

[A28]近赤外光を用いた完全非接触型微量流量計の研究開発

知能機械工学専攻 山田研究室
0534025 久保田 壮一

1. 緒言

半導体製造プロセスにおける洗浄液や薬液には、純度を保ちつつ高精度な流量管理が要求される。近年、プロセスの高度化・微細化に伴い、非接触での微量流量測定が要求され、バイオチップや μ TAS、医療分野でも同様の需要が高まっている。現在、この分野には、非接触型流量計である超音波流量計などが使用されているが、10 ml/min以下の流量で精度が ± 2 ml/minと十分でなく、実用的な流量計は存在していない。本研究では、食品や生体などに対する無侵襲測定法として広く応用されている近赤外分光技術を応用し、水を主成分とする試料の温度を非接触で測定する手法を提案した^[1]。これをさらに応用し、熱トレーサ式の流量計の原理と組み合わせることで、水を主成分とする液体の流れを対象とした新しい非接触微量流量測定法の実用化を目指す。これまでの研究により、1 ml/min以下の極微量流量での測定は可能であることを明らかにしてきた^[2]。本研究では測定範囲の拡大、精度の向上を目指し、従来の1箇所での温度測定から2箇所の測定に変更した新しい手法を提案するとともに、その性能を評価することを目的に実験及び数値解析を行った。その検討結果と今後の課題について報告する。

2. 測定原理

2.1. 熱トレーサ式流量計

熱トレーサ式流量計とは流体に熱的なマーキングを行い、そのマーカの移動時間から流体の速さを測定する流量計である。流れが進むにつれ、温度マーカは徐々に拡散し消滅してしまうが、流体に与える影響も小さい。本流量計では Fig. 1 のように流れの上流にヒータを配置し時刻 t_0 でパルス状（時間幅 Δt_p ）に加熱する。温度マーカは最初に下流の第1検出器において温度変化として時刻 t_1 で検出される。その後マーカはさらに下流の第2検出器において時刻 t_2 に検出される。このときの加熱中心時刻 $t_0 + \Delta t_p / 2$ と検出時刻 t_1 との時間差 $\Delta t_0 = t_1 - (t_0 + \Delta t_p / 2)$ と距離 L_1 と管断面積 S より、もしくは2点の検出時刻の時間差 $\Delta t = t_2 - t_1$ と距離 $\Delta L = L_2 - L_1$ と S より、流量 Q との関係が式(1)のように得られる。

$$\frac{SL_1}{\Delta t_0}, \quad \frac{S\Delta L}{\Delta t} \propto Q \quad (1)$$

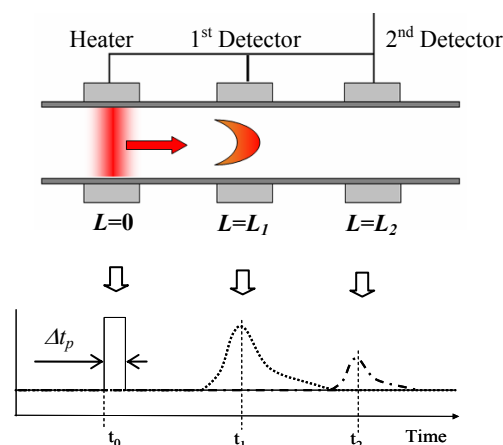


Fig.1 熱トレーサ式流量計の原理

前者の $SL_1/\Delta t_0$ による測定法では、パルス加熱時間幅 Δt_p の関係から 1 ml/min 以上の流量を測定することが困難であることが以前の研究で判明している。そこで本研究では加熱時間の影響を受けない、温度測定を2箇所で行う後者の方法を選択した。本手法では温度マーカ生成および検出を、共に光を用いて行うことで非接触測定を実現している。

2.2. 温度検出方法

光による非接触の温度変化測定には水の吸収スペクトルの温度依存性を利用することで非接触に測定を行う。光の吸収は入射光強度 I_{in} と透過光強度 I_{out} の比より算出する吸光度 A により評価でき、光による水の吸収スペクトルは Fig. 2 のようになる。波長 1450 nm 付近のピークには温度依存性があり、波長 1490 nm に注目すれば吸光度は温度上昇に伴い減少する。従って、水溶液を透過した波長 1490 nm の光の吸光度変化を測定することにより温度マーカの通過を検出することができる。

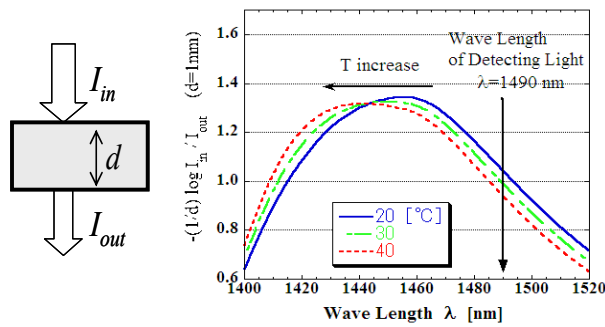


Fig. 2 水の吸光度スペクトルシフト

2.3. 温度マーカの生成

従来の非接触での加熱には外側にヒータを設置し、その熱伝達及び熱伝導にて加熱する方法が使用されてきた。しかし熱が伝わる際に時間がかかり、応答性が悪くなる。これに対し、光加熱では物質が光を吸収し、吸収された光エネルギーが物質を加熱する。そのため吸収係数の波長依存性を有効に利用することで、複数の物質が混在する中で必要な物質だけを加熱することができる。このとき、吸収されたエネルギーが即時に熱に変換されるため、短時間で加熱を行うことができる。

本研究ではFig. 3のように流路断面を均一に加熱するよう工夫した。そのため、水による吸収の弱い波長である1050 nmの光源を選択し、流路外側に貼り付けた反射膜により流路内で光を往復させた。吸収が強い波長の光を使用すると、光が入射点の管壁付近で全て吸収されてしまう。そのため管壁付近のみで熱が発生し、熱が管壁に逃げてしまうことが予想される。光はレンズなどの素子を挟むことなく、半導体レーザ(LD)から発振された光を直接管路へ導入した。反射膜にはアルミテープを用い、また熱が逃げないように反射膜の外側を断熱材としてコルクにより覆った。

3. 性能評価実験

3.1. 実験装置

以上の原理を基に Fig. 4 のように流量計を構成し、試作した。温度変化検出を 2 箇所で行うため、検出光は光源である半導体レーザ (LD2, $\lambda = 1490 \text{ nm}$) から発振後、無偏向ビームスプリッター (NPBS) により 2 分岐させて使用した。Slit (幅 0.5 mm) を通り、シリンジカルレンズで管中心部を通過するよう集光させ、フッ素樹脂 (PFA) 製チューブ管に入射させた。管通過後は再び平行光にしフォトダイオード (PD) により検出した。温度マーカ生成には光によるパルス加熱を行うため、出力 2 W の加熱用半導体レーザ (LD1, $\lambda = 1050 \text{ nm}$) をファンクションジェネレータにより制御し $\Delta t_p = 0.2 \text{ s}$ の LD 照射を行った。加熱光を PD が検知するのを防ぐため、波長 1200 nm 以上の光を通過させるフィルタを PD に設置し、検出光 ($\lambda = 1490 \text{ nm}$) のみの信号を取得する。スリットは直進性を保証するものである。加熱点を $L = 0 \text{ mm}$ とし、2 箇所のうち上流側での検出を $L_1 = 1.5 \text{ mm}$ で行った。もう一方の下流側検出を $L_2 = 4.6, 7.8, 12.0 \text{ mm}$ にて行い、それぞれ $\Delta L = 3.1, 6.3, 10.5 \text{ mm}$ とした。PD から取得した電圧値データはデータレコーダにより収録し、デジタル的に低域通過フィルタを用いてノイズを処理した。

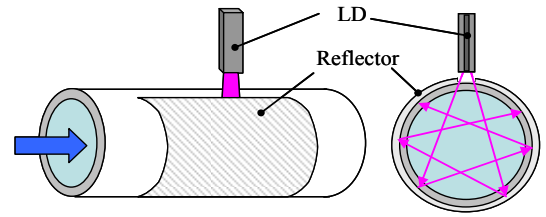


Fig. 3 光による温度マーカ生成方法

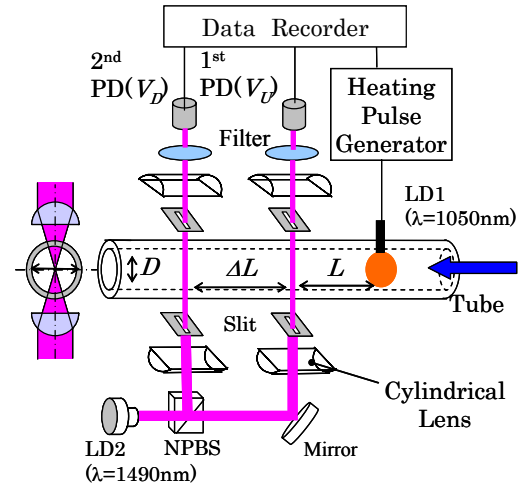


Fig. 4 流量計構成図

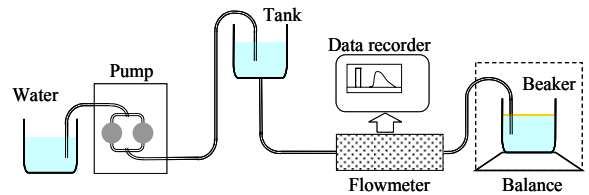


Fig. 5 流量計校正装置

3.2. 実験方法

流量発生装置と電子天秤 (AX205, METTLER TOLLEDO) を用いて、Fig. 5 のように流量計の校正を行った。流量は高低差により流れを作り出し、上流タンクと下流ビーカの水位差をポンプにより一定に保つことで一定流れを作り出した。電子天秤により質量の時間変化を観測し、流量を算出した。この流量を実測流量 Q とした。流量計で測定した Δt と実測流量 Q の関係を示す校正曲線を描き、その校正曲線と Δt の誤差より流量計の測定誤差を推定した。

3.3. 実験結果

温度マーカが通過したときの検出電圧変化を Fig. 6 に示す。 $t = 380 \text{ ms}$ で上流検出器により検出された後、 $t = 670 \text{ ms}$ で下流検出器でもピークが検出される様子が分かる。この時間差を Δt とし、多くの条件で測定した。この Δt を用いて、 $SAL/\Delta t$ を縦軸、正しい Q を横軸にとり、Fig. 7 のように校正曲線を作成した。 $SAL/\Delta t$ は加熱された流体塊がそのままの形で下流に流れたと仮定したときに算出される流量であり、 $SAL/\Delta t \propto Q$ (式(1)) と考えられる。

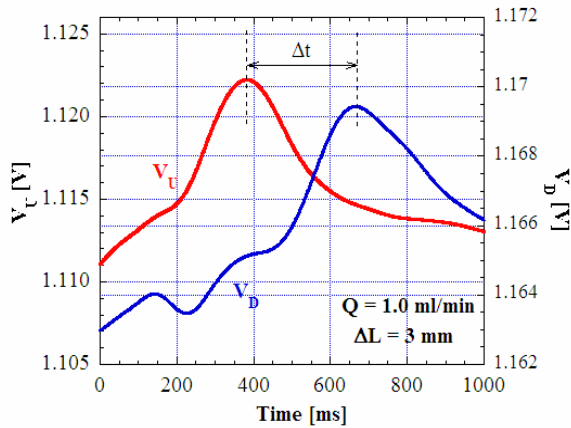


Fig. 6 温度マーカ通過時の検出電圧波形

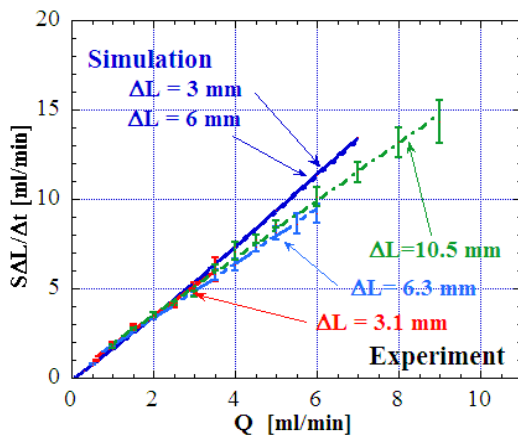


Fig. 7 実験と数値解析で得られた校正曲線

4. 数値解析

4.1. 解析モデル

Fig. 8 のように解析モデルを考える。光加熱は断面で行われると仮定する。この断面は検出光軸と直角に交わることから、各軸の対称性を考慮し計算領域は 1/4 円柱とした。

4.2. 基礎方程式

基礎方程式は以下の 2 式となる。

・流体部 (水)

$$\frac{\partial T_w}{\partial t} + u \frac{\partial T_w}{\partial x} = \frac{1}{\rho_w c_w} \left[\frac{\partial}{\partial x} \left(\lambda_w \frac{\partial T_w}{\partial x} \right) + \frac{\partial}{\partial r} \left(r \lambda_w \frac{\partial T_w}{\partial r} \right) + \frac{\partial}{\partial \theta} \left(\frac{\lambda_w}{r} \frac{\partial T_w}{\partial \theta} \right) \right] + \frac{S_w}{\rho_w c_w} \quad (2)$$

・管壁部 (PFA)

$$\frac{\partial T_f}{\partial t} = \frac{\lambda_f}{\rho_f c_f} \left[\frac{\partial}{\partial x} \left(\frac{\partial T_f}{\partial x} \right) + \frac{\partial}{\partial r} \left(r \frac{\partial T_f}{\partial r} \right) + \frac{\partial}{\partial \theta} \left(\frac{1}{r} \frac{\partial T_f}{\partial \theta} \right) \right] \quad (3)$$

T, ρ, c, λ はそれぞれ温度、密度、比熱、熱伝導率である。 S は単位時間・単位体積当りの発熱量である。添え字の w 及び f はそれぞれ水、フッ素樹脂 (PFA) を意味する。これらの基礎式をコントロールボリューム法により数値的に解いた。各式はコントロールボリュームで積分し時間発展させた。対流項には一次の風上差分を用いた。 x, r 方向は 0.1 mm, θ 方向は 1°刻みに等間隔で格子を作成した。

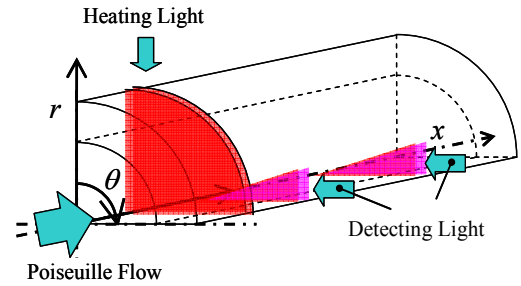


Fig. 8 解析モデル

4.3. 境界条件

(i) 入口・出口

計算領域内部から外挿して温度を求めた。このとき初期温度以下にはならないとした。

(ii) 対称境界

境界面を通過する熱流束を 0 とした。

(iii) 管壁外面

管壁と周囲との温度差により自然対流が生じるとした。このときの必要な熱伝達率は Fujii らの式^[3]を用いて与えた。この式は、水平円柱まわりに生じる自然対流による熱伝達率を求めるものである。

4.4. 計算条件

水・PFA・空気の物性値をそれぞれ Table 1 のように与えた。与えられた物性値は全て 1 気圧、300K で得られたものである。実験と比較するため、加熱パワー 2 W, 加熱時間幅 $\Delta t_p = 0.2$ s, 加熱領域長さ 0.2 mm, 管内径 2 mm, 管外径 3 mm とした。流量は 0.1 ml/min から 7.0 ml/min の範囲を設定した。

4.5. 解析結果

(i) 管軸方向の温度分布

流量 1.0 ml/min の際の、管内温度分布の時間経過を Fig. 9 に示した。 $t = 0 \sim 200$ ms に加熱が行われ、流体の流れにしたがって、温度マーカが歪んでいく様子がわかる。マーカの管壁近傍から温度が低下するため、中心部の方が温度は高い。ただし、加熱点付近では管壁に熱が溜まり、流速が遅いため、管壁付近の温度は下がりにくい。

(ii) 数値解析による校正曲線

2つの検出光の経路にそった平均温度を算出し、それら時間変化より各検出光経路の平均温度がピークとなる時間差を求めて Δt を算出した。 $\Delta L = 6$ 及び 3 mm の際、実験と同様に校正曲線を作成し Fig. 7 に示した。原点付近では、校正曲線が直線的な変化ではなく、傾きが小さくなったが 1 ml/min 以上の流量では、傾きはほぼ 2 となった。実験結果では傾きが約 1.5 であり、数値解析とは一致しなかった。

Table 1 数値計算に用いた物性値

	熱伝導率 λ [W/(m·K)]	定圧比熱 c_p [J/(kg·K)]	密度 ρ [kg/m ³]	粘性係数 η [μPa·s]
水	0.6104	4179	996.66	854.4
PFA	0.24	960	2170	
空気	0.02614	1.007	1.1763	18.62

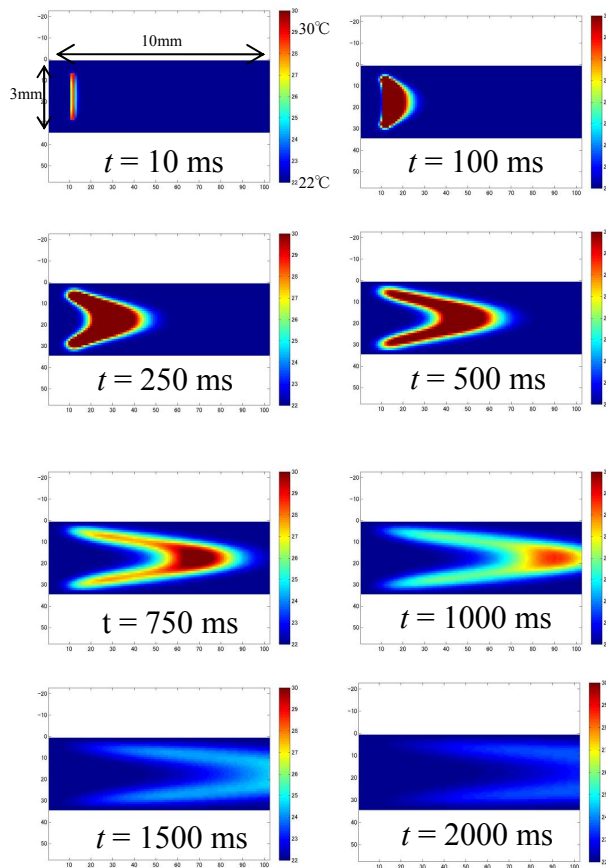


Fig. 9 1.0 ml/min での数値解析による温度分布

5. 考察

流路の温度分布を数値解析で求めると、温度マーカは管中心部で温度が高く、また速度も速いことがわかった。管中心部はポアズイユ流れのため、平均流速よりも流れが速いからである。校正曲線の傾きは、数値解析より実験の方が小さくなり、校正曲線は一致しなかった。これは実験では数値解析より Δt が大きく測定されたからである。原因として、管軸方向へ光が拡がっていることがあげられる。LD から発振された光は管軸方向へ左右に 7° の広がりをもつ。そのため、複数回の反射を繰り返すうちに管軸方向へ光が拡がり、温度マーカの範囲も拡がってしまう。また、管断面が一樣に加熱されず、断面に温度分布に偏りが生じていると考えられる。ポアズイユ流れでは管壁周辺部ほど、流速は遅い。そのため温度分布に偏りがあると、測定される Δt も大きくなると考えられる。さらに検出光が管中心部より外れた経路で測定を行っているとした場合も同様の結果となる。ただし、これらの問題は校正曲線を求める際に解決されるため、流量測定には影響しない。

Table 2 に本手法による流量測定の測定範囲と精度を示す。従来は 1ml/min 以上では測定が困難であったが、本手法を用い、 ΔL を大きくすることにより 9 ml/min の流量を 0.8 ml/min の精度で測定できることがわかった。流量を大きくすると Δt は小さくなるが、そのために Δt の誤差の影響が相対的に大きくなってしまふ。一方、 ΔL を大きくすると、 Δt も大きくなるため、同じ流量でも誤差の影響が小さくなり、精度良い測定が可能となる。ただし ΔL を大

きくすると、温度マーカが到達する前に消えてしまひ、本実験では 0.3 ml/min のような極微量流量では測定が不可能であった。 ΔL を大きくするほど、微量流量域が測定不能となる。そのため温度変化も大きくする必要がある。

温度変化を大きくするためには加熱用光源の出力の強化、光源の波長の変更、検出光強度アップによる S/N の向上などが挙げられる。また、実験で観察された温度変化は数値解析の 5%程度 (1°C 弱) であった。これは数値解析では実験時に発生する光の損失を考慮していないからである。この損失が抑制できれば温度変化を大きくすることができる。

一方、精度を上げるためには Δt の誤差を減らす必要がある。 Δt の誤差の発生要因には温度マーカ形状、 ΔL の誤差や、ノイズ処理方法が挙げられる。本実験では ΔL の加工誤差を考慮したが、0.1 mm 以上精度で設定する必要がある。また、近似曲線の選択によって、精度は変化する。

Table 2 校正曲線から推定した精度

流量 Q [ml/min]	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
従来 L = 1.5 mm	0.1										
$\Delta L = 3.1$ mm	0.1	0.1	0.2	0.3							
$\Delta L = 6.3$ mm	0.2	0.1	0.2	0.3	0.3	0.5	0.5	1.5			
$\Delta L = 10.5$ mm	0.2	0.2	0.3	0.5	0.3	0.5	0.5	0.6	0.8	2.5	

6. 結言

近赤外光を用いて非接触で微量流量を測定する方法に関し、流量範囲の拡大、精度の向上を目指し、従来の 1 箇所での温度測定から 2 箇所での測定に変更した。その性能評価を行うと共に、数値解析により流路の温度分布を調査し、装置の課題を検討した。その結果、以下のことがわかった。

- ・ 従来は測定できなかった 1 ml/min 以上の流量を測定することができ、9 ml/min を ± 0.8 ml/min の精度で測定できることがわかった。測定範囲は 2 箇所の検出の間隔を変更することで選択することが可能となる。
- ・ 温度マーカは管中心部の温度が高く速度も速い。そのため平均流速よりも速い流れで移動する。
- ・ 測定範囲を拡大するためには、 ΔL を大きくすれば良いが、そのために温度変化も大きくする必要がある。
- ・ 精度を向上させるためには Δt の測定誤差を小さくする必要があり、 ΔL を精度良く設定することやノイズ処理方法を改善することが必要である。

参考文献

- [1] 桃木 秀幸, 有本 英伸, 角田 直人, 山田 幸生: 「近赤外光を用いた無侵襲温度測定」, 電気学会論文誌 C, Vol.124, No.9, pp. 1725-1730(2004)
- [2] 久保田 壮一, 山下 健作, 角田 直人, 有本 英伸, 落合 洋, 山田 幸生, 「近赤外光を用いた完全非接触型微量流量計の研究開発」, 第 43 回日本伝熱シンポジウム講演論文集, Vol.3, 791(2006)
- [3] 「伝熱工学資料 改訂第 4 版」, 日本機械学会(1986)