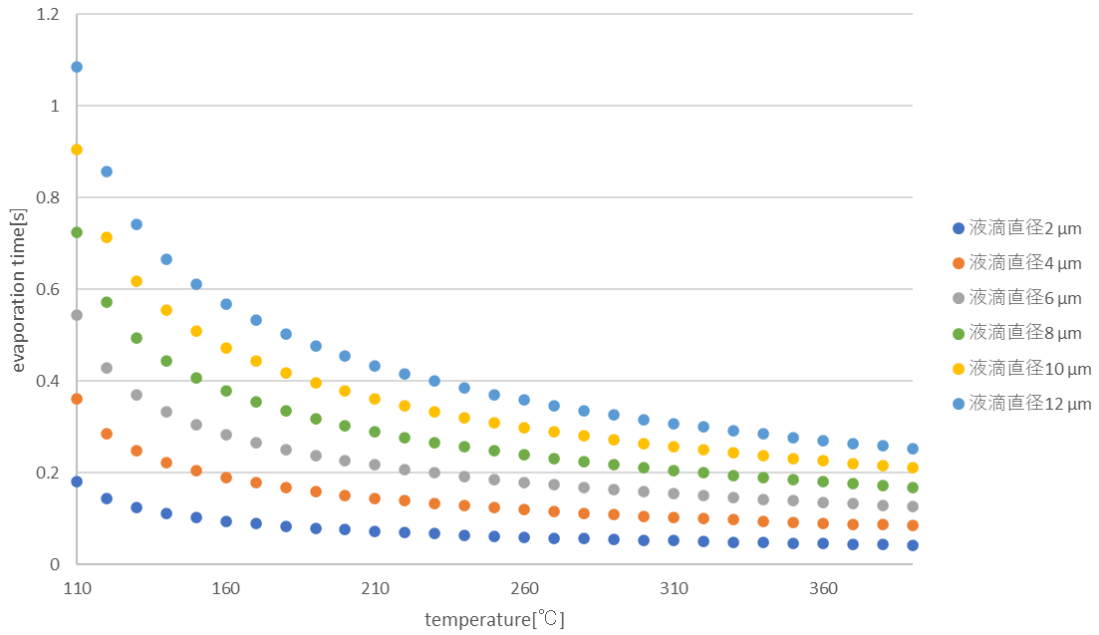


図 Apx.14.1 ライデンフロスト状態になった微小液滴が高温基板上で蒸発する時間 (基板温度と粒径依存)

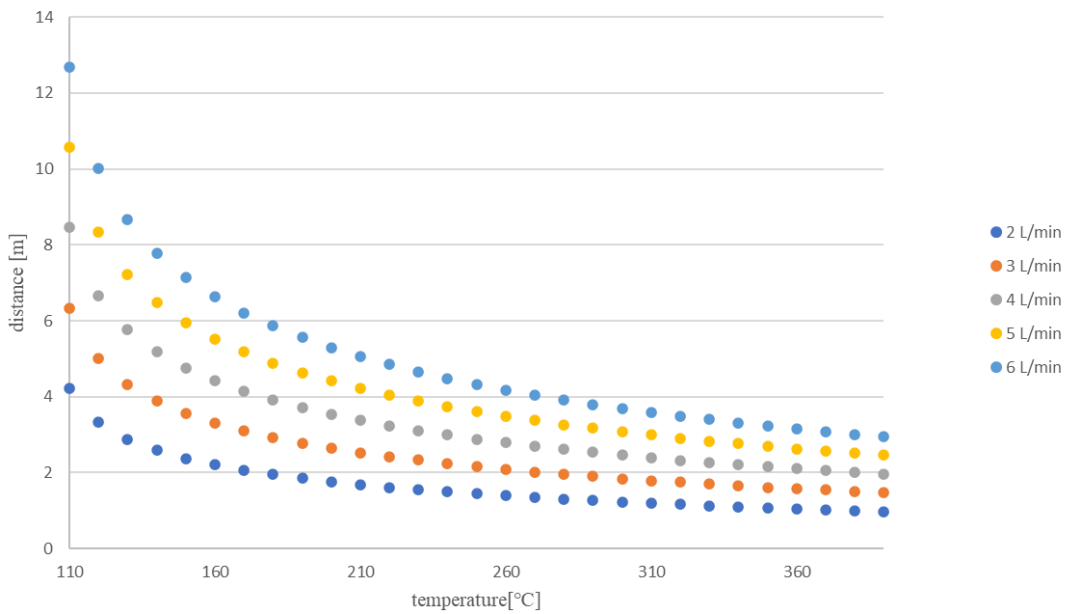


図 Apx14.2 ライデンフロスト状態になった直径 7 μm の液滴が高温基板上で完全蒸発するまでの距離(基板温度と流速依存)

表 Apx.14.1 物性値名称

τ	蒸発時間 [s]	-
g	重力加速度 [m/s ²]	9.80665
r_o	液滴半径 [m]	-
k	気体の熱伝導率 [W/(m·k)]	Apx.14.2
ΔT	加熱面との温度差 [K]	-
ρ_v	蒸気密度 [kg/m ³]	Apx.14.2
D	分子拡散率 [m ² /s]	0.0000407
λ	液滴の気化熱 [J/kg]	2256660
ρ_l	液滴密度 [kg/m ³]	958.37
C_p	気体の比熱 [J/(kg·K)]	Apx.14.2
μ	気体の粘度 [Pa·s]	Apx.14.2

表 Apx.14.2 水の物性値

Temperature [°C]	Temperature [K]	ρ_v [kg/m ³]	C_p [J/(kg·K)]	μ [Pa·s]	k [W/(m·k)]
100	373.15	0.5976	2079.8	1.227×10 ⁵	0.025096
110	383.15	0.58084	2043.7	1.2644×10 ⁵	0.025782
120	393.15	0.56514	2020.8	1.3022×10 ⁵	0.026506
130	403.15	0.55038	2004.8	1.3405×10 ⁵	0.027263
140	413.15	0.53644	1993.5	1.3792×10 ⁵	0.02805
150	423.15	0.52325	1985.6	1.4183×10 ⁵	0.028865
160	433.15	0.51074	1980.4	1.4576×10 ⁵	0.029706
170	443.15	0.49885	1977.1	1.4973×10 ⁵	0.03057
180	453.15	0.48753	1975.5	1.5372×10 ⁵	0.031457
190	463.15	0.47674	1975.2	1.5773×10 ⁵	0.032364
200	473.15	0.46644	1975.9	1.6177×10 ⁵	0.03329
210	483.15	0.45659	1977.5	1.6582×10 ⁵	0.034235
220	493.15	0.44716	1979.7	1.699×10 ⁵	0.035197
230	503.15	0.43812	1982.6	1.7398×10 ⁵	0.036175
240	513.15	0.42945	1985.9	1.7809×10 ⁵	0.037169
250	523.15	0.42112	1989.6	1.822×10 ⁵	0.038178
260	533.15	0.41312	1993.7	1.8632×10 ⁵	0.039201
270	543.15	0.40542	1998.1	1.9046×10 ⁵	0.040238
280	553.15	0.39801	2002.7	1.946×10 ⁵	0.041288
290	563.15	0.39087	2007.5	1.9875×10 ⁵	0.042351
300	573.15	0.38399	2012.6	2.029×10 ⁵	0.043426
310	583.15	0.37734	2017.8	2.0706×10 ⁵	0.044512
320	593.15	0.37093	2023.2	2.1122×10 ⁵	0.04561
330	603.15	0.36473	2028.7	2.1538×10 ⁵	0.046719
340	613.15	0.35874	2034.3	2.1954×10 ⁵	0.047839
350	623.16	0.35294	2040	2.2371×10 ⁵	0.048968
360	633.15	0.34733	2045.8	2.2787×10 ⁵	0.050108
370	643.15	0.3419	2051.7	2.3203×10 ⁵	0.051258
380	653.15	0.33663	2057.7	2.3619×10 ⁵	0.052417
390	663.15	0.33153	2063.8	2.4035×10 ⁵	0.053585
400	673.15	0.32658	2069.9	2.4451×10 ⁵	0.054762

Apx.15 フィルタ比較実験

5.7 節で述べたフィルタを用いた実験にて、使用するフィルタを選定するため、フィルタ #69 Brilliant Blue, フィルタ #74 Night Blue, フィルタなしでフィルタの条件を変更する以外は同じ実験条件にて液滴観測実験を行った。観測装置は 5.9.4 節と同様の構成で行った。実験条件を表 Apx.15.1, 解析条件を表 Apx.15.2, 観測画像を図 Apx.15.1, 解析結果を図 Apx.15.2 に示す。

表 Apx.15.1 フィルタ選定実験条件

Solvent	H ₂ O
Temperature [°C]	300
Carrier gas / dilution gas [L/min]	4.0 / 0.0
Observe position from inlet [mm]	50
Power [V·A]	24 / 0.64
Time [ns]	22
Measurement time [s]	120
ISO sensitivity	2000
Ambient temperature [°C]	23
Ambient humidity [%]	20

表 Apx.15.2 フィルタ選定解析条件

YOLO weights	学習 4.1
Confidence	0.3
Image size	768

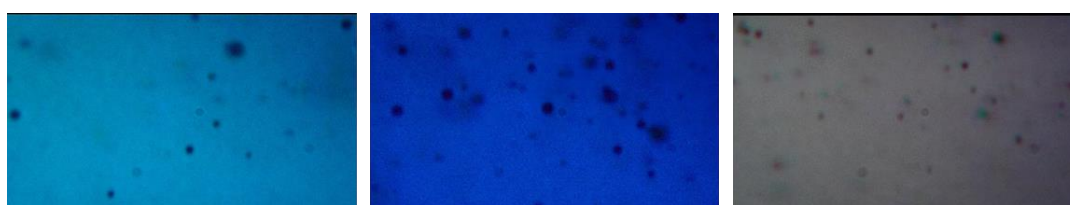


図 Apx.15.1 フィルタ選定実験結果(左：#69, 中：#74, 右：フィルタ無し)

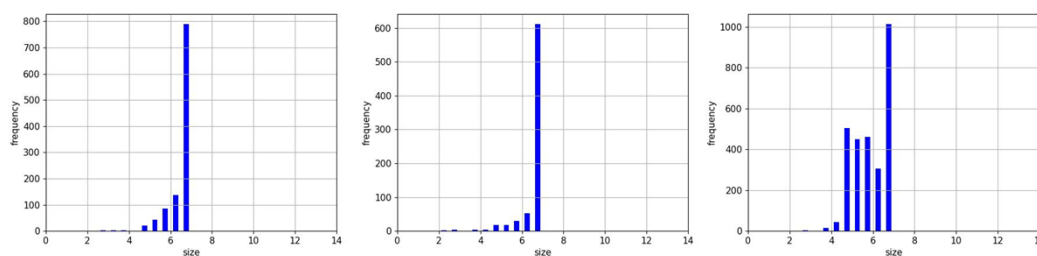


図 Apx.15.2 フィルタ選定解析結果 (左：#69, 中：#74, 右：フィルタ無し)

解析結果より、フィルタを用いることで測定個数が大幅に減少した。これは教師データがフィルタを用いて得られた背景が青色の画像に対応していないことも考慮しなければならないが、フィルタの色が濃くなることにより、背景と液滴の区別が困難になり、認識個数の減少に繋がってしまった可能性が挙げられる。微小液滴の蒸発挙動は粒径変化を統計的に扱わなければならないため、液滴個数は多い方が好ましい。よって、認識できる液滴個数がある程度確保するため、色の薄いフィルタの#69 Brilliant Blue を選定した。

ちなみに、5.9.4 節と同様の装置構成で実験を行っていたため、粒径解析結果が正確ではない値を示しているが、本節での目的はフィルタ選定であるためこの点については考慮しない。

Apx.16 低温度帯観測実験

本研究は高温帯での液滴蒸発挙動を解析したが、低温度帯である 50 °Cでの実験も行ったため、本節にて述べる。使用した観測装置は 5.5 節と同様である。実験条件と解析条件をそれぞれ表 Apx.16.1, 表 Apx.16.2 に示す。また、実験で得られた各観測地点の画像を図 Apx.16.1 に示す。

表 Apx.16.1 50 °C実験条件

Solvent	H ₂ O
Temperature [°C]	50
Carrier gas / dilution gas [L/min]	2.0/0.0, 3.0/0.0, 2.0/2.0
Observe position from inlet [mm]	25, 50, 75, 100, 125, 150, 175, 200, 225, 250, 275, 300, 325, 350, 375, 400, 425, 450, 475, 500
Power [V·A]	24 / 0.64
Time [ns]	22
Measurement time [s]	1
ISO sensitivity	2000

表 Apx.16.2 50 °C解析条件

YOLO weights	学習 3
Confidence	0.3
Image size	768

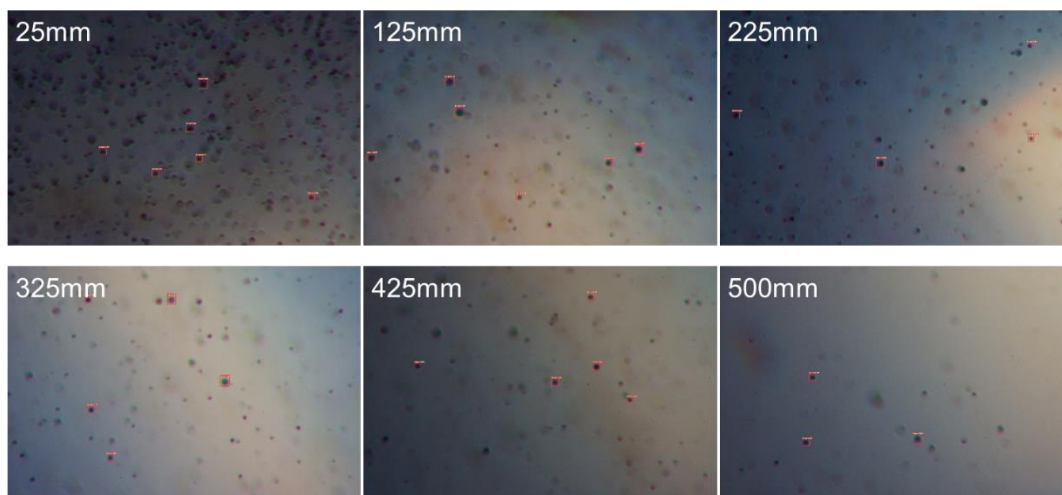


図 Apx.16.1 50 °C実験結果

取得した画像を推論，解析し算出した各観測地点のヒストグラムと平均粒径の計測結果を図 Apx16.2 に示す．各ヒストグラムの左上に上からそれぞれ算術平均粒径 D [μm]とザウター平均粒径 D_s [μm]を示し，右上に上からピント合致として認識した液滴個数，ボケとして認識した液滴個数，ピント合致とボケた液滴の合計を総認識個数として示す．

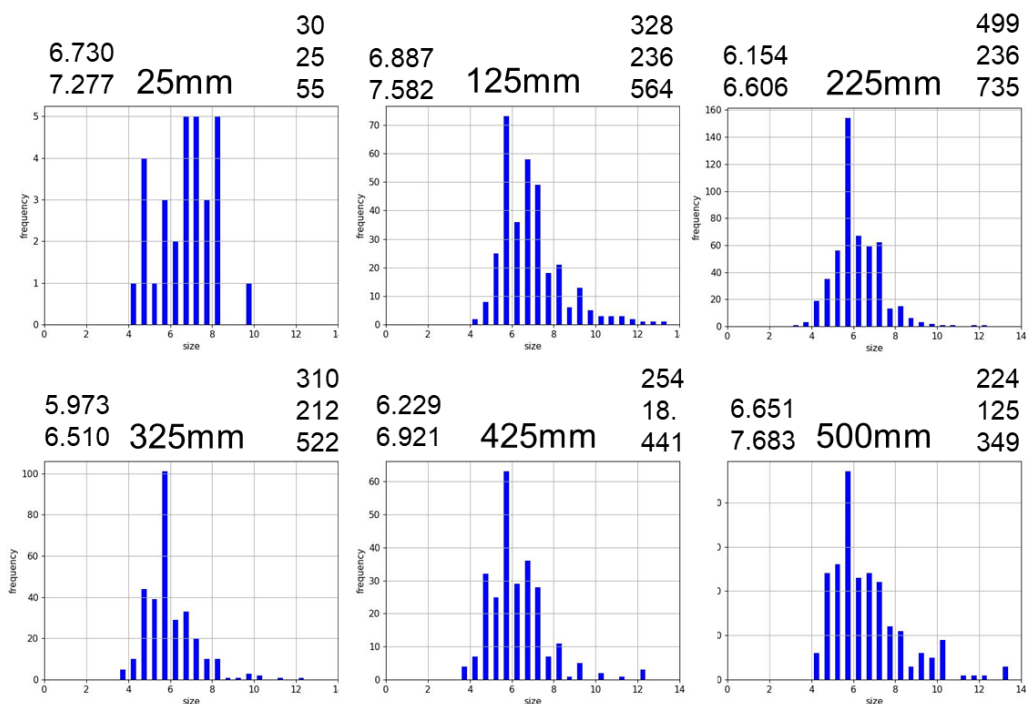


図 Apx.16.2 50 °C解析結果

撮影枚数が少ないため，液滴の観測個数が少なく統計的処理に必要な量のサンプル数は確保できていない．よってこの結果から傾向を掴むことは困難である．しかし，認識個数は下流域に行くにつれて減少するため，50 °Cの条件下でも液滴はある程度蒸発が進んでいる可能性が挙げられる．

Apx.17 噴霧直後観測実験

第 5 章で述べた実験にて、流路装置に導入される前の噴霧器から搬送されたミストの平均粒径がどの程度のサイズであるのかを計測するため、噴霧器出口に 20 cm のシリコンチューブを設置し、シリコンチューブから放出されるミスト流を直接観測した。また、本実験は液種として超純水とメタノールの 2 種類を使用した。実験の様子を図 Apx.17.1 に示す。観測装置群は、マイクروسコープレンズを第 2 世代観測装置群に組み込み、実験を行った。測定で得られた画像を図 Apx.17.2 に示す。

図 Apx.17.1 噴霧直後実験の様子

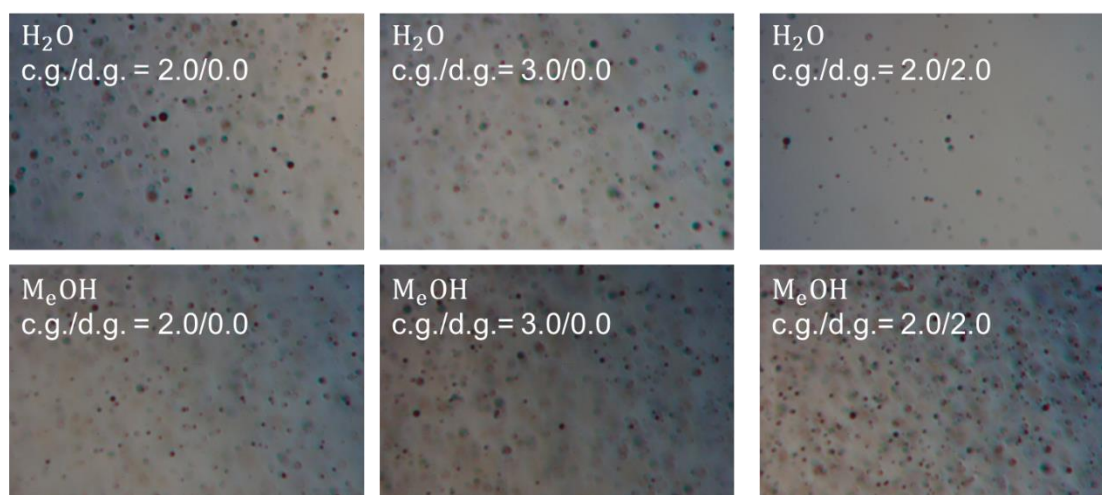
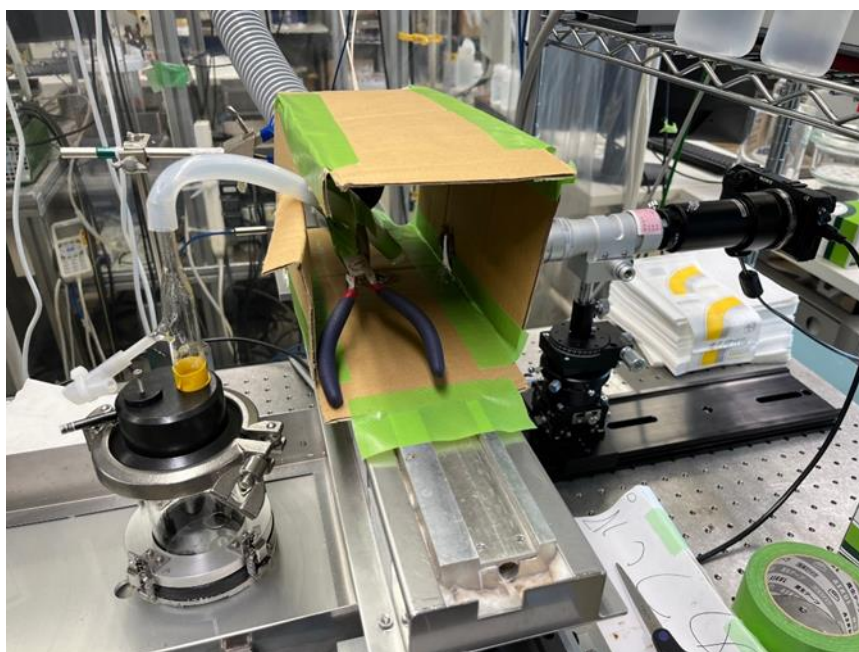


図 Apx17.2 実験結果画像

超純水とメタノールで実験を行い取得した画像を解析した結果をそれぞれ図 Apx.17.3, 図 Apx.17.4 に示す. 各ヒストグラムの左上に上からそれぞれ算術平均粒径 D [μm]とザウター平均粒径 D_s [μm]を示し, 右上に上からピント合致として認識した液滴個数, ボケとして認識した液滴個数, ピント合致とボケた液滴の合計を総認識個数として示す.

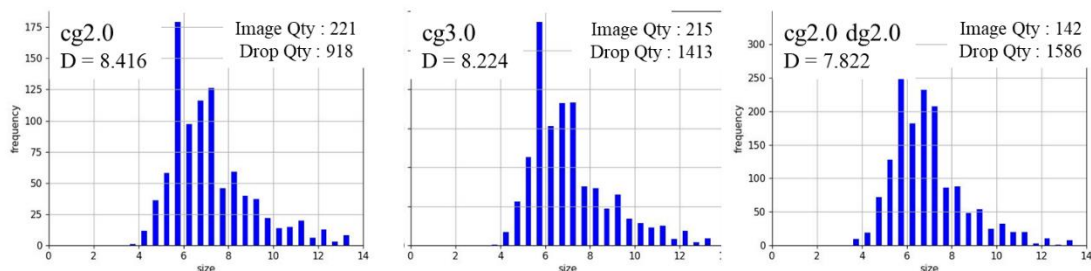


図 Apx.17.3 超純水解析結果

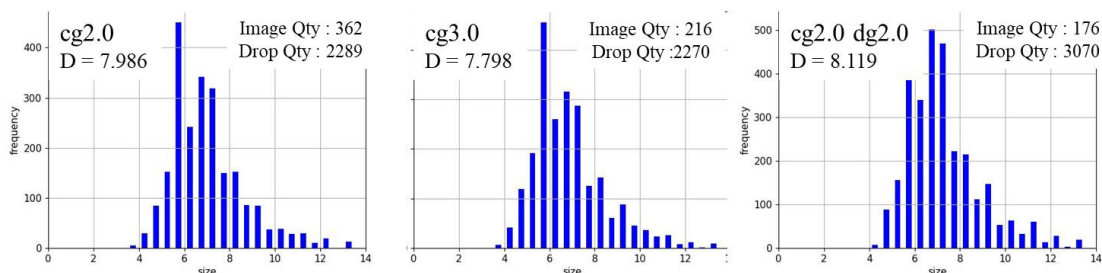


図 Apx.17.4 メタノール解析結果

結果より, c.g.2.0 と c.g.3.0 の結果では超純水の平均粒径よりもメタノールの平均粒径が小さくなった. 常温におけるメタノールおよび, 水の表面張力はそれぞれ 22.55 mN/m, 72.75 mN/m であることから, 超音波噴霧によって発生した直後のミスト液滴の粒径がそもそも水よりもメタノールの方が小さいからだと考えられる. また, d.g.を追加した場合には平均粒径はメタノールの方が大きくなった. これは, d.g.追加の際, 噴霧器出口にて巻き上げられるようにしてミストが搬送されるため, その際に表面張力が小さなメタノールの方が水に比べ液滴同士が合体しやすいことから, メタノールの方が粒径が大きくなったのではないかと考えられる.

Apx.18 流量変化による液滴観測実験

3.2.2 節で述べた流路装置Ⅱを用いて実験するにあたり、流れ場の断面積が当初使用していた流路装置Ⅰよりも流路装置Ⅱの方が断面積が大きくなることから流量を増やせるのではないかと考えられた。そこで、c.g./d.g.の流量比を変化させ、最適な流量を決定するための実験を行った。その詳細について述べる。

5.5.1 節で述べた実験方法と同じ手法で、流路装置のみ流路装置Ⅱに変更して実験と解析を行った。実験条件と解析条件をそれぞれ表 Apx.18.1, 表 Apx.18.2 に示す。流量は5条件で変化させて実験を行った。液滴を最も観測することができた流量⑤における実験結果については5.6 節で述べた。本節では流量①～④の実験結果を示す。

表 Apx.18.1 流量変化実験条件

Solvent	H ₂ O
Temperature [°C]	100 ~ 325
Carrier gas / Dilution gas [L/min]	① 2.0 / 0.0, ② 2.0 / 1.0, ③ 2.0 / 2.0, ④ 3.0 / 0.0, ⑤ 4.0 / 0.0
Observe position from inlet [mm]	25, 50, 75, 100, 125, 150, 175, 200, 225, 250, 275, 300, 325, 350, 375, 400, 425, 450, 475, 500
Power [V·A]	24 / 0.64
Pulse time [ns]	22
Measurement time [s]	120
ISO sensitivity	2000
Ambient temperature [°C]	24
Ambient humidity [%]	16

表 Apx.18.2 流量変化解析条件

YOLO weights	学習 4.1
confidence	0.3
image size	768

まず、流量①の実験にて得られた各観測地点の代表的な画像を温度別にそれぞれ図 Apx.18.1~図 Apx.18.5 に示す。また、解析した結果を温度別にそれぞれ図 Apx.18.6~図 Apx.18.10 に示す。各ヒストグラムの左上に上からそれぞれ算術平均粒径 D [μm]とザウター平均粒径 D_s [μm]を示し、右上に上からピント合致として認識した液滴個数、ボケとして認識した液滴個数、ピント合致とボケた液滴の合計を総認識個数として示す。

結果より、流量①の条件では総流量が足りず、200℃以上ではほとんどの流域において液滴の観測が困難であった。1mm幅の流路装置では流量①で下流域での観測が可能であったが、5mm幅の流路では流れ場の断面積が5倍に拡大したため、観測が困難になったと考えられる。よって、総流量を増加させて実験を行った。

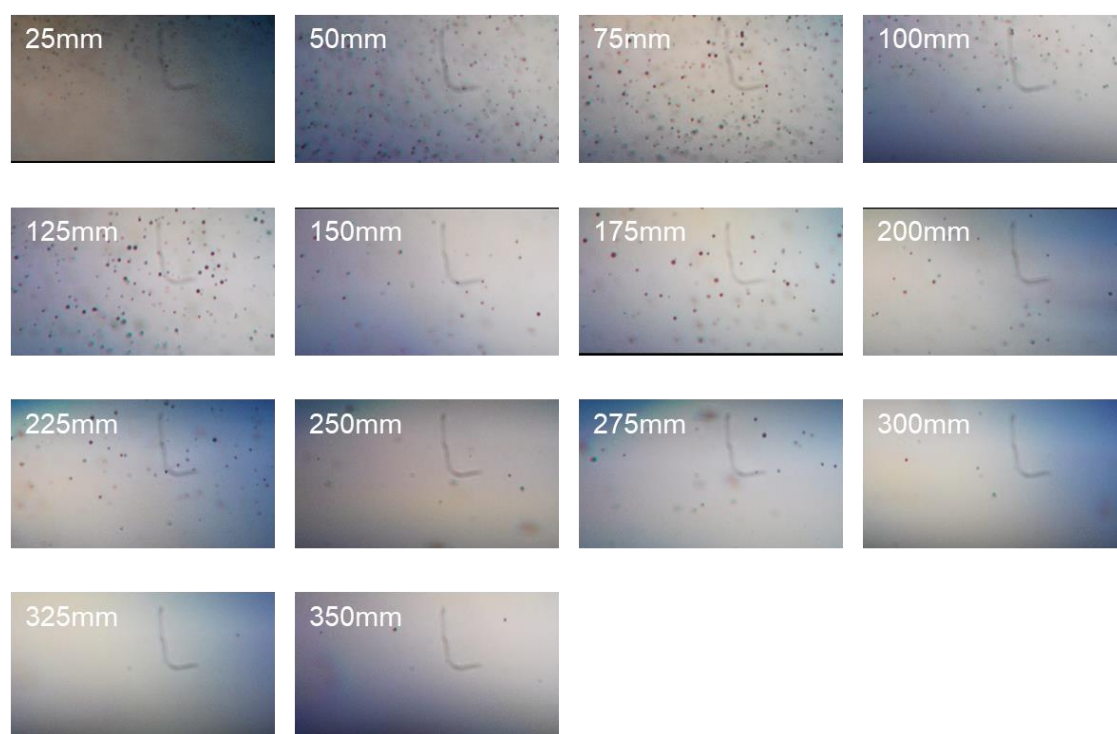


図 Apx.18.1 ①100℃実験結果

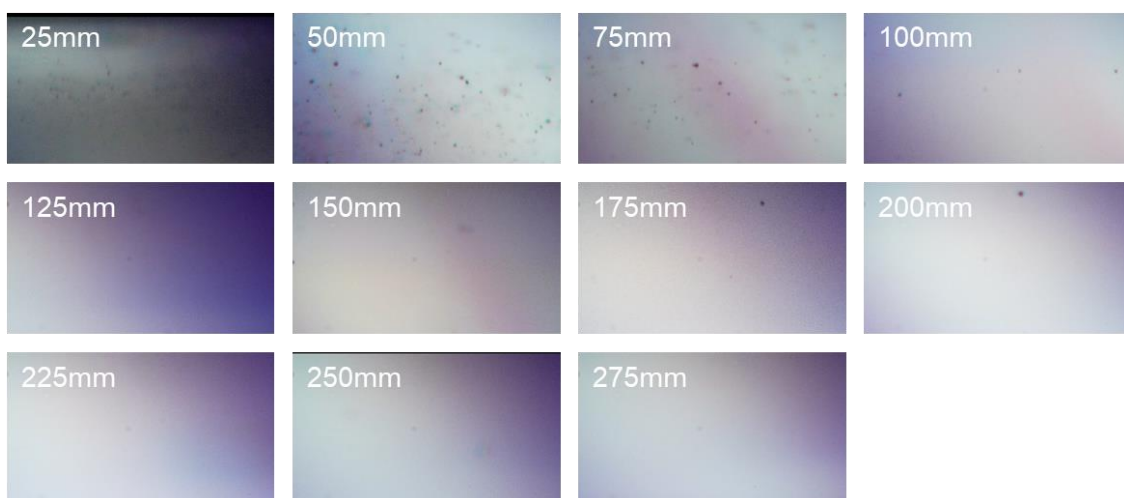


図 Apx.18.2 ①150 °C実験結果

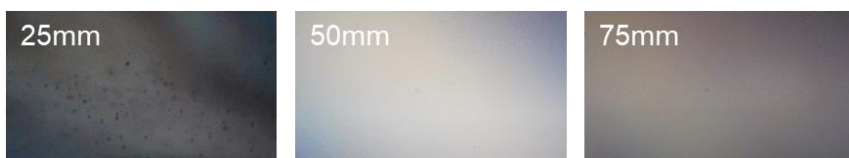


図 Apx.18.3 ①200 °C実験結果

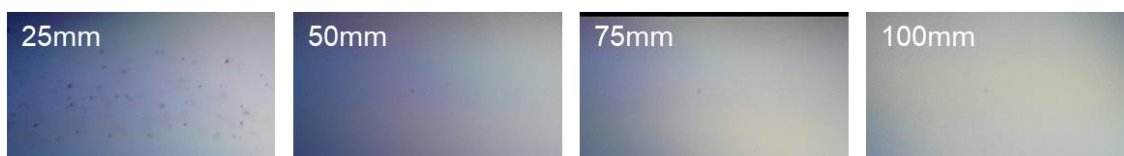


図 Apx.18.4 ①300 °C実験結果

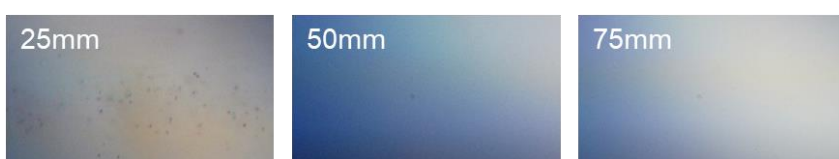


図 Apx.18.5 ①325 °C実験結果

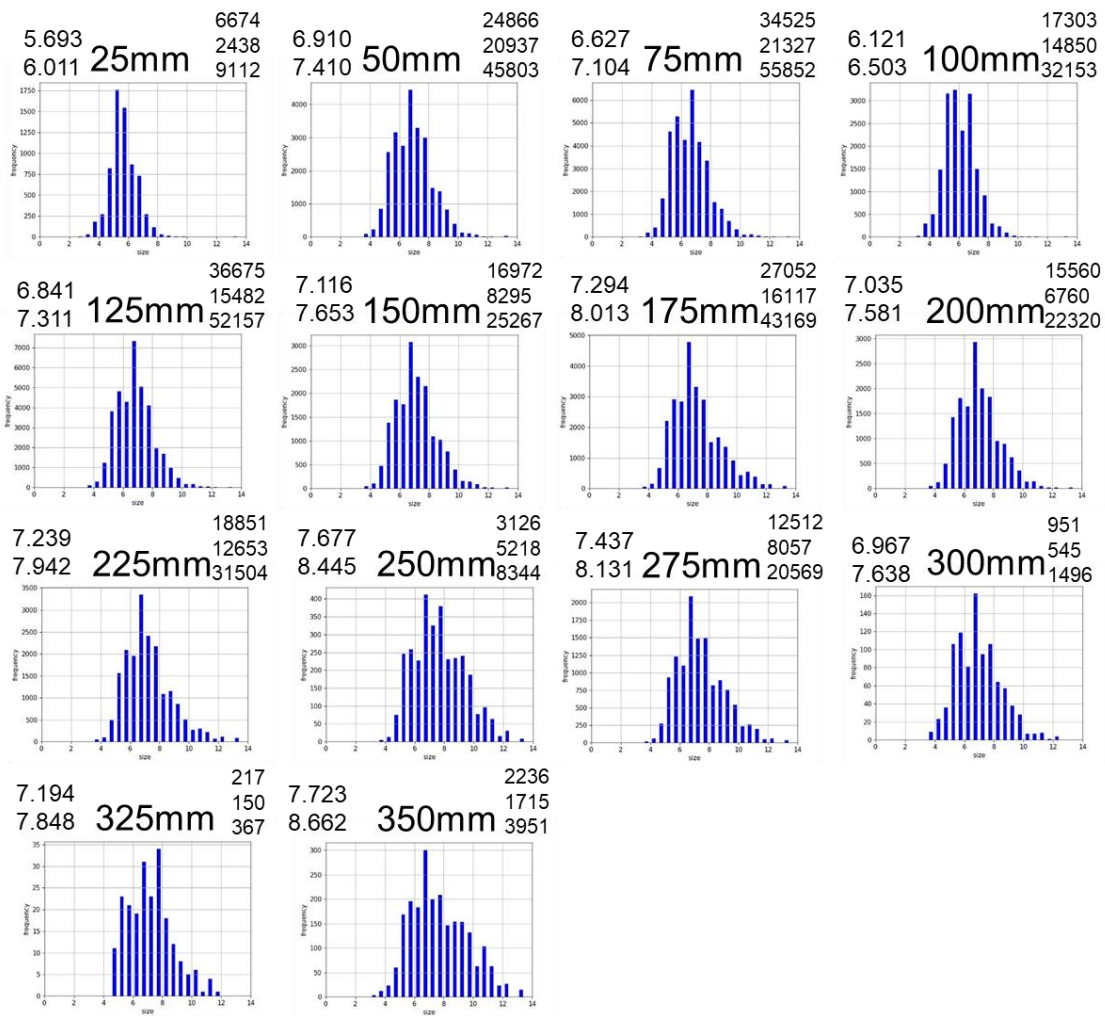


図 Apx.18.6 ①100 °C解析結果

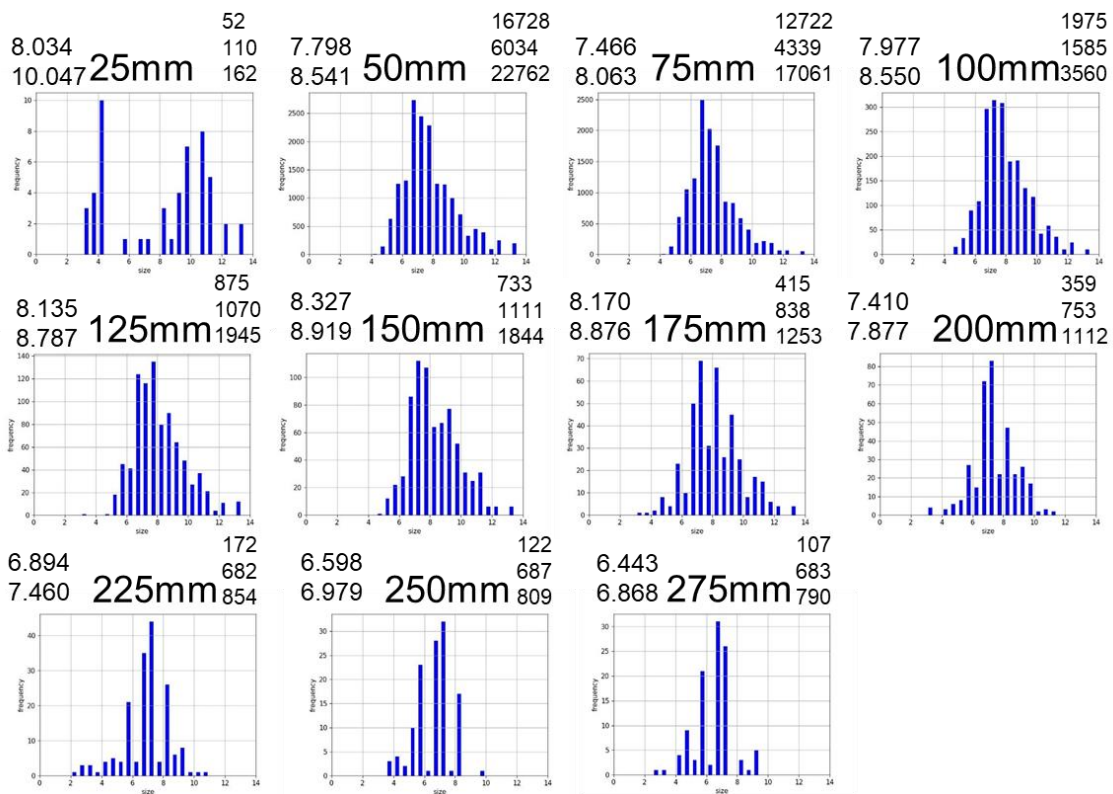


図 Apx.18.7 ①150 °C解析結果

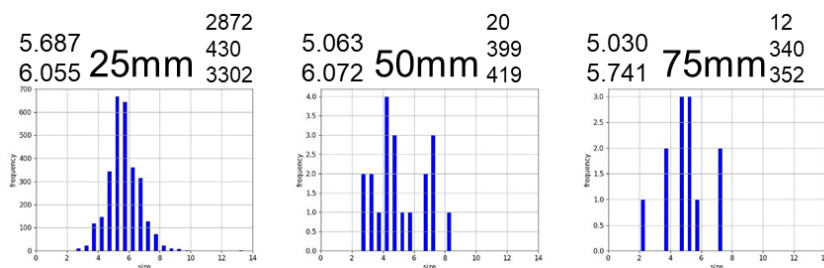


図 Apx.18.8 ①200 °C解析結果

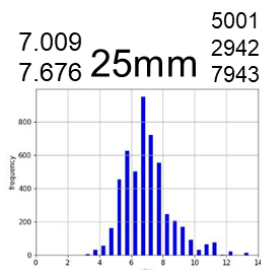


図 Apx.18.9 ①300 °C解析結果

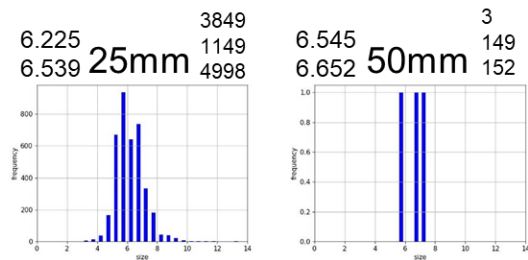


図 Apx.18.10 ①325 °C解析結果

流量②の実験にて得られた各観測地点の代表的な画像を温度別にそれぞれ図 Apx.18.11~図 Apx.18.14 に示す. また, 解析した結果を温度別にそれぞれ図 Apx.18.15~図 Apx.18.18 に示す. 各ヒストグラムの左上に上からそれぞれ算術平均粒径 D [μm]とザウター平均粒径 D_g [μm]を示し, 右上に上からピント合致として認識した液滴個数, ボケとして認識した液滴個数, ピント合致とボケた液滴の合計を総認識個数として示す.

結果より, 流量②では流量①よりも総流量が増加したことにより下流域で観測が可能となった. しかし, 増加させたのは d.g.であり, ミスト量そのものは増加していない. よって, 流域全体における観測個数は増加していないことが確認された.

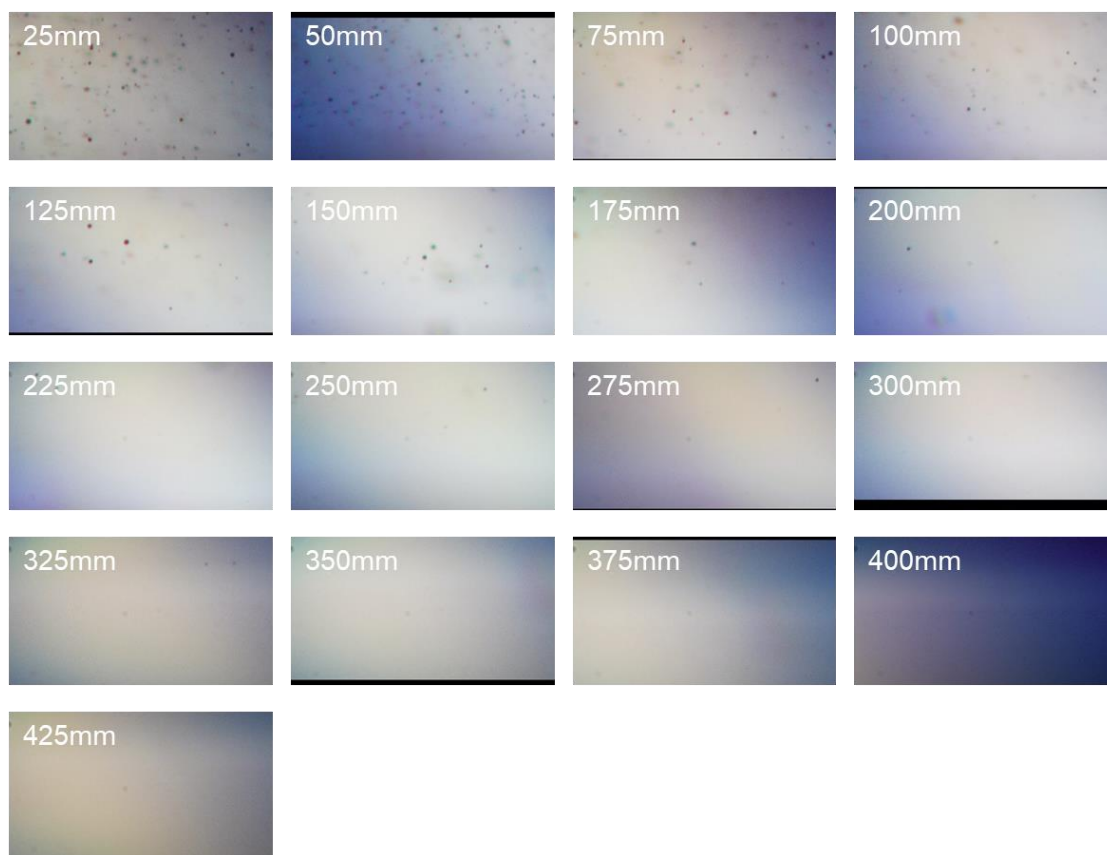


図 Apx.18.11 ②100 °C実験結果

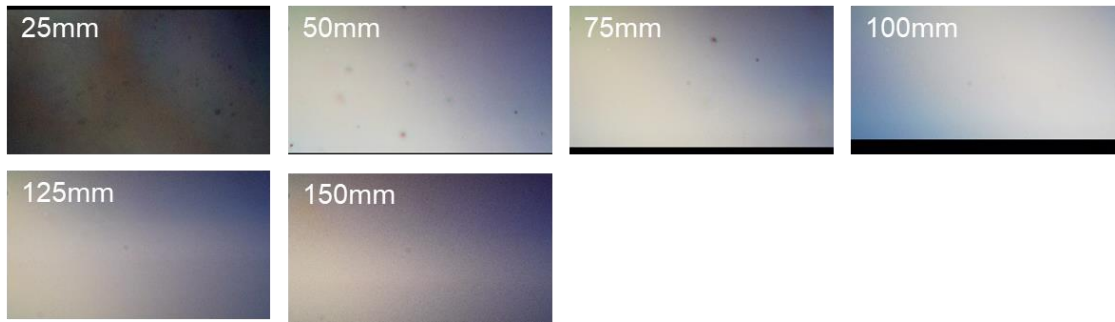


図 Apx.18.12 ②200 °C実験結果

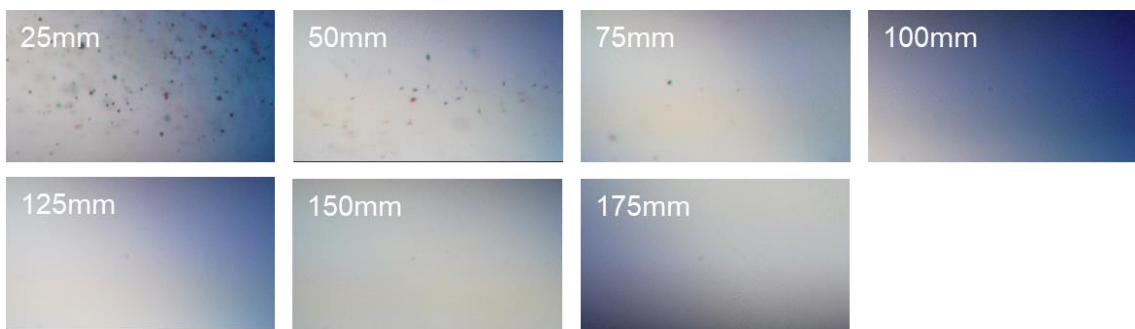


図 Apx.18.13 ②300 °C実験結果

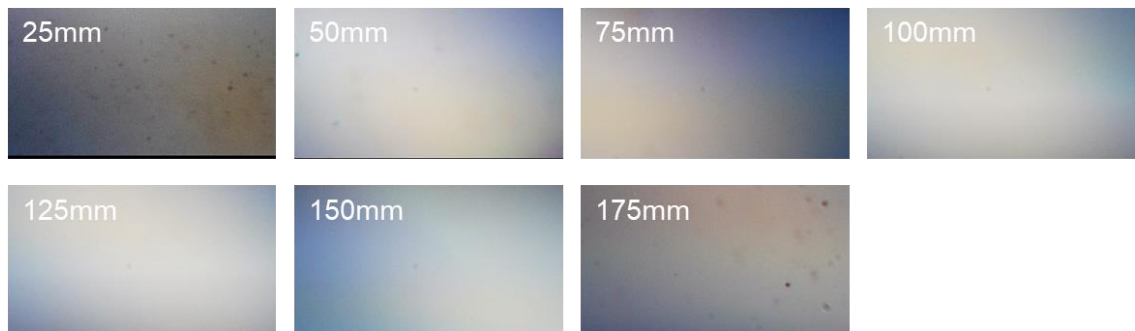


図 Apx.18.14 ②325 °C実験結果

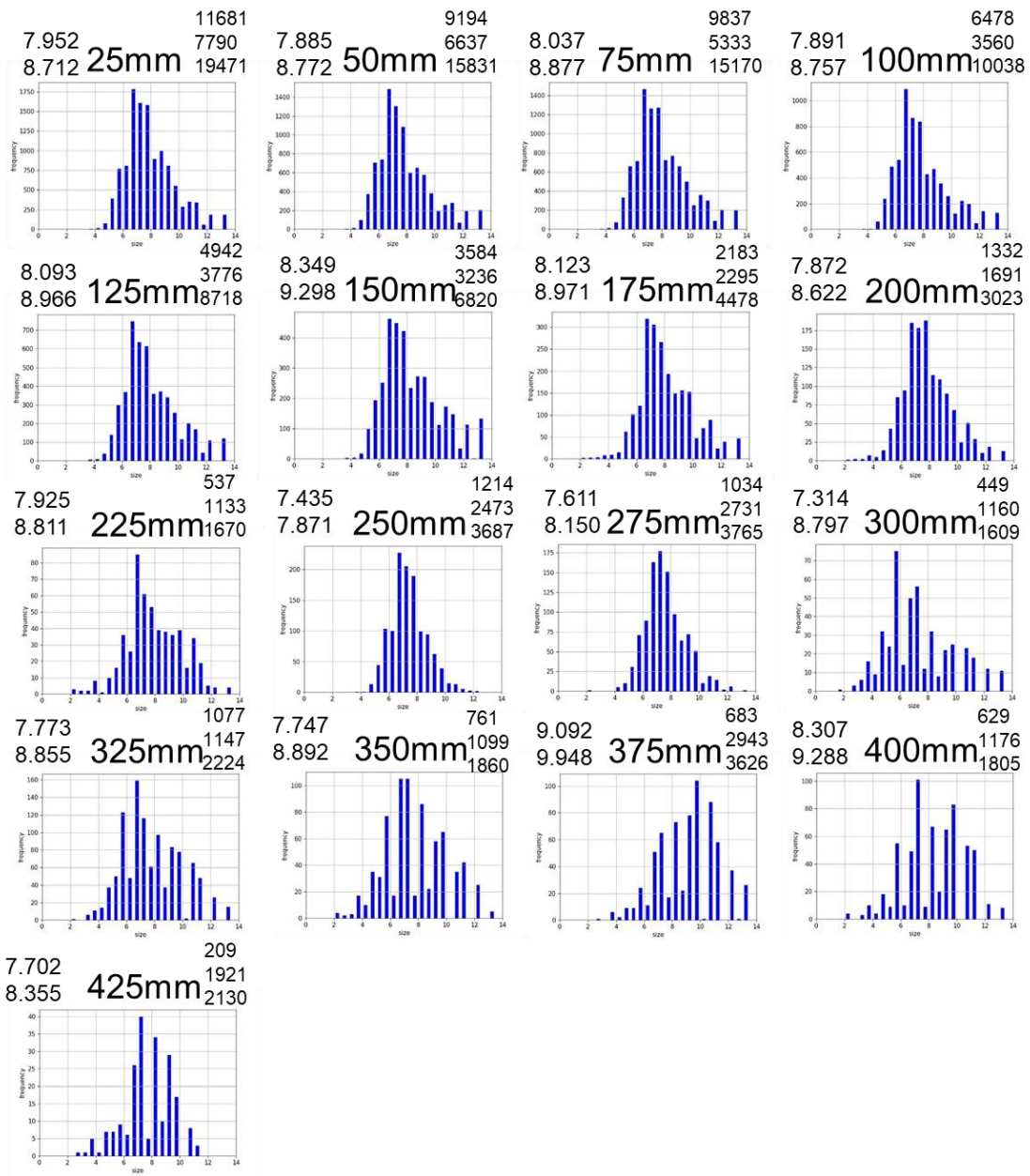
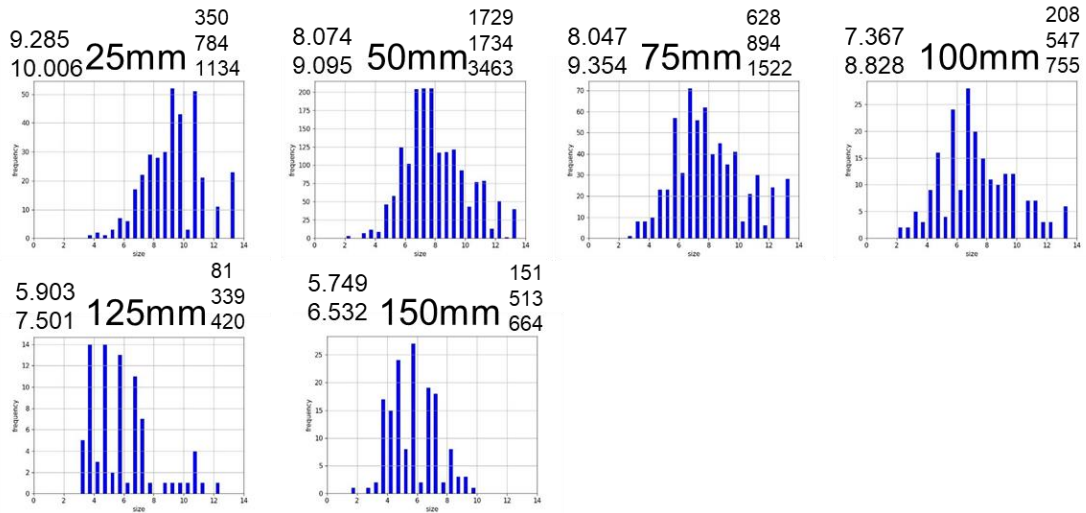
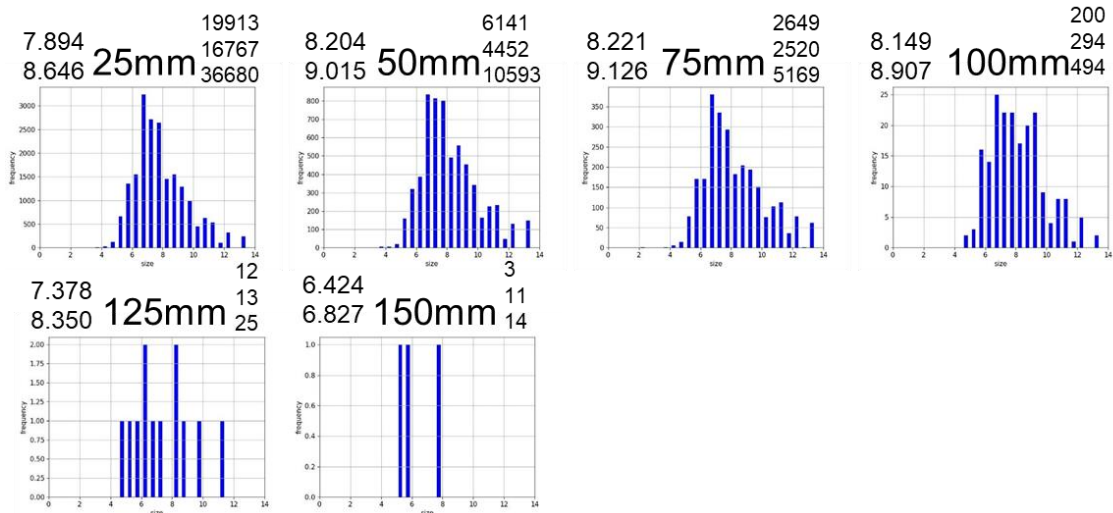


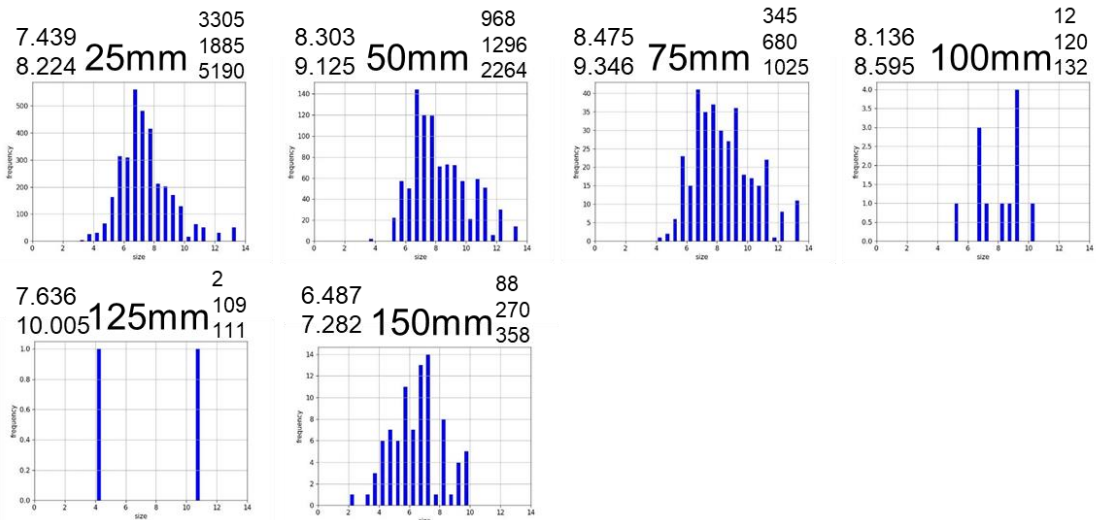
図 Apx.18.15 ②100 °C解析結果



☒ Apx.18.16 ②200 °C解析結果



☒ Apx.18.17 ②300 °C解析結果



☒ Apx.18.18 ②325 °C解析結果

次に、流量③の実験にて得られた各観測地点の代表的な画像を温度別にそれぞれ図 Apx.18.19, 図 Apx.18.20 に示す。流量②の結果より、 $d.g.$ を増加させても液滴自体の個数の増加には寄与しないことが判明しており、下流域にて液滴の観測個数を大幅に増加できると考えられなかったため、流量③では2つの温度条件のみで実験を行った。解析した結果を温度別にそれぞれ図 Apx.18.21, 図 Apx.18.22 に示す。各ヒストグラムの左上に上からそれぞれ算術平均粒径 D [μm]とザウター平均粒径 D_s [μm]を示し、右上に上からピント合致として認識した液滴個数、ボケとして認識した液滴個数、ピント合致とボケた液滴の合計を総認識個数として示す。

結果より、流量③も $d.g.$ のみを追加しただけであり、ミスト量そのものは増加していない。しかし、総流量が流量②よりも増加したため、より下流域で液滴を観測することができた。また、流量③の実験結果より、観測装置が総流量 4.0 L/min に耐えうることが判明した。

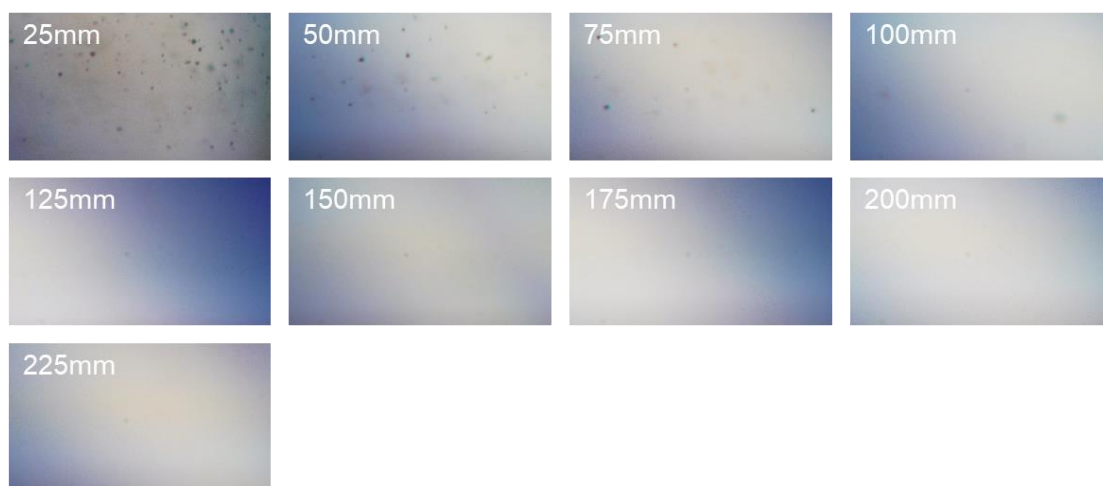


図 Apx.18.19 ③300 °C実験結果

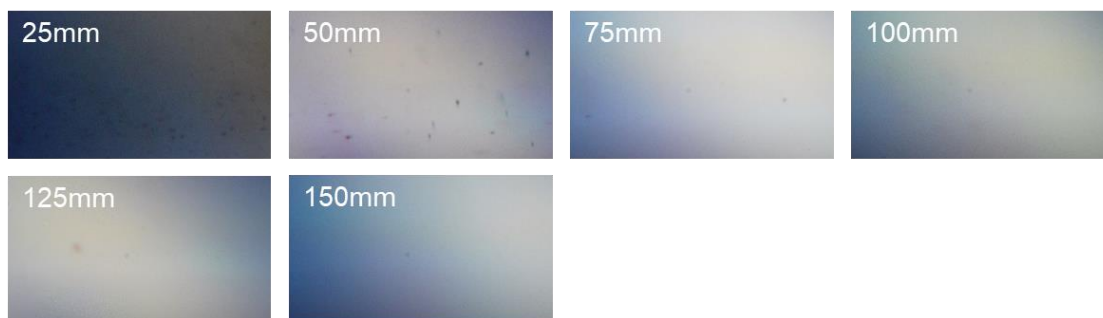


図 Apx.18.20 ③325 °C実験結果

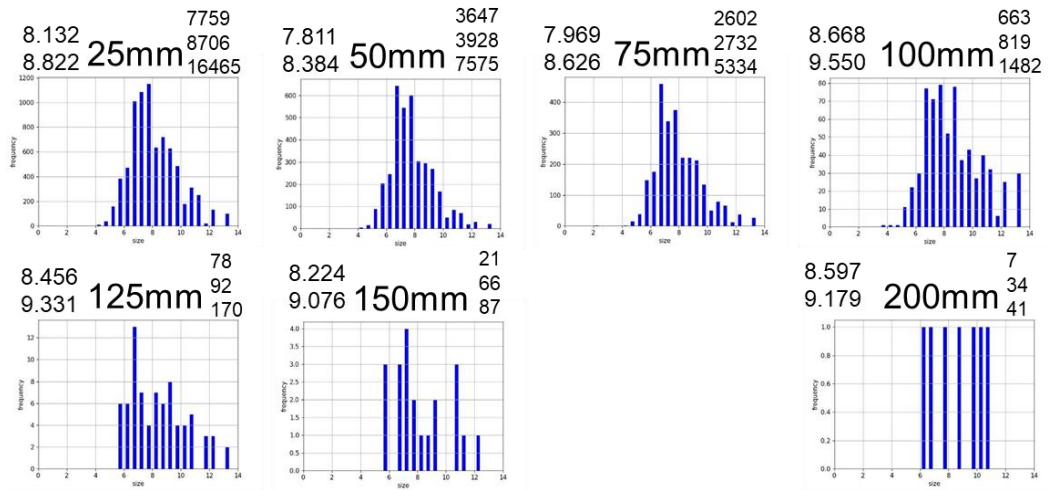


図 Apx.18.21 ③300 °C解析結果

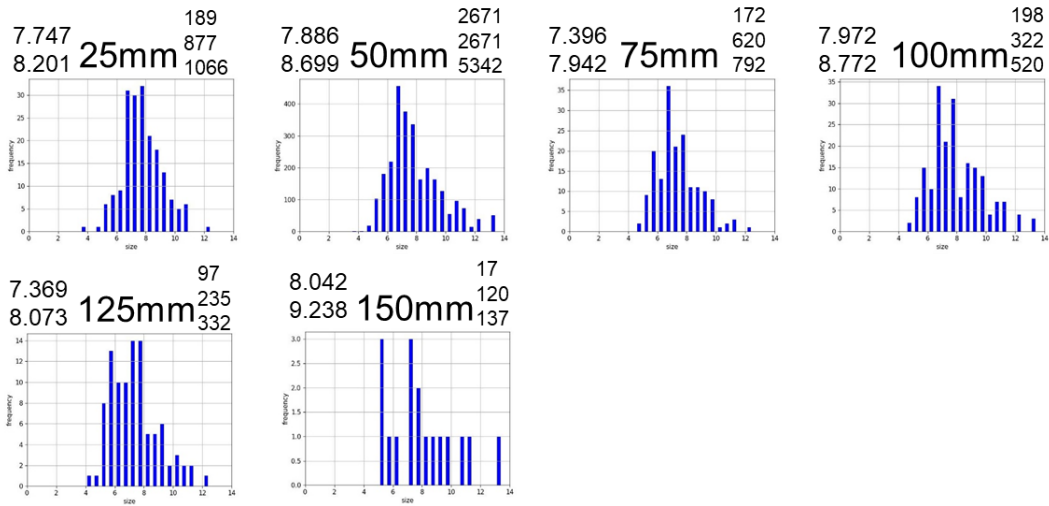


図 Apx.18.22 ③325 °C解析結果

次に、流量④の実験にて得られた各観測地点の代表的な画像を温度別にそれぞれ図 Apx.18.23, 図 Apx.18.24, 図 Apx.18.25 に示す. 解析した結果を温度別にそれぞれ図 Apx.18.26, 図 Apx.18.27, 図 Apx.18.28 に示す. 各ヒストグラムの左上に上からそれぞれ算術平均粒径 D [μm]とザウター平均粒径 D_s [μm]を示し, 右上に上からピント合致として認識した液滴個数, ボケとして認識した液滴個数, ピント合致とボケた液滴の合計を総認識個数として示す.

結果より, c.g.が増加した流量④では下流域, 高温域で液滴の観測個数が増大した. よって, c.g.を増加させることで観測域の拡大ができることが確認できた. また, d.g.を増加させた場合, 粒径がわずかに増大する傾向が確認できた. これは, d.g.を流入させる際, ミスト流が噴霧器出口にてかき混ぜられるようにして追加される. これにより, 液滴が合体しやすくなり粒径が増大していると考えられる. つまり, c.g. / d.g.の流量比が粒径に対して影響を与えていることが示唆される. これらの結果を参考にすれば, 流量比 (c.g. / d.g.) についても検討すべき項目の一つであるといえる.

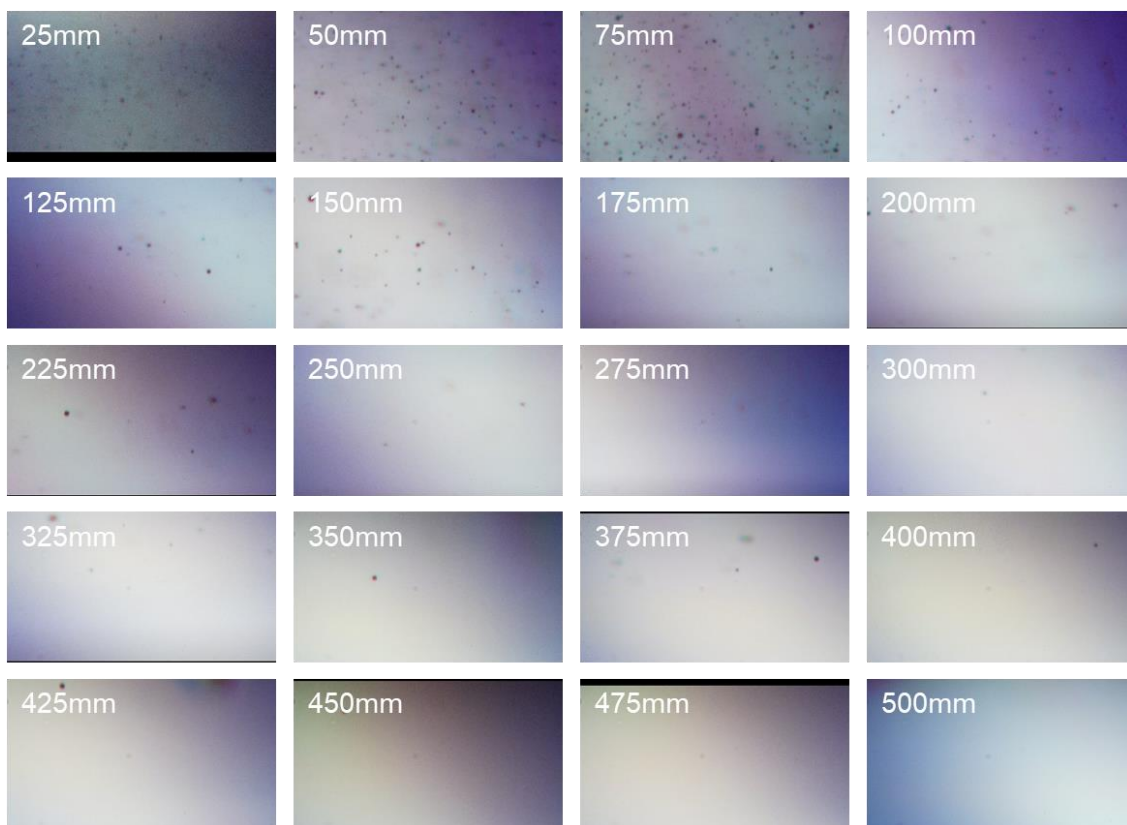


図 Apx.18.23 ④150 °C実験結果

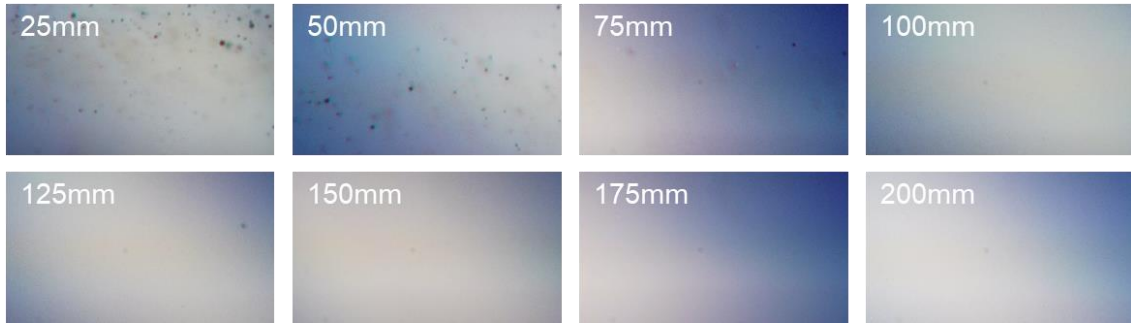


図 Apx.18.24 ④300 °C実験結果

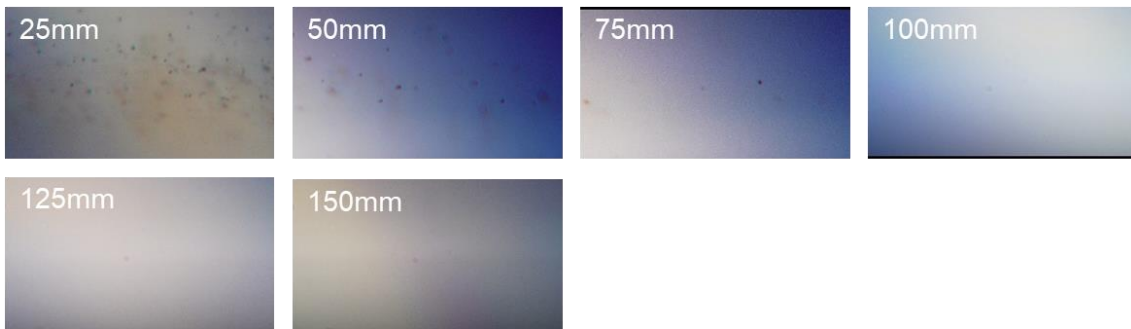


図 Apx.18.25 ④325 °C実験結果

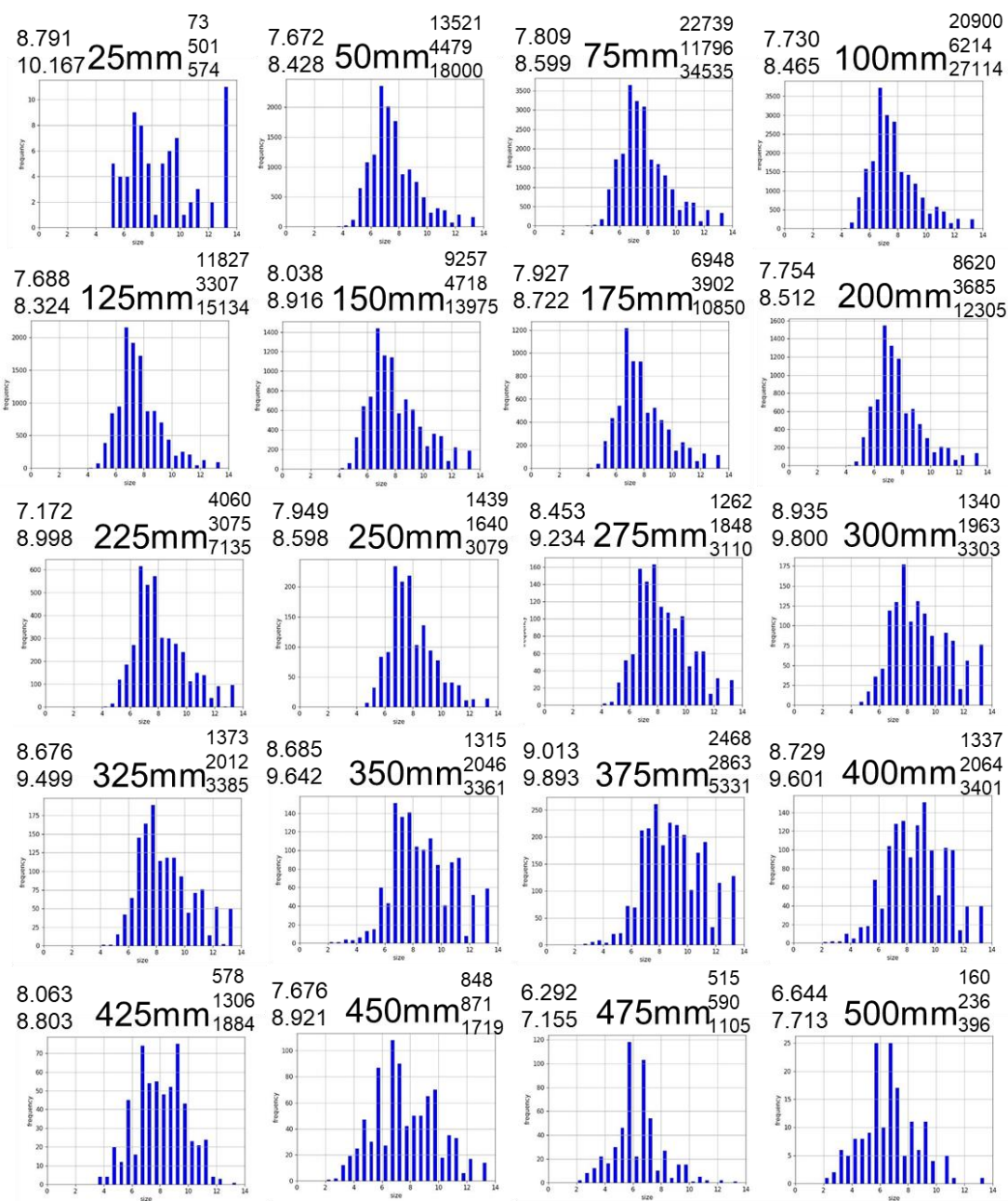


図 Apx.18.26 ④150 °C解析結果

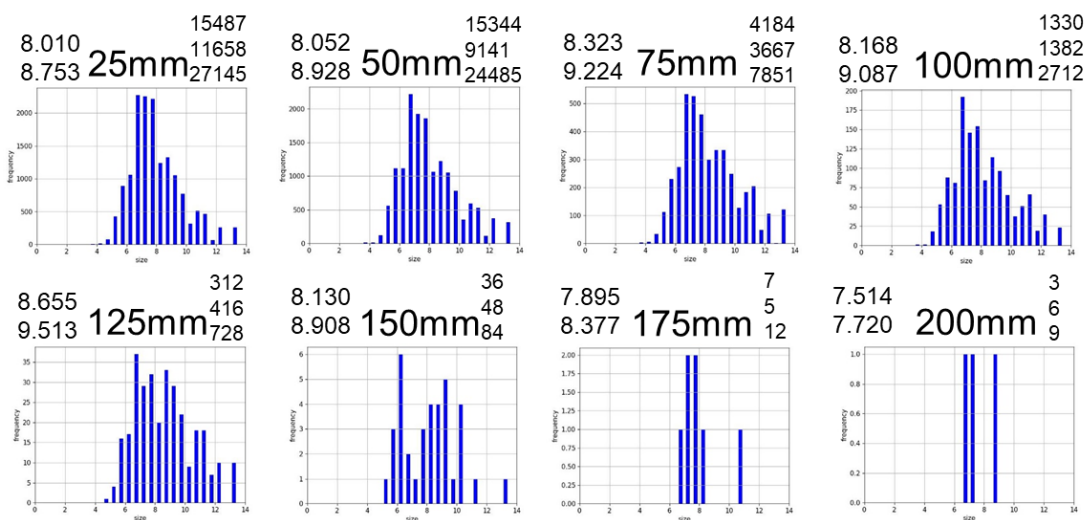


図 Apx.18.27 ④300 °C解析結果

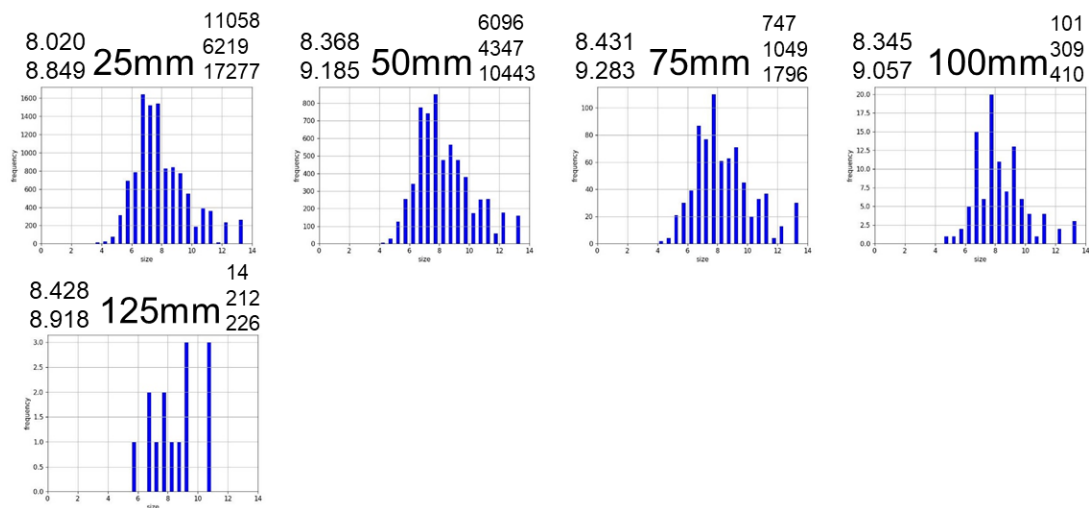


図 Apx.18.28 ④325 °C解析結果

Apx.19 メタノールを用いた液滴観測実験

本研究はミスト CVD 法の反応炉内において、微小液滴がどのように成膜過程に関わっているのかについて解明することを目的の一つとしている。ミスト CVD 法では様々な溶液を用いて成膜していることから、本研究で対象とした超純水だけではなく、様々な溶液の蒸発挙動の解明が必要である。よって、人体に害のある溶液などでも安全に実験ができるように本研究で開発した装置群に排気口を設けた。

梶亮介により、メタノールの蒸発挙動を目的とした研究が 5.6 節で述べた観測装置群を用いて行われた。^(3.1) 本節では、5.7 節で述べたフィルタありの観測装置群を用いて、c.g./d.g. = 4.0 / 0.0 の条件で実験を行ったため、その詳細について述べる。

実験条件と解析条件をそれぞれ表 Apx.19.1, 表 Apx.19.2 に示す。実験で得られた各観測地点の代表的な画像を温度別にそれぞれ図 Apx19.1~図 Apx19.5 に示す

表 Apx.19.1 メタノール 実験条件

Solvent	MeOH
Temperature [°C]	100, 150, 200, 250, 300
Carrier gas / Dilution gas [L/min]	4.0 / 0.0
Observe position from inlet [mm]	50, 75, 100, 125, 150, 175, 200, 225, 250, 275, 300, 325, 350, 375, 400, 425, 450, 475, 500
Power [V·A]	24 / 0.64
Pulse time [ns]	22
Measurement time [s]	120
ISO sensitivity	10000
Ambient temperature [°C]	21
Ambient humidity [%]	20

表 Apx.19.2 メタノール 解析条件

YOLO weights	学習 5
confidence	0.3
image size	768

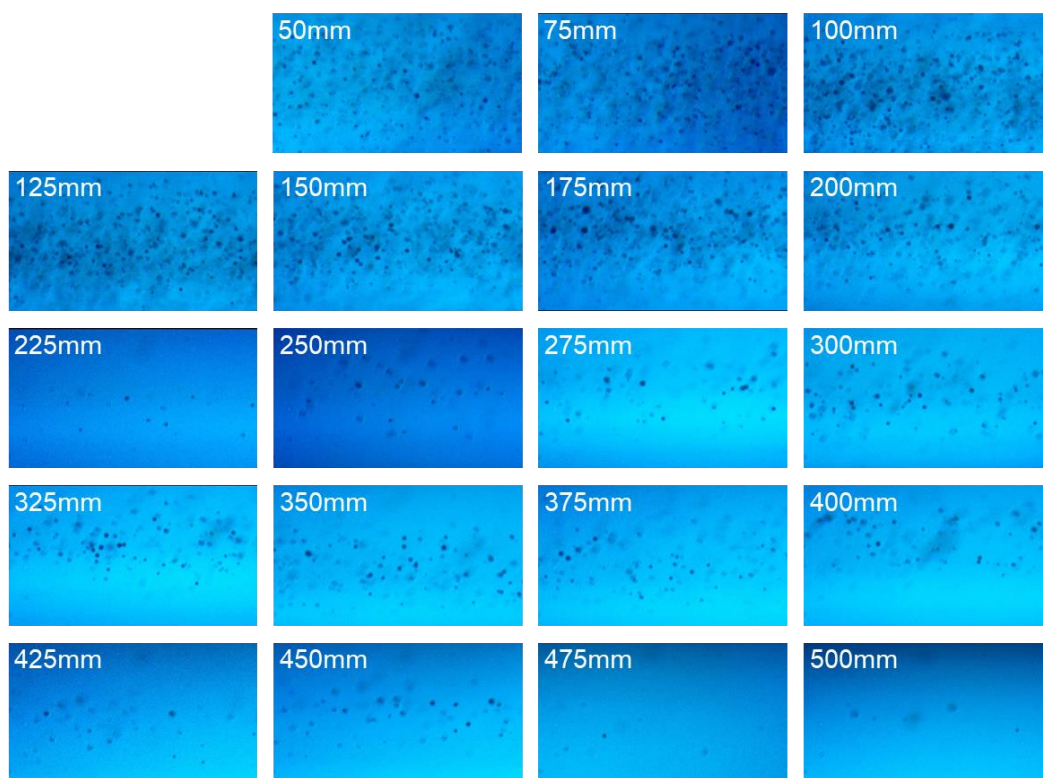


図 Apx.19.1 100 °C実験結果

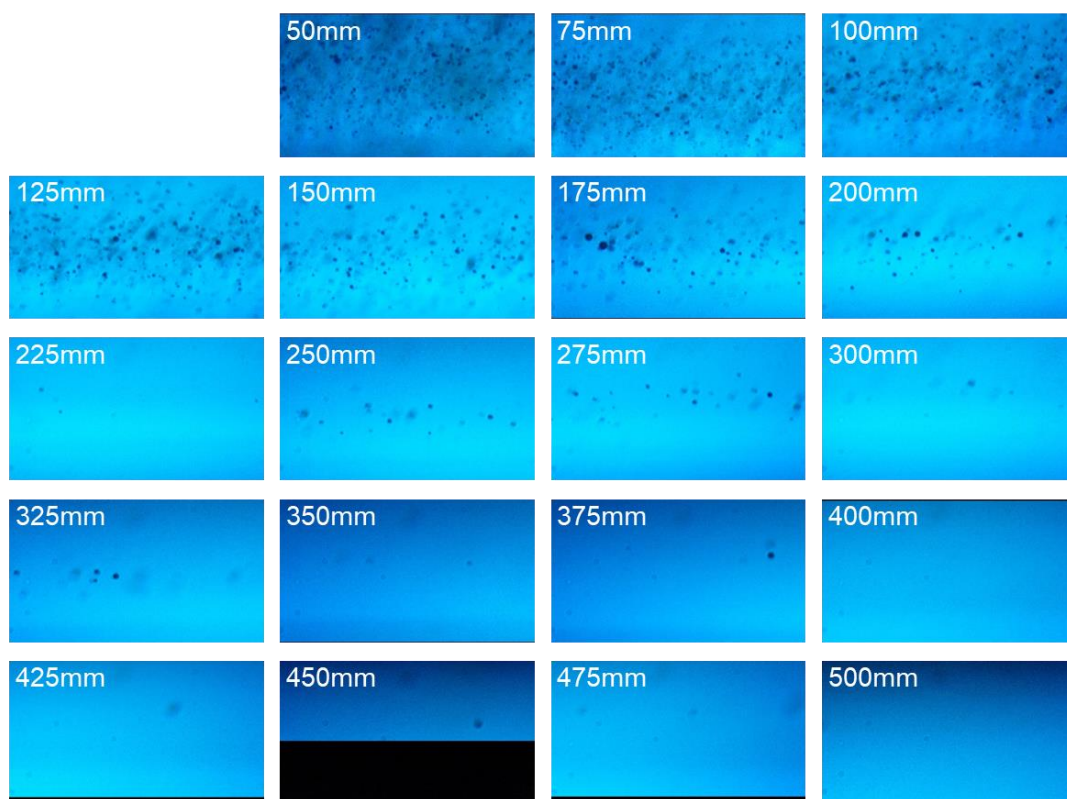


図 Apx.19.2 150 °C実験結果

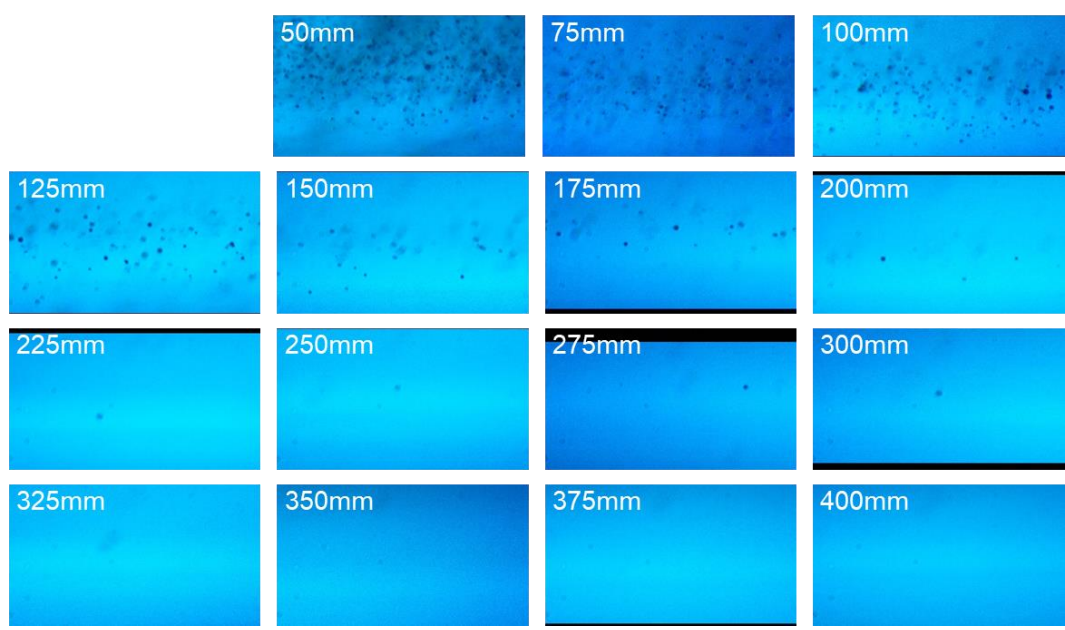


図 Apx.19.3 200 °C実験結果

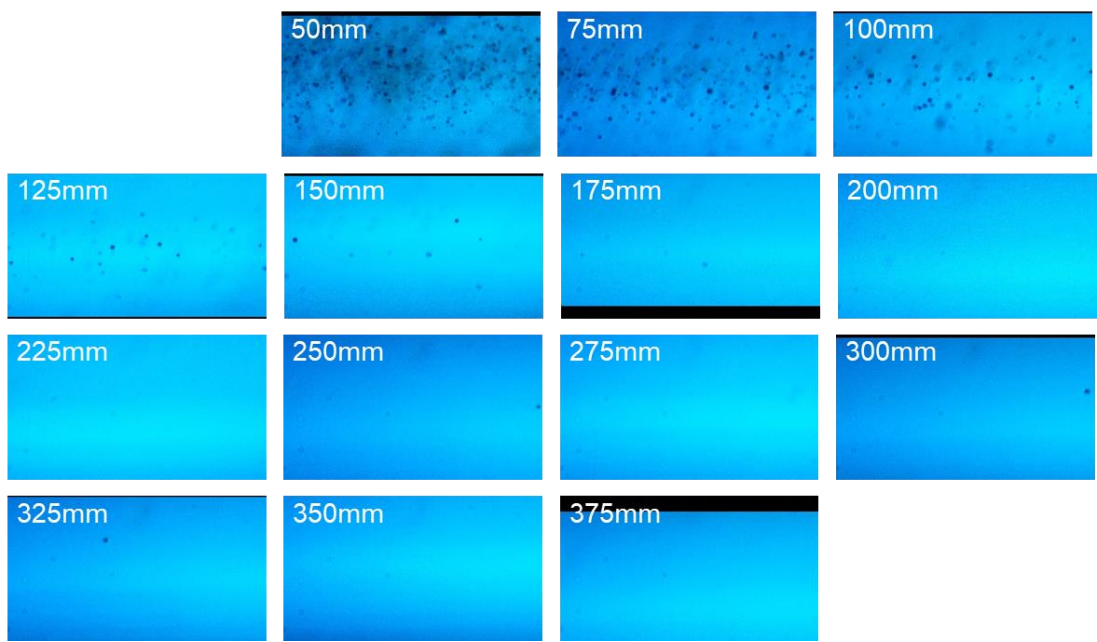


図 Apx.19.4 250 °C実験結果

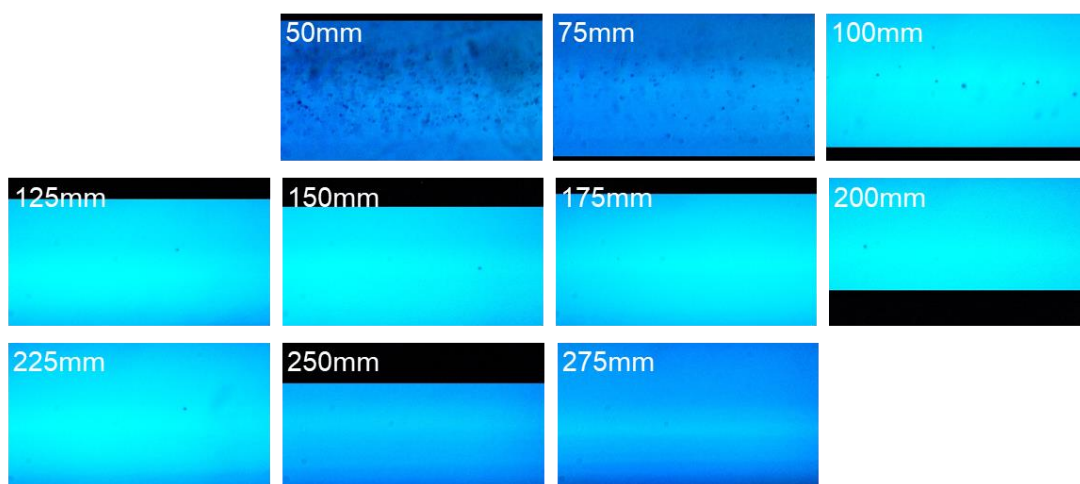


図 Apx.19.5 300 °C実験結果

また，解析した結果を温度別にそれぞれ図 Apx.19.6~図 Apx.19.10 に示す．各ヒストグラムの左上に上から算術平均粒径 D [μm]とザウター平均粒径 D_s [μm]を示し，右上に上からピント合致として認識した液滴個数，ボケとして認識した液滴個数，ピント合致とボケた液滴の合計を総認識個数として示す．

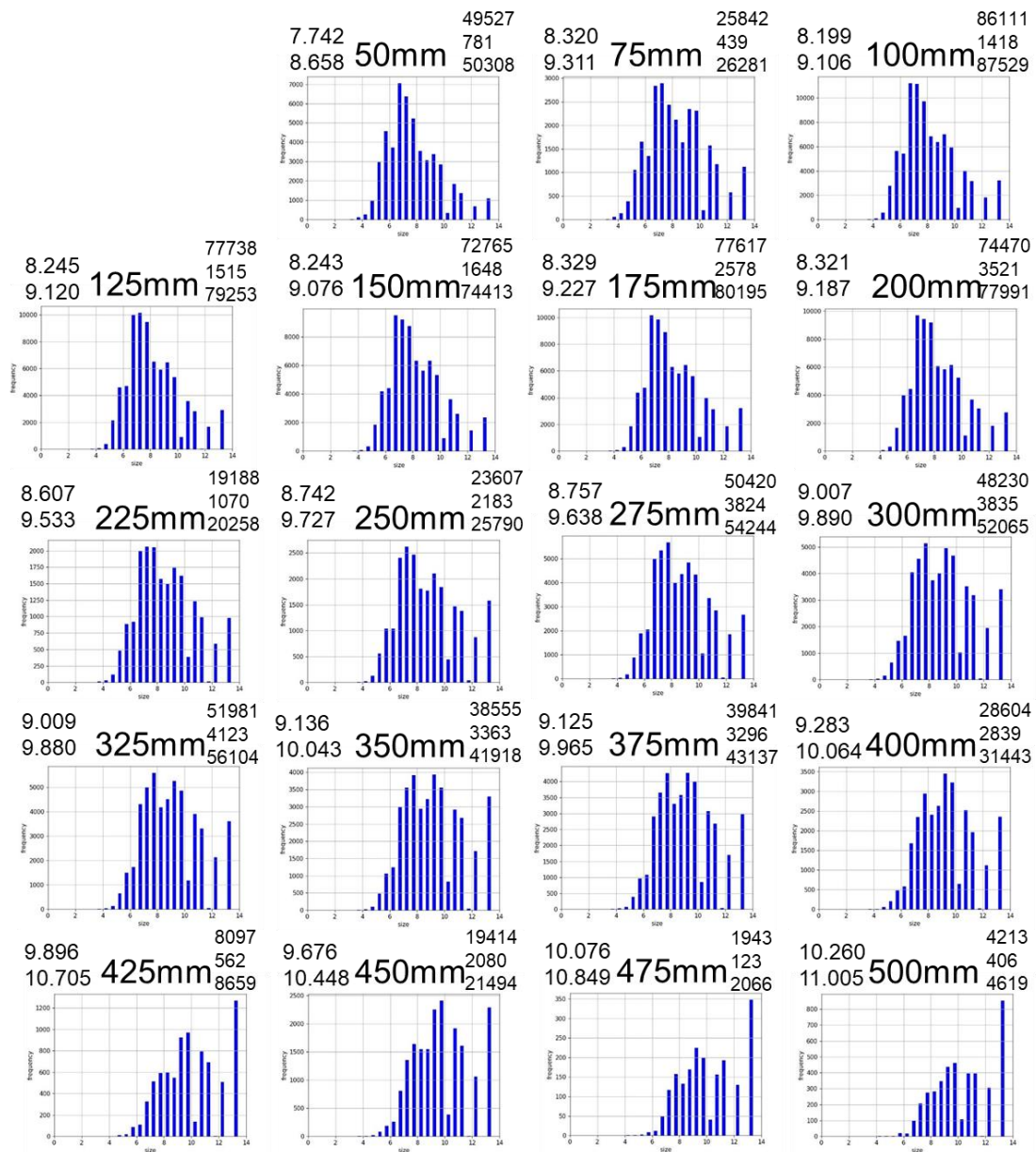


図 Apx.19.6 100 °C解析結果

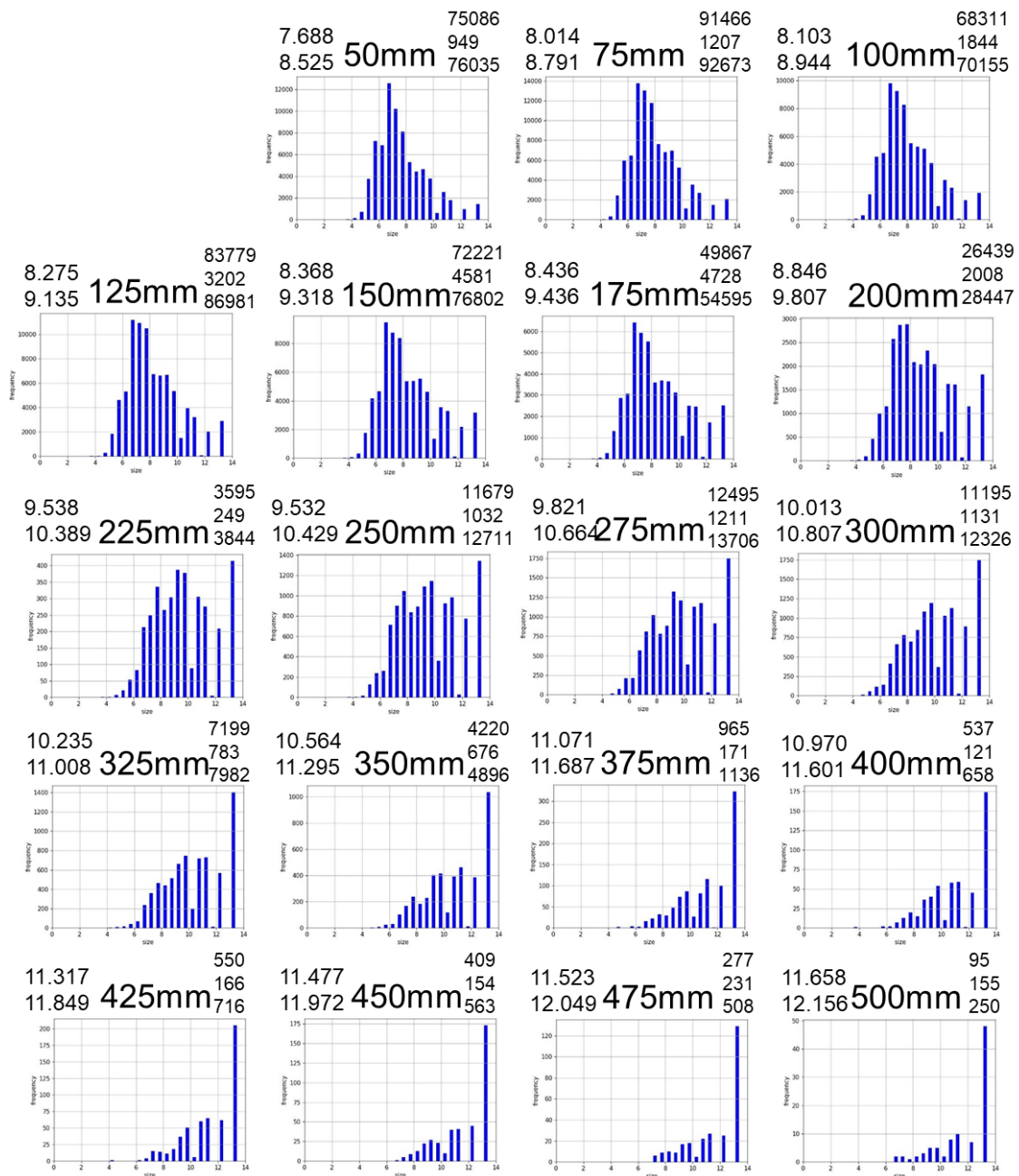


図 Apx.19.7 150 °C解析結果

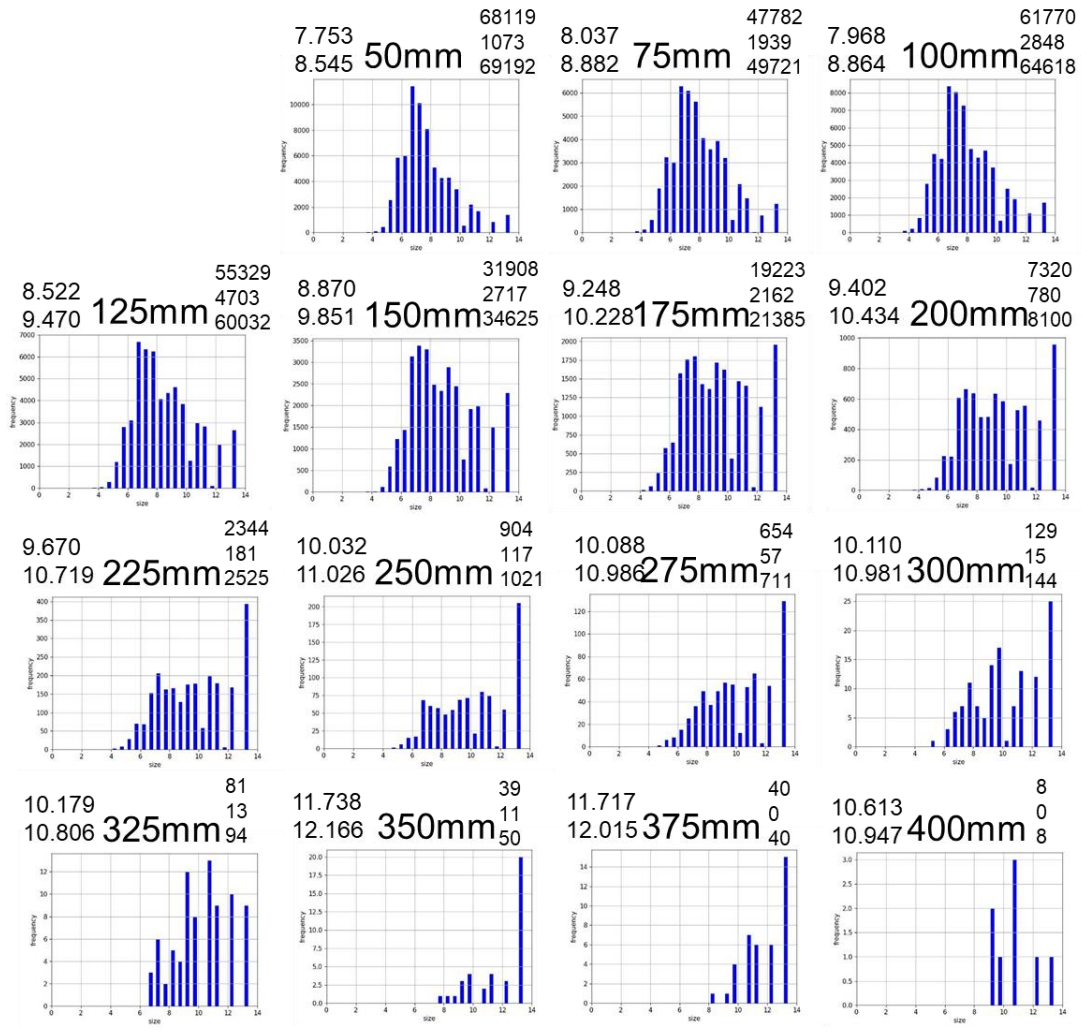


図 Apx.19.8 200 °C解析結果

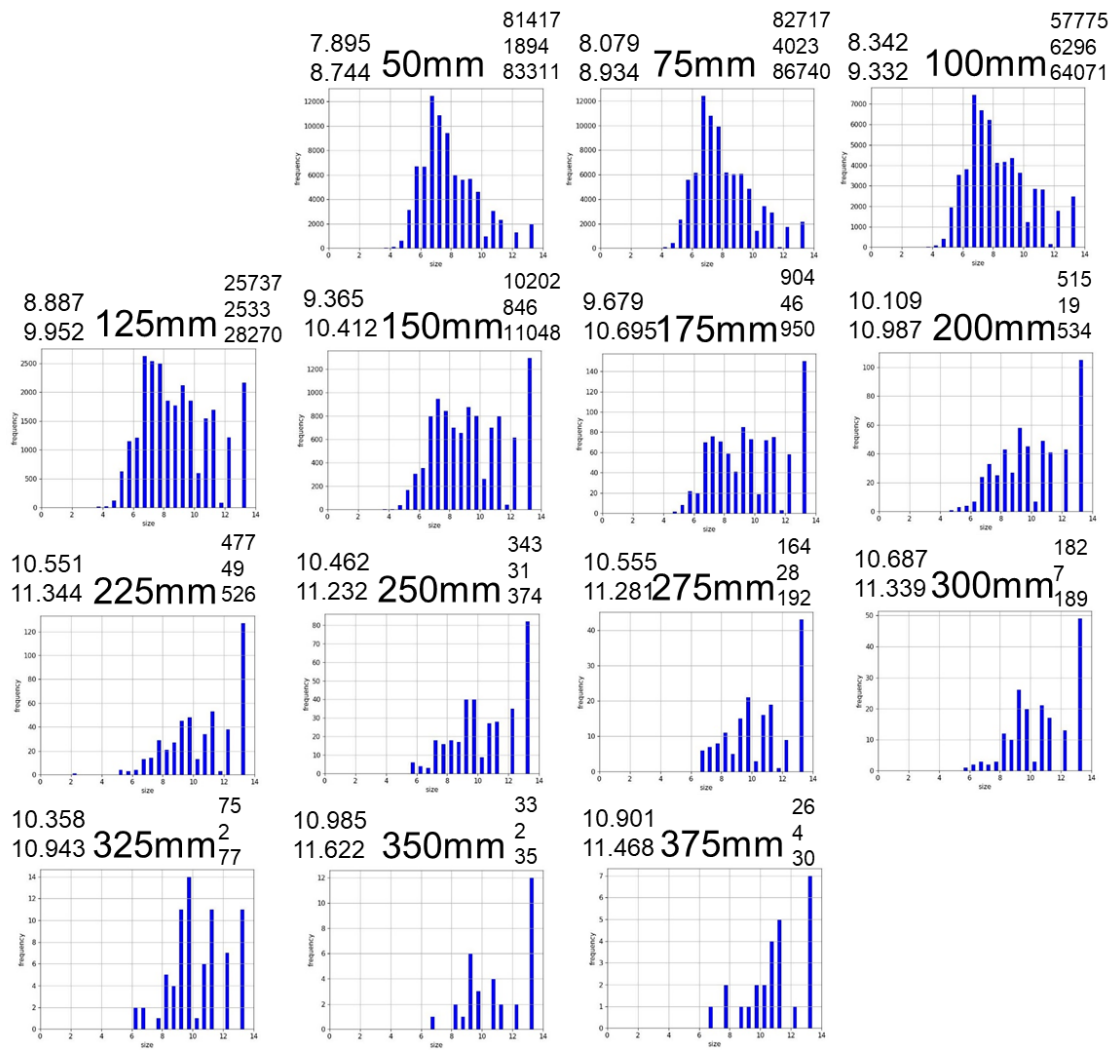


図 Apx.19.9 250 °C解析結果

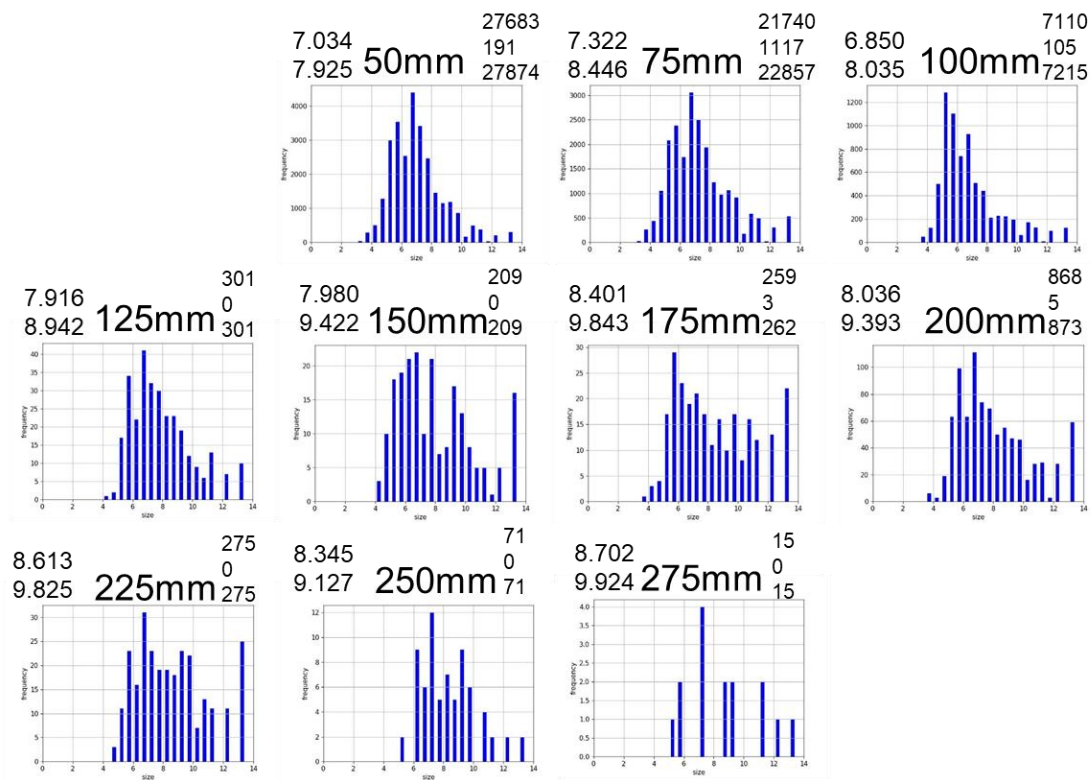


図 Apx.19.10 300 °C解析結果

また、各温度の粒径変化の傾向を見るために横軸を観測位置、縦軸を液滴粒径、カラースケールを液滴個数として示した等高線図を温度別にそれぞれ図 Apx.19.11～図 Apx.19.16 に示す。なお、等高線図はすべての条件において動画本数を1本に限定して算出した。

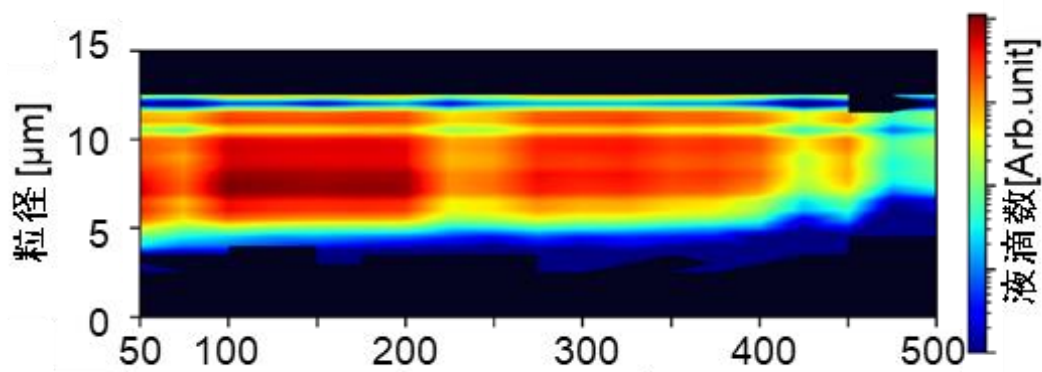


図 Apx.19.11 100°C 等高線図

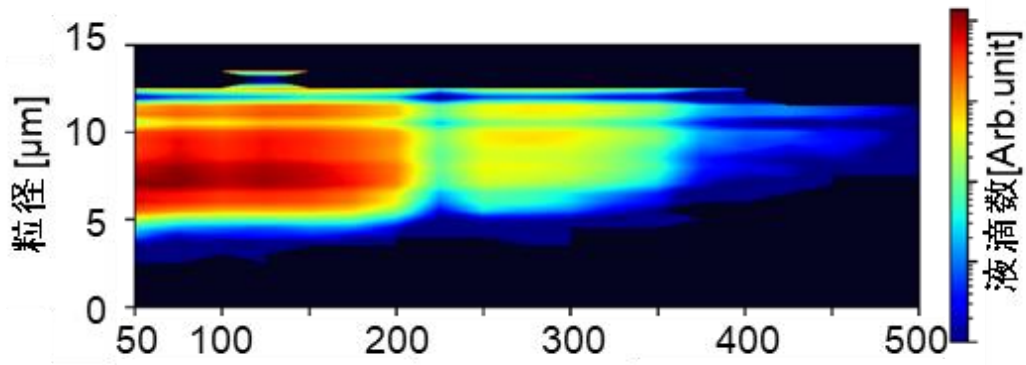


図 Apx.19.8 150°C 等高線図

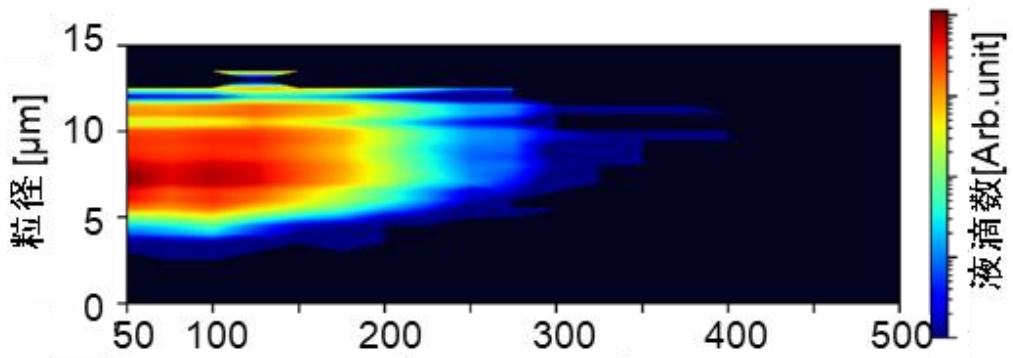


図 Apx.19.9 200°C 等高線図

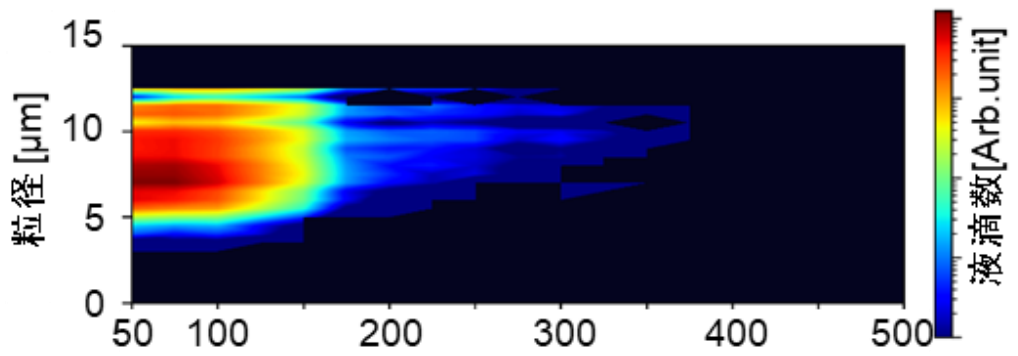


図 Apx.19.10 250°C 等高線図

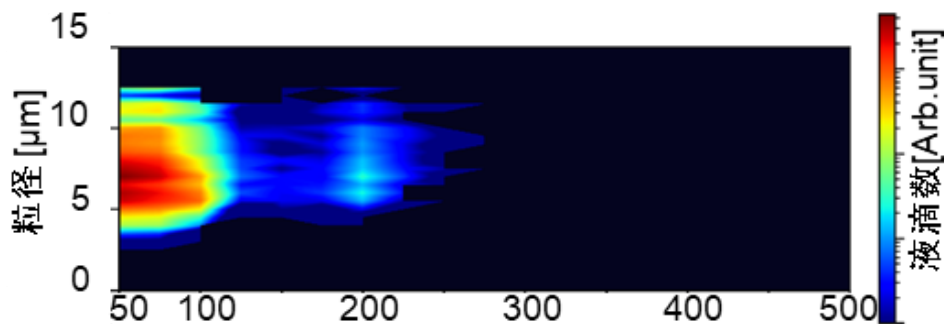


図 Apx.19.11 300°C 等高線図

実験結果より、メタノールでも高温流れ場に液滴が存在し、その蒸発の挙動を観測することができた。また、解析結果より、上流域である 100 mm 地点までの平均粒径は超純水と比べて小さいことが確認された。これは溶液によって表面張力などが異なることから超音波噴霧によって生成された初期液滴径が異なってしまうからだと考えられる。Apx.17 で述べた噴霧直後の液滴径の計測結果からも超純水に比べてメタノールの方が液滴径が小さいことが確認されている。しかし、下流域である 300 mm 地点以降では液滴径が大きくなる傾向が見られた。これは液滴同士がぶつかることで合体し、粒径の大きい液滴が生成されてしまうためだと考えられる。特に流入口接続部品内部の流路では流路の断面積が急激に小さくなることから、液滴同士がぶつかりやすくなっていると考えられる。また、ピント調整のため、ミスト流を流しながら撮影装置を奥行き方向に動かすと、流れ場内の壁面付近において特に大きい液滴が確認できた。これは、流れ場上流の石英ガラスを目視で観測した際に、石英ガラス側面で液滴がぶつかり合って大きくなりながらその場に留まり、ある程度の大きさになったら下流域へ流されている様子が確認された。よって、流れ場上流であるミスト流の濃度が高い流れ場の壁面において、超音波噴霧では本来生成されないサイズの液滴が合体によって生まれ、ある程度の大きさになればミスト流の抵抗を大きく受けるようになりミスト流に流されることで流路下流域において非常に大きい液滴が観測されていると考えられた。今後は、流入口接続部品の液滴同士がぶつかりにくい状態を叶えるため、ミスト CVD 法の FC 式反応炉のミスト流入地点の形状を参考にして流入口接続部品の流れ場の改良が必要である。これに加え、観測地点を変更しても流れ場内の中心地点を観測できるよう、マイクロメーターなどを用いてピント面を流れ場幅の中心に調整することも行いたい。

また、等高線図より、温度が高くなるにつれて液滴の観測可能距離が短くなっていることが分かる。5.7.2 節で述べたように、超純水では 200 °C を超えると、液滴観測個数の多い赤・橙色の領域が中～下流域において大幅に減少していることが分かる。(5.6.2 節) しかし、メタノールでは 100 °C から 150 °C にかけて中～下流域における赤・橙色の領域が大幅に減少し、それ以上の温度帯では減少傾向は緩やかになるものの常に減少する傾向が確認された。

これは溶液の沸点の違いが原因であると考えられる。水の沸点は 100 °C であるが、メタノールの沸点は 64.7 °C である。流れ場内を流れていく過程において徐々に液滴は加熱され、メタノールの方が速く沸点に到達し蒸発するため、超純水と比べて低温度帯である 100 °C で観測個数の減少が確認できたと考えられる。

また、噴霧器内部での溶液量により正常に噴霧ができないことが判明した。噴霧器内部に入れる液量が多い、または少ない場合、液面が超音波振動が集中する位置から外れ、正常に噴霧できていないことが確認できた。総流量 4.0 L/min を流入している状態で正常に噴霧できていない状態の時と、正常に噴霧できているときを比較した画像を図 Apx.19.12 に示す。正常に噴霧できている状態であれば、搬送ガスを流入させていても噴霧器内部に十分にミストが発生し、十分な量が流路装置へと搬送されていることが分かる。ちなみに、超純水の実験の際は噴霧器内部の溶液量に噴霧状態はそれほど大きく影響されなかった。よって、超純水以外の溶液で実験を行う際は噴霧器内部の溶液量についても十分に考慮して実験を行う必要がある。これを解決する策として、本研究の先行研究にて噴霧容器内部の溶液量を一定に保つ溶液補充器の開発が行われていた。(Apx.2) これを用いれば噴霧器内部の溶液量を一定にできるため、長時間の実験においてミストの発生量を一定にできる。しかし、まだ完全な補充は実現できていないため、今後は溶液補充装置の改良と、本研究の実験に導入もしてみたい。

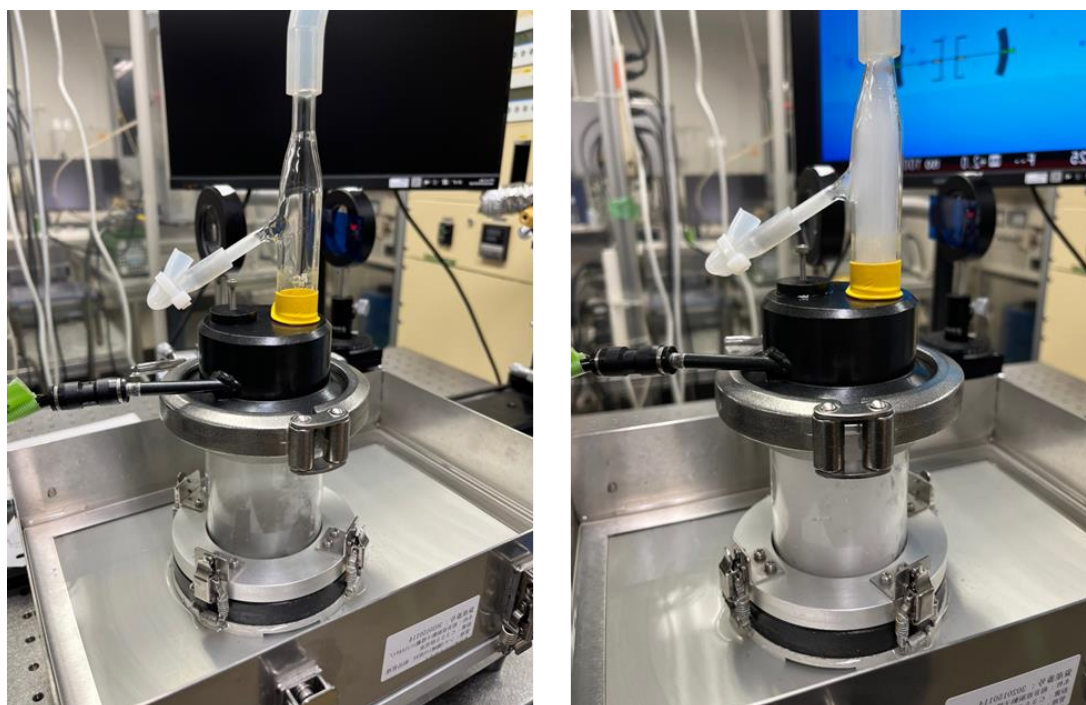


図 Apx.19.12 正常ではない噴霧状態（左）と正常な噴霧状態（右）

Apx.20 プログラム環境

本研究のプログラム開発でを使用した PC の詳細を表 Apx.20.1 に示す.

表 Apx.20.1 PC 構成

CPU	Intel corei9-12900K
GPU	NVIDIA GeForce RTX3050
memory	32 GB
storage	内臓 : 6 TB, 外付け : 28 TB
OS	windows11

本研究でプログラムを開発した仮想環境の詳細について以下に述べる. 仮想環境の作成は `anaconda` を使用した. コード開発環境は当初は先行研究と同様に `Jupyterlab` を用いていたが, 開発時点において `windows11` への非対応エラーが発生していたこと, また使い易さ等から Microsoft 社製 `Visual Studio code` に変更した. 仮想環境に `pip` を用いてインストールしたライブラリを表 Apx.20.2, `conda` を用いてインストールしたライブラリを表 Apx.20.3 に示す.

表 Apx.20.2 仮想環境 pip インストールライブラリー一覧

Package	Version	Package	Version
Absl-py	1.3.0	asttokens	2.2.1
backcall	0.2.0	cachetools	5.2.0
certifi	2022.9.24	charset-normalizer	2.1.1
colorama	0.4.6	contourpy	1.0.6
cycler	0.11.0	decorator	5.1.1
et-xmlfile	1.1.0	executing	1.2.0
fonttools	4.38.0	gitdb	4.0.10
GitPython	3.1.29	google-auth	2.15.0
google-auth-oauthlib	0.4.6	grpcio	1.51.1
idna	3.4	importlib-metadata	5.2.0
ipython	8.7.0	jedi	0.18.2
kiwisolver	1.4.4	Markdown	3.4.1
MarkupSafe	2.1.1	matplotlib	3.6.2
matplotlib-inline	0.1.6	numexpr	2.8.4
numpy	1.21.0	oauthlib	3.2.2
opencv-python	4.6.0.66	openpyxl	3.0.10
packaging	22.0	pandas	1.5.2
parso	0.8.3	pickleshare	0.7.5

Pillow	9.3.0	pip	22.3.1
Prompt-toolkit	3.0.36	protobuf	3.20.3
psutil	5.9.4	pure-eval	0.2.2
pyasn1	0.4.8	pyasn1-modules	0.2.8
Pygments	2.13.0	pyparsing	3.0.9
python-dateutil	2.8.2	pytz	2022.7
PyYAML	6.0	requests	2.28.1
requests-oauthlib	1.3.1	rsa	4.9
scipy	1.9.3	seaborn	0.12.1
setuptools	65.5.0	six	1.16.0
smap	5.0.0	stack-data	0.6.2
tensorboard	2.11.0	tensorboard-data-server	0.6.1
tensorboard-plugin-wit	1.8.1	thop	0.1.1.post22090722
torch	1.13.1+cu117	torchaudio	0.13.1+cu117
torchvision	0.14.1+cu117	tqdm	4.64.1
traitlets	5.7.1	typing_extensions	4.4.0
urllib3	1.26.13	wewidth	0.2.5
Werkzeug	2.2.2	wheel	0.37.1
wincertstore	0.2	zipp	3.11.0

表 Apx.20.3 仮想環境 conda インストールライブラリー一覧

Package	Version	Package	Version
absl-py	1.3.0	asttokens	2.2.1
backcall	0.2.0	ca-certificates	2022.10.11
cachetools	5.2.0	certifi	2022.9.24
charset-normalizer-	2.1.1	colorama	0.4.6
contourpy	1.0.6	cycler	0.11.0
decorator	5.1.1	et-xmlfile	1.1.0
executing	1.2.0	fonttools	4.38.0
git	2.34.1	gitdb	4.0.10
gitpython	3.1.29	google-auth	2.15.0
google-auth-oauthlib	0.4.6	grpcio	1.51.1
idna	3.4	importlib-metadata	5.2.0
ipython	8.7.0	jedi	0.18.2
kiwisolver	1.4.4	markdown	3.4.1
markupsafe	2.1.1	matplotlib	3.6.2
matplotlib-inline	0.1.6	numexpr	2.8.4
numpy	1.24.0	oauthlib	3.2.2
opencv-python	4.6.0.66	openpyxl	3.0.10
openssl	1.1.1s	packaging	22.0
pandas	1.5.2	parso	0.8.3
pickleshare	0.7.5	pillow	9.3.0
pip	22.3.1	prompt-toolkit	3.0.36
protobuf	3.20.3	psutil	5.9.4
pure-eval	0.2.2	pyasn1	0.4.8
pyasn1-modules	0.2.8	pygments	2.13.0
pyparsing	3.0.9	python	3.9.15
python-dateutil	2.8.2	pytz	2022.7
pyyaml	6.0	requests	2.28.1
requests-oauthlib	1.3.1	rsa	4.9
scipy	1.9.3	seaborn	0.12.1
setuptools	65.5.0	six	1.16.0
smap	5.0.0	sqlite	3.40.0
stack-data	0.6.2	tensorboard	2.11.0
tensorboard-data- server	0.6.1	teosorboard-plugin- wit	1.8.1

thop	0.1.1-2209072238	torch	1.13.1+cu117
torchaudio	0.13.1+cu117	torchvision	0.14.1+cu117
tqdm	4.64.1	traitlets	5.7.1
typing-extension	4.4.0	tzdata	2022g
urllib3	1.26.13	vc	14.2
vs2015_runtime	14.27.29016	wcwidth	0.2.5
Werkzeug0.2	2.2.2	wheel	0.37.1
Wincertstore	0.2	zipp	3.11.0

参考文献

- (1.1) 飯村治雄, 楠雅統, “インクジェットプリンター内のインクミスト挙動解析”
リコーテクニカルレポート No. 43
- (1.2) 嶽間沢秀孝, “高温壁面上における燃料の蒸発特性”近畿大学工学部研究報告
(No.45,2011年, pp.99-102)
- (1.3) 経済産業省, “新型コロナウイルス対策における「次亜塩素酸水」の空間噴霧について”ファクトシート (2020年6月9日)
- (1.4) J.G.Leidenfrost, “De Aquae Communis Nonnullis Qualitatibus Tractatus”, (A Tract about
Some Qualities of Common Water), translation of portions to appear in *Intern J Heat Mass
Transfer* (1976)
- (1.5) 西尾茂文, 平田賢, “ライデンフロスト温度に関する研究(第1報), ライデンフロ
スト温度の基本的性格に関する実験的検討”, 日本機械学会論文集(第2部), 43巻
374号(1977)
- (1.6) 西尾茂文, 平田賢, “ライデンフロスト温度に関する研究(第2報, 固液接触面の挙
動とライデンフロスト温度)”, 日本機械学会論文集(第2部), 44巻380号(1978)
- (1.7) Y. Ding, J. Liu, “Dynamic interactions of Leidenfrost droplets on liquid metal surface”,
Appl. Phys. Lett. 109, 121904 (2016)
- (1.8) H.M. Kwon, J.C. Bird, K.K. Varanasi, “Increasing Leidenfrost point using micro-nano
hierarchical surface structures”, *Appl. Phys. Lett.* 103, 201601 (2013)
- (1.9) J. Cordeiro, S. Desai, “The Leidenfrost Effect at the Nanoscale”, *The American Society of
Mechanical Engineers*, 49897, Vol.1 (2016)
- (1.10) B.S.Gottfried, C.J.Lee, K.J.Bell, “The Leidenfrost Phenomenon: Film Boiling of Liquid
Droplets on a Flat Plate”, *Intern J Heat Mass Transfer*, in press (1965)
- (1.11) N.A.Pleteneva, P.A.Rebinder, “Certain Facts Concerning Evaporation of Liquid in
the Spheroidal State” *Phys Chem* pp.961-973 (1946); *Bull USSR Acad Sci, Div Tech Sci*12
(1946)

- (1.12) V.M.Borishansky, “Heat Transfer to a Liquid Freely Flowing over a Surface Heated to a Temperature above the Boiling Point“, U.S.At.Energy Comm Translation Series, AEC-tr-3405, Problems of Heat Transfer during a Change of State (U.S.S.R.): A Collection of Articles,ed.pp.109-144,by S.S.Kutateladze,ed. (1953)
- (1.13) B.S.Gottfried, “The Evaporation of Small Drops on a Flat Plate in the Film Boiling Regime”, Ph. D thesis, Case Institute of Technology (1962)
- (1.14) K.J.Baumeister, “Heat Transfer to Water Droplets on a Flat Plate in the Film Boiling Regime”, Ph.D thesis, University of Florida (1964)
- (1.15) K.J.Baumeister, T.D.Hamill, “Creeping Flow Solution of the Leidenfrost Phenomenon”, Natl Aeron Space Admin, NASA TND-3133 (1965)
- (1.16) K.J.Baumeister, T.D.Hamill, F.L.Schwartz, G.J.Schoessow, “Film Boiling Heat Transfer to Water Droplets on a Flat Plate”, NASA TMX-52103 (1965)
- (1.17) B.M.Patel, K.J.Bell, “The Leidenfrost Phenomenon for Extended Liquid Masses”, 8th National Heat Transfer Conference, Los Angeles (1965)
- (1.18) E.S.Godleski, K.J.Bell, “The Leidenfrost Phenomenon for Binary Liquid Solutions”, Proceedings of 3rd International Heat Transfer Conference, Vol IV, Chicago (1966)
- (1.19) C.J.Lee, “A Theoretical and Experimental Investigation of the Leidenfrost Phenomenon for Small Droplets”, Ph.D thesis, Oklahoma State University (1965)
- (1.20) B.S.Gottfried, K.J.Bell, “FILM BOILING OF SPHEROIDAL DROPLETS”, I & EC Fundamentals 5,561 (1966)
- (1.21) 太田垣知輝, “高温環境下にある微小液滴に対するライデンフロスト効果の観測”, 高知工科大学修士論文(2016)
- (1.22) 松崎俊祐, “狭差二平板間を走る微小液滴のモデル創出”, 高知工科大学修士論文(2017)

- (1.23) 秦暦, “高温壁近傍における液滴挙動を表すモデル式の再検討”, 高知工科大学学士論文(2018)
- (1.24) 宮地啓太, “気相中を流動する微小液滴の挙動観測”, 高知工科大学学士論文(2018)
- (1.25) 秦暦, “高温壁面近傍における液滴挙動と液滴消滅時間に関する研究”, 高知工科大学修士論文(2020)
- (1.26) 岡田雄哉, “液滴のライデンフロスト挙動を利用した新動力源の開発に関する基礎研究”, 高知工科大学修士論文(2020)
- (1.27) 宮地啓太, “流れ場内の微小液滴挙動の観測とそのシステム開発”, 高知工科大学修士論文(2020)
- (1.28) 宮田翔生, “高温鋸歯面上におけるライデンフロスト液滴の挙動観測”, 高知工科大学学士論文(2020)
- (1.29) 草下圭太, “流れ場内における微小液滴蒸発挙動の定常的観測を目的としたシステム開発”, 高知工科大学学士論文(2021)
- (1.30) 市川怜司, “高温鋸歯面上におけるライデンフロスト液滴の移動性能についての検討”, 高知工科大学学士論文(2021)
- (1.31) 宮田翔生, “鋸歯面上におけるライデンフロスト液滴の挙動に関する研究”, 高知工科大学修士論文(2022)
- (1.32) 小林俊介, “動力源開発に向けたライデンフロスト効果と基板表面状態の関係に関する研究”, 高知工科大学学士論文(2022)
- (1.33) 山田啓司, “ライデンフロスト状液滴の制御に向けた異種溶媒による液滴挙動に関する基礎研究”, 高知工科大学学士論文(2022)
- (1.34) Bernardin and Mudawar, "A Cavity Activation and Bubble Growth Model of the Leidenfrost Point", Transactions of the ASME, (Vol. 124, Oct. 2002)

- (1.35) 川原村 敏幸, ”ミスト CVD 法とその酸化亜鉛薄膜成長への応用に関する研究”, 京都大学大学院 工学研究科 博士論文, (2008)
- (1.36) T. Kawaharamura, JJAP 53 05FF08 (2014),
- (1.37) 黒瀬良一, 牧野尚夫, and 小森悟. "気流中の粒子に働く流体力." 粉体工学会誌 39.5 (2002): 353-361.
- (1.38) T.Kawaharamura, T Hirao. "Development and research on the mechanism of novel mist etching method for oxide thin films." JJAP 51 036503 (2012)
- (3.1) 梶 亮介, “高温流れ場内におけるメタノール微小液滴の蒸発挙動に関する研究”, 高知工科大学学士論文(2023)
- (4.1) @goodboy_max, “ピンボケ写真の判定方法”, Qiita, https://qiita.com/goodboy_max/items/a2d5dd89c4c5a8f2308a, 2018.09.03(2018.09.04 更新)
- (4.2) @TumoiYorozu, “離散フーリエ変換(DFT)の仕組みを完全に理解する”, <https://qiita.com/TumoiYorozu/items/5855d75a47ef2c7e62c8>, 2020.02.09(2023.01.10 更新)
- (4.3) @ageprocpp, “FFT(高速フーリエ変換)を完全に理解する話”, <https://qiita.com/ageprocpp/items/0d63d4ed80de4a35fe79>, 2020.01.07(2020.02.06 更新)
- (4.4) hkawabata, “TechnicalNote-高速フーリエ変換(FFT)”, <https://hkawabata.github.io/technical-note/note/Algorithm/fft.html>
- (4.5) cognicull, “高速フーリエ変換”, <https://cognicull.com/ja/f5q2jl62>
- (4.6) ヴィスコ・テクノロジーズ株式会社, “画像フィルタ(周波数フィルタリング)による画像処理検査”, <https://www.visco-tech.com/newspaper/column/detail20/>
- (4.7) 新潟大学, “5. 周波数領域における画像処理”, http://www.clg.niigata-u.ac.jp/~medimg/practice_medical_imaging/imgproc_scion/5fourier/index.htm
- (4.8) joho.info, “ラプラシアンフィルタで輪郭検出(エッジ検出)”, <https://algorithm.joho.info/programming/python/opencv-laplacian-filter-py/>

- (4.9) tecsingularity.com, “ラプラシアンフィルタで画像のエッジ検出(Python と OpenCV による実装)”, <https://tecsingularity.com/opencv/laplacian/>
- (4.10) KURORO BLOG, “OpenCV で使われる Laplacian とは? 利用法からフィルタの理論等を解説”, <https://kuroro.blog/python/214Z15RFmlsBrCoI7SCX/>
- (4.11) crasantech.com, “ラプラシアンフィルタの計算方法と実装”. <https://crasantech.com/laplacian-filter/>
- (4.12) Mathworks, “ディープラーニング - これだけは知っておきたい 3 つのこと”, <https://jp.mathworks.com/discovery/deep-learning.html>
- (4.13) Stable Diffusion Ai <https://stability.ai/blog/stable-diffusion-public-release>
- (4.14) OpenAI Chat GPT , <https://openai.com/blog/chatgpt>
- (4.15) 自動運転ラボ, “自動運転で「深層学習」がカギを握るワケ”, https://jidouten-lab.com/y_6349
- (4.16) N.Dalal, B.Triggs, “Histograms of oriented gradients for human detection(HOG)”, CVPR (2005)
- (4.17) S.Martin, “畳み込みニューラルネットワークとリカレントニューラルネットワークの違いとは”, NVIDIA, <https://blogs.nvidia.co.jp/2018/10/09/whats-the-difference-between-a-cnn-and-an-rnn/>, (2018.10)
- (4.18) Leading Edge Co.,Ltd., “畳み込みニューラルネットワークの基礎を理解する”, <https://leadinge.co.jp/rd/2021/06/07/863/>
- (4.19) R.Girshick, “rich feature hierarchies for accurate object detection and semantic segmentation”, CVPR (2013)
- (4.20) R.Girshick, “Fast R-CNN”, ICCV (2015)
- (4.21) S.Ren, K.He, R.Girshick, J.Sun, “Faster R-CNN”, NIPS(2015)

- (4.22) @cv_carnavi, “物体検出手法の歴史:YOLO の紹介”, Qiita, https://qiita.com/cv_carnavi/items/68dcda71e90321574a2b
- (4.23) @shoku-pan, “物体検出の評価指標 IoU の計算方法”, Qiita, <https://qiita.com/shoku-pan/items/35eae224c59989957623>
- (4.24) J.Redmon, S.Divvala, “You Only Look Once:Unified,Real-Time Object Detection”, CVPR(2016)
- (4.25) J.Redmon, A.Farhadi, “YOLO9000: Better, Faster, Stronger”, CVPR(2016)
- (4.26) J.Redmon, A.Farhadi, “YOLOv3:An Incremental Improvement”, CVPR(2018)
- (4.27) A.Bochkovskiy, “YOLOv4: Optimal Speed and Accuracy of Object Detection”, CVPR(2020)
- (4.28) G.jocher, “yolov5”, Github, <https://github.com/ultralytics/yolov5>
- (4.29) G.jocher, “YOLOv8”, Github, <https://github.com/ultralytics/ultralytics>
- (4.30) 坂内理人, “PascalVOC 形式のファイルを YOLO 形式に変換”, Qita, 2022/10/30, <https://qiita.com/rihib/items/e163d90c009f4fe12782>
- (5.1) rosc color filter technical data sheet, <https://www.pnta.com/expendables/gels/roscolux/roscolux-69-brilliant-blue/>
- (5.2) rosc color filter technical data sheet, <https://www.pnta.com/expendables/gels/roscolux/roscolux-74-night-blue/>
- (Apx.1) opencv チュートリアル http://labs.eecs.tottori-u.ac.jp/sd/Member/oyamada/OpenCV/html/py_tutorials/py_imgproc/py_thresholding/py_thresholding.html
- (Apx.2) 小松正彦, “ミスト CVD 法における成膜工程自動化に向けた装置開発”, 高知工科大学学士論文(2022)

謝辞

本研究は、高知工科大学大学院工学研究科基盤工学専攻知能機械工学コース、材料革新サステイナブルテクノロジー研究室にて川原村敏幸教授のご指導の元行われたものです。

指導教員である川原村教授には研究を行う上で何不自由することのない十分な環境を整えて頂いたこと、また、研究に関する様々な相談から、私生活における他愛のない話まで快く受けて頂きました。先生の的確なアドバイスとご支援にいつも背中を押していただけたことで研究へのモチベーションを高く保ちつつ取り組み続けることができました。先生に教えて頂いた物事への考え方や視点を忘れず、社会に出ても全力で躍進できるよう頑張ります。本当にありがとうございました。

本研究室に所属する劉麗さん、劉小嬌さんには、私の拙い英語での会話をいつも汲み取って頂いたこと、英語での会話という貴重な機会を頂いたことに感謝申し上げます。

本研究室の先輩である安岡龍哉さんには研究会などでいつもアドバイスをしていただき、助けて頂きました。研究室生活では頼りになる先輩でありつつ、フレンドリーに話しかけてくださり、楽しく過ごすことができました。今後のご活躍をお祈り申し上げます。

本研究室の同期の市川怜司君、高井友輝君は、3年半の間苦楽を共に過ごしてきた仲間として大変感謝しております。研究は勿論、私生活においてもお互いにサポートし、楽しく充実した研究室生活を過ごすことができました。4月から始まる新生活でもお互いに頑張っていきましょう。今後のご活躍をお祈り申し上げます。

本研究室の修士1年の小林俊介君、小松正彦君、澤田陸斗君、須佐美大夢君には、研究を始めTAなどでも大変お世話になりました。研究会などでは様々な意見や質問を頂き、とても内容の濃い議論を行うことができました。また、研究室生活やプライベートでも会話や食事を通じて仲を深めることができました。残りの院生活が充実したものになるよう願っています。

本研究室の学部4年の荒木穂孝君、岡田裕明君、梶亮介君、宮崎晃大君は、同時期に卒業ということもあり、論文作成などで共に刺激しあいながら取り組むことができました。日々の研究室生活でも気軽に声をかけて頂き、2学年の差を感じることなく過ごすことができました。特に梶亮介君は私と同じ研究テーマであったことから研究に関して数多くの議論や相談ができました。院進学後、私の研究内容を引き継ぎ、微小液滴蒸発挙動の解明にまた一歩近づくことができることを期待しています。

本研究室の学部3年の宇佐見忠信君、大川我覚君、岡田達樹君、田上遼君、学部2年の大橋亮介君には研究会等で数多くの質問や意見を頂きました。短い期間ではありましたが、研究室に頻繁に来てくれてコミュニケーションが取れたことを嬉しく思っています。これから本格的に始まる研究室生活がぜひ充実したものとなるよう頑張ってください。

本研究室を卒業された先輩方をはじめ、上記のメンバーと共に過ごした研究室生活は私の人生の中で最も成長を実感し、充実した日々でした。楽しい空間・時間を作り共有できたこと、共に学び成長できたことに感謝申し上げます。

最後になりましたが、大学入学から6年間、経済面から精神面まで献身的なサポートと声援を送ってくださった両親と弟妹、大学で出会い、共に過ごした友人達、高知で出会えた数多くの地域の方々に感謝申し上げます。