

# デジタルイメージプロセッシングによる水性二相系分離挙動の認識\*

三 島 健 司\*\*

Tanjina SHARMIN\*\*

相 田 卓\*\*

三 角 真\*\*\*

折 居 英 章\*\*\*\*

## Recognition of the phase separation of aqueous two-phase system using digital imaging processing

Kenji MISHIMA\*\*, Tanjina SHARMIN\*\*, Taku AIDA\*\*, Makoto MISUMI\*\*\*, Hideaki ORII\*\*\*\*

### Abstract

Digital image processing was used to recognize the phase separation of chemical process. The aqueous two-phase system, which was expected as hygienic alternatives for traditional organic-water solvent extraction systems, was selected as the model system including polymer phase separation. PEG(1)-K<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub>(2)-water(3) aqueous two-phase system was used for image recognition. Subtraction processing was performed on a moving picture shot of how the sample changed. The difference between the initial image and the aging image was evaluated. This digital image processing gave the recognition of the phase separation of PEG(1)-K<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub>(2)-water(3) aqueous two-phase system.

**Key Words** : Imaging Process, Phase Separation, Measurement of Image, Aqueous Two-Phase System

### 1. 緒言

化学プラントにおいて、分離プロセスは全体の70%以上を占める重要なプロセスである。プロセス全体のコスト削減は、化学プラントの重要な課題の一つである。また、化学プラントにおけるオペレータの人件費は高額であり、自動化による人件費削減は、プロセス全体の最適化の観点からも考慮すべき項目となっている。エンジニアの人件費を考慮して、プロセスの自動化が望まれている。相分離プロセスは、分離精製によく利用されるが、相分離の判定は、エンジニアの経験に頼るところが多い。相分離プロセスを、人工知能や画像認識技術により自動

化する方法の開発が望まれている。

そこで本研究では、プラントのより効率的な操作を目的に、相分離現象を画像減算の画像処理により認識する方法を実験的に検討した。

### 2. 実験方法

#### 2.1 実験条件

本研究では、マグネチックスターラーにより攪拌した一相状態のサンプルが、時間経過により二相に相分離する様子を撮影し、PCにて映像の処理を行うことにより相分離の判定を試みた。動画の撮影には、WEBカメラ(Logicool HD1080p)を用い、30FPSにて撮影を行った。相分離の変化以外の外因を削除するために、撮影は暗室内で単一光源を照射した状態で行った。映像の処理については2.2項において述べる。また、用いた相分離系については、2.3項において述べる。

\* 平成30年10月31日受付

\*\* 化学システム工学科

\*\*\* 電子情報工学科

\*\*\*\* 電気工学科

## 2.2 映像の処理

サンプルの相分離終了点を PC が判定できるようにするために、撮影した画像には減算処理を行った。PC に動画を読み込ませ、初期画像と経時画像との差分を取った。差分には正方向と負方向が両方存在するため、絶対値を取ることでより大きさのみで判定を行った。次に、画像全体としての変化量を出すために、絶対値によって出た値の平均値を計算した。最後に、出力された初期画像と経時画像の変化量を微分してグラフ化することによって、変化量が減少していく様子を確認した。実際に使用したプログラムを Fig. 1 に記す。Fig. 1 のプログラムでは、平均値を算出するところまでを行い、動画を画像として 1 枚ずつ読み込み、減算処理を行っている。使用している言語は python でエディタは Atom を使用して実行した。Atom エディタのプログラムで動画を処理した後、数値データをエクセルへ出力した。出力された数値は、それぞれ一つ前の数値との差をとられ、微分されることによりグラフ化された。Atom エディタにて作成したプログラムからエクセルに数値データ (csv 形式) を出力するために、次のバッチプログラムコードを使用した。

```
python %1 > ファイル名 .csv
```

このプログラムコードによって、Atom エディタで python にて作成したプログラムをエクセルに数値データ (csv 形式) として出力した。出力された数値データをエクセルにて処理し、経時画像数 (1/30 sec) を横軸に、初期画像と経時画像との差分を時間微分した値を縦軸にとり、グラフ化を行った。

## 2.3 相分離系

本実験では、高分子を含む相分離系として、水性二相分配系を選定した。水性二相分配系は、Albertsson により開発され、親水性高分子、電解質などを構成物質とし、上下相共に、70~90 % 程度が水から成る生化学的に温和な環境の精製法として期待されている。水性二相分配の系としては、様々なものが報告されているが、一般にはある種の水溶性高分子を少量溶解することにより、上相と下相の二液相に分離し、2 相系を形成する。

本研究では、水性二相分配系の中で、水溶性高分子であるポリエチレングリコール (PEG) と電解質であるリン酸水素二カリウム ( $K_2HPO_4$ ) を含む水溶液 PEG(1)- $K_2HPO_4$  系 (2) - 水 (3) 系の水性二相系を使用した。PEG(1)- $K_2HPO_4$  系 (2) - 水 (3) 系の相分離においては、上相には PEG (ポリマー) が多く含まれ、下相には  $K_2HPO_4$  (電解質) が多く含まれる相になる。25°C における PEG(1)- $K_2HPO_4$  系 (2) - 水 (3) 系の相分離組成データを Table1 に示す。

PEG の高濃度領域が上相で、 $K_2HPO_4$  の高濃度領域が下相である。それぞれの組成を結んだものがタイラインであり、相分離の一相状態と二相状態の境界がクラウドポイントである。クラウドポイントより外側では均一相になり、クラウドポイントより内側は二相に分離する。一定の温度と圧力における液液平衡においては、上相 (TOP) と下相 (BOT) に分配する成分  $i$  の化学ポテンシャル  $\Delta\mu_i$  は等しい。式とすると、

$$\Delta\mu_i^{TOP} = \Delta\mu_i^{BOT}; i = 1, 2, \dots, n \quad (1)$$

が成り立つ。また、 $\Delta\mu$  においてビリアル展開を行うと、以下の式が得られる。

$$\Delta\mu_1 = RT(\ln m_1 + a_{11}m_1 + a_{12}m_2) \quad (2)$$

$$\Delta\mu_2 = RT(\ln m_2 + a_{22}m_2 + a_{12}m_1) \quad (3)$$

$$\Delta\mu_1 = RTV_3\rho_3 \left( m_1 + m_2 + \frac{a_{11}}{2}(m_1)^2 + \frac{a_{22}}{2}(m_2)^2 + a_{12}m_1m_2 \right) \quad (4)$$

ここで、 $R$  は気体定数、 $T$  はケルビン温度、 $V$  は水のモル体積、 $\rho$  は水の密度、 $m_i$  は  $i$  成分の重量モル濃度 (mol/kg-water)、 $a_{ij}$  はその成分間の相互作用パラメータである。したがって、相互作用パラメータ  $a_{ij}$  が与えられれば、式 (1) ~ (4) より水性二相系液液平衡、すなわち 3 成分系液液平衡が計算できる。

## 3. 実験結果

Table1 に示す組成にて、相全体を振とうし、混合後、相分離が達成するまで経時変化の様子を観察した。減算処理により作成されたグラフと目視との差を比較するために、まず目視による観察を行った。目視による観察の結果、2 sec のときには一相であった溶液が、200 sec のときには分離が開始され、600 sec では完全に二相になっていることが確認された。

次に画像処理技術を用いて、画像毎の差分を取った。画像処理のノイズを除去するために、画像から得られた数値データから、MEDIAN をとった、差分の経時変化を Fig. 3 に示す。Fig. 3 より、0 sec から 600 sec までの間は変化量が大きく、600 sec を過ぎてからは差分が 0 に収束していることが分かる。プロットの位置にバラつきがあるのは、相分離の様子を画像全体の平均値としているため、差分の経時変化の速度が一定ではないからである。Fig. 3 のグラフから、一相から二相になるまでの 600 sec までの相変化を、数値的に変化量の大きさを示すことができていることが分かる。これは、目視で

確認した完全に二相に分かれるまでの時間と一致している。また、その後二相に分かれてからは、プロット変化のバラつきが少なく安定していることも Fig. 3 から確認できる。これらより、差分の変化量が 0 近くになったときに二相分離であり、相分離完了の決定を数値化できたことが分かる。

#### 4. おわりに

プラント操作のより高度な自動化を目的に、高分子を含む系として PEG (1)-  $K_2HPO_4$ (2)- 水 (3) の水性二相分配系を対象として、相分離現象を画像減算の画像処理により認識する方法を実験的に検討した。動画データより、グレースケールにおいて、初期画像と経時画像との差分を時間微分した値の変化から、相分離完了時刻を決定できた。この検討により、化学プラントに相分離操作に対して、分離完了を測定動画の画像処理により自動的に特定できる可能性が示された。

```
import cv2
import numpy as np

#動画ファイルの読み込み
cap = cv2.VideoCapture("動画ファイル名")
ret, frame1 = cap.read()
#グレースケール空間へ変換
gray1 = cv2.cvtColor(frame1,
cv2.COLOR_BGR2GRAY)[:,:]
#1 フレーム毎の読み込み

count=1

while(True):
#range で指定したフレーム分飛ばす
for I in range(0,1):
    count=count+1
    ret, frame2 = cap.read()
if ret!=True:
    break
```

#### 参考文献

- 1) 三島健司ら, 化学工学論文集, 第 19 巻, 第 6 号, 1171-1177(1993)
- 2) 三島健司ら, 化学工学金沢大会要旨集 (2017)
- 3) Hamta, Afshin; Reza Dehghani, Mohammad "Application of polyethylene glycol based aqueous two-phase systems for extraction of heavy metals". Journal of Molecular Liquids. 231: 20–24. (2017).

```
gray2 = cv2.cvtColor(frame2,
cv2.COLOR_BGR2GRAY)[:,:]

#初期画像-各フレームの画像
img1=np.array(gray1,np.float32)
img2=np.array(gray2,np.float32)
img3=np.abs(img1-img2)#絶対値をとる
err=np.mean(np.abs(img3))#平均値をとる
print(str(int(count))+','+str(err))

frame3=np.array(img3,np.uint8)

#終了
if cv2.waitKey(1) & 0xFF == ord('a'):
    break
cap.release()
cv2.destroyAllWindows()
```

Fig. 1 画像処理プログラム

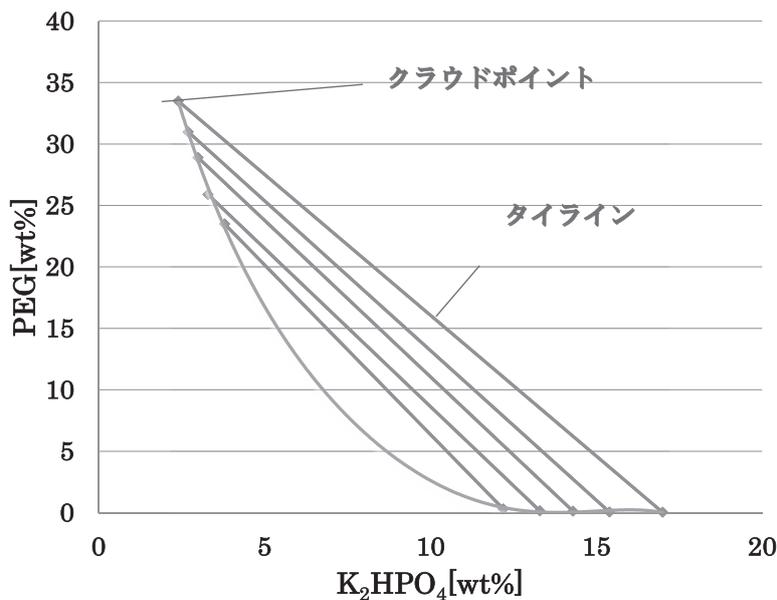


Fig. 2 PEG(1)-K<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub>系(2)-水(3)系の相分離データ

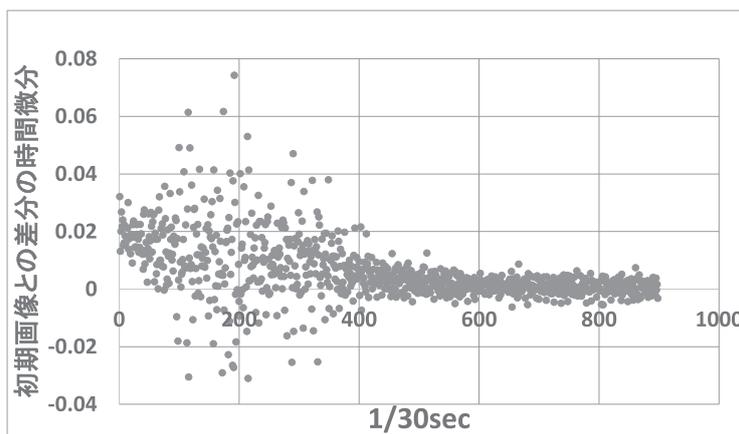


Fig. 3 画像処理技術を用いた時間ごとの差分の変化

Table 1 PEG(1)-K<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub>系(2)-水(3)系における 25℃での相分離液液平衡組成

Tie-line No.	W <sup>TOP</sup> [wt%]			W <sup>BOT</sup> [wt%]		
	1	2	3	1	2	3
1	33.5	2.4	64.1	0.039	17.0	83.0
2	31.0	2.7	66.3	0.058	15.4	84.5
3	28.9	3.0	68.1	0.130	14.3	85.6
4	25.9	3.3	70.8	0.157	13.3	86.5
5	23.5	3.8	72.7	0.310	12.2	87.5
6	19.5	4.8	75.7	0.935	11.3	87.8

TOP、BOTとはそれぞれ上相、下相における組成比である。また、PEG、K<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub>、水=1、2、3である。