

# サブミクロン蛍光粒子を用いた微小空間における流れ場計測

学籍番号 80021240 稲葉靖二郎 指導教員 前田昌信

## 1. 緒 言

微小空間内における流体現象を利用して、微小試料の分離・混合等をチップ上で効果的に行う Lab-on-a-chip や  $\mu$ -TAS の研究が盛んに行われている<sup>[1]</sup>。その内部において、流体や物質は電気浸透・電気泳動などの界面動電現象により駆動され、流れは制御される。これらマイクロ流体デバイスの更なる高性能化のためには、制御され時間的に変化する流れを詳細に捉える必要がある。

微小空間の速度計測手法として顕微鏡を用いた粒子画像流速計(micro-PIV<sup>[2]</sup>)が存在する。しかし、上述した流れ場計測を micro-PIV で行うには 2 つの問題点がある。トレーサ粒子(直径数百 nm)のブラウン運動による計測誤差を時間平均操作で取り除くため、非定常流の計測が難しい。また、界面動電現象による流れ場でトレーサ粒子は電気泳動により力を受けるため、流体自身の速度計測が難しい。

本研究ではサブミクロン蛍光粒子を用いて、時間分解能を低下させずに微小空間の速度分布計測を行う手法、さらに、界面動電現象による流れ場の速度分布を定量的に計測する手法の開発を行う。

## 2. SAT-PTV 法

**2.1 計測原理** 微小空間において、粒子画像による速度計測には直径数百 nm(サブミクロン)のトレーサ粒子が必要となる。トレーサ粒子が非常に小さいため、粒子のブラウン運動が顕著となり、速度検出に影響を与える。

ブラウン運動は偏りのないランダムな運動のため、速度ベクトルの時間または空間に基づく平均操作で影響を取り除くことができる。特性時間を長く取った時間平均は、ブラウン運動の影響を取り除くことが可能だが、時間分解能の低下をもたらす。一方、空間平均は、時間分解能の低下を防ぐことができるが、PIV により求めた速度ベクトルを単純に空間平均すると、空間分解能の低下をもたらす。

そこで本研究では、図 1 に示すように粒子追跡法(PTV)により各粒子の速度を計測して速度情報を増加させた後、PIV の探索窓と同様の大きさの領域で局所的に空間平均を行う SAT-PTV(Spatial Averaged Time-resolved Particle Tracking Velocimetry)を提案する。SAT-PTV は、時空間分解能の低下を避けながら、ブラウン運動が速度検出に与える影響を取り除くことが可能なため、時間平均操作を行った PIV では捉えきれない流れ場の速度変化を計測できる。

**2.2 シミュレーション画像による性能評価** ブラウン運動と焦平面外での粒子像のぼやけを組み込んだ粒子画像(粒子径 400 nm)をモンテカルロ法により作成した。流れ場として、一様流と速度勾配を有する流れの 2 種類の粒子画像を作成し、SAT-PTV の性能評価を行った。

一様流における探索窓内の粒子数とブラウン運動による計測誤差の関係を図 2(a)に示す。計測誤差とは流体の流れ方向の既知である移動量と計測された移動量の差のことである。探索窓内の粒子数の増加に伴い、計測誤差が減少している。時間平均 PIV の計測誤差は PIV, SAT-PTV の誤差より小さい。これは時間平均 PIV が粒子画像 10 枚分の豊富な情報を含むためである。瞬時の速度計測に関して比較すると、SAT-PTV の計測誤差が PIV より常に抑えられ、特に探索窓内に粒子数が 10 個以下のときは、SAT-PTV が PIV より 20% 以上誤差を低減していることが判る。

速度勾配を有する流れ場において、速度勾配の大きさとブラウン運動による計測誤差の関係を図 2(b)に示す。探索窓の大きさは  $40 \times 40$  pixels に設定した。時間平均 PIV の誤差は小さく抑えられているが速度勾配が大きくなるにつれ計測誤差は増大した。瞬時の速度計測に注目すると、PIV に比べ SAT-PTV の誤差は安定して低く抑えられている。SAT-PTV は壁近傍のような速度勾配の大きい流れ場の計測に適していることが確認された。

## 3. 計測システム

顕微鏡を用いた計測装置を図 3 に示す。トレーサ粒子には直径サブミクロンの表 1 に示すような蛍光色素を含むポリスチレン粒子を使用し、光源に連続光の水銀ランプを用いた。フィルタによりトレーサ粒子に含まれる蛍光剤の吸収波長(468 nm)の光を流路に照射し、もう一方のフィルタで入射光を除去してトレーサ粒子からの発光(508 nm)を観測した。顕微鏡上部に設置された  $494 \text{ pixels} \times 656 \text{ pixels} \times 12 \text{ bits}$  の冷却式 CCD カメラによりフレーム間隔 37 ms で撮像を行った。流路の温度を一定に保つために、観察台の上に恒温プレートを設置し、293 K に設定した。対物レンズは倍率が 60 倍で、被写界深度の浅い油浸対物レンズを使用した。奥行き方向の測定体積は Meinhart の定義した式<sup>[3]</sup>を用いて、粒子径 200, 400, 1000 nm において、 $1.8, 2.5, 4.5 \mu\text{m}$  と求まった。

## 4. 圧力駆動による流れ場計測

**4.1 実験流路および実験方法** フォトトレジスト(SU-8)とガラスを用いて、フォトリソグラフ法によりガラス基板上に長さ 35 mm, 幅 100  $\mu\text{m}$ , 深さ 45  $\mu\text{m}$  のマイクロチャネルを作製した(図 4)。流路入口と出口の水面差により定常流を、電気力を利用した EK ポンプ(Electro-kinetic pump)により脈動流を発生させた。

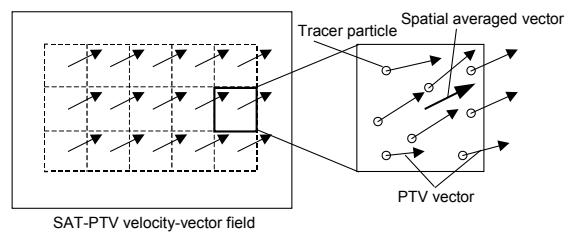


Fig. 1. Schematic of SAT-PTV method.

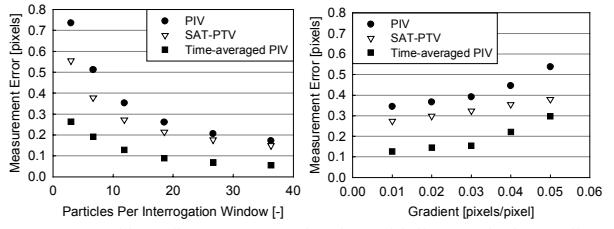


Fig. 2. Performance of SAT-PTV investigated using synthetic particle images. ( $d_p=400\text{nm}$ ).

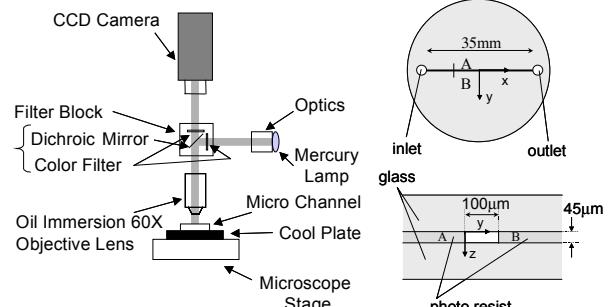


Fig. 3. Schematic of measurement system using a microscope.

Table 1. Properties of fluorescent particles

diameter of particles	200, 400, 1000nm
absorption wavelength	468nm
emission wavelength	508nm
density	1.05g/cm <sup>3</sup>

Fig. 4. Schematic of microchannel.

**4.2 定常流** イオン交換水にトレーサ粒子を混入し、マイクロチャネル内に注入した。トレーサ粒子には直径 200, 400, 1000 nm を選定した。流れを定常状態にしたところ、 $Re = 5 \times 10^{-3}$  であった。SAT-PTV 法により探索窓内における粒子の平均移動距離と各粒子の移動距離の差である変動成分を求めるとき、図 5 に示すように理論的に求まるブラウン運動の平均移動距離と一致した。SAT-PTV 法を用いることで、粒子のブラウン運動による移動量が、空間平均の際に取り除かれることが示している。

直径 400 nm のトレーサ粒子を用いたときの SAT-PTV により計測された瞬時の速度ベクトル分布を図 6 に、探索窓内で空間平均した速度ベクトルの確率密度分布を図 7 に示す。探索窓の大きさは  $10.0 \times 10.0 \mu\text{m}$  ( $60 \times 60$  pixels) である。探索窓内で平均 13 個の PTV 速度ベクトルが空間平均されている。シミュレーション画像の結果(図 2 (a))から、ブラウン運動が速度検出に与える影響が低減されていると判断できる。

**4.3 脈動流** マイクロチャネルの入口付近に 2 つの電極を配置することで EK ポンプを製作した。周期的に電圧を印加することで、5 Hz の脈動流を発生させ、画像フレーム間隔 37 ms で計測を行った。SAT-PTV により計測されたマイクロチャネル中心の速度ベクトル分布を図 8 に示す。流路中心の 1 点の速度ベクトルを時系列で観測したところ 5 Hz の速度変化を示していた。SAT-PTV によりブラウン運動の影響を抑えた速度ベクトルが時系列で計測できることが確認された。

## 5. 界面動電現象による流れ場計測

**5.1 電気泳動による粒子速度計測** 界面動電現象による流れ場の速度計測に、粒子を用いて micro-PIV 計測を行った。界面動電現象による流れ場において、粒子の見かけの速度は電気浸透流と電気泳動の合成されたものである。流体の速度を求めるためには、電界によって移動する粒子の速度を見積もっておく必要がある。電気泳動による粒子速度を調べるために、密閉されたセル内の粒子速度を計測した。

両端の白金電極に印加した電圧による電界( $10 \text{ V/cm}$ )で電気浸透流を発生させた。直径 400 nm の粒子を用いて micro-PIV で計測した定常状態における密閉セル内の粒子の平均速度分布(電気泳動と電気浸透流による合成速度)を図 9 に示す。電気泳動による粒子速度  $u_{ep}$  は森・岡本の式<sup>[4]</sup>を用いて、陽極側へ  $36.2 \mu\text{m/s}$  であることが求められた。

**5.2 電気浸透流の速度分布計測** PDMS とガラスで製作した(図 10), 全長 35 mm, 幅 100  $\mu\text{m}$ , 深さ 30  $\mu\text{m}$  のマイクロチャネル内の電気浸透流の速度分布計測を行った。

流路両端の白金電極に電圧を印加し  $10 \text{ V/cm}$  の電界による電気浸透流を発生させた定常状態の流れを対象としたため、micro-PIV で計測した結果を 100 枚で時間平均して、トレーサ粒子のブラウン運動による影響から生じる誤差を取り除いた。micro-PIV で計測された速度から前節で求めた電気泳動による粒子速度を差し引くことで電気浸透流の速度とした。

流路上部  $z = 1 \mu\text{m}$ , 中心  $z = 15 \mu\text{m}$ , 下部  $z = 29 \mu\text{m}$  の  $x$ - $y$  平面において計測した電気浸透流の速度分布を Fig. 11 に示す( $Re = 7 \times 10^{-3}$ )。Fig. 11 (ii)を見ると流路中心では、わずかに逆放物線の形状が観察された。これは壁面近傍で駆動力が生じていることに起因する。Fig. 11 (i), (iii) に示される流路壁面近傍における流速分布は、栓流に近い形状を示した。Fig. 11 に示された電気浸透流の流速分布は過去に報告された結果<sup>[5]</sup>と同様の形状をしており、本手法による電気浸透流の速度分布計測の妥当性が示された。

## 6. 結 言

1 組の粒子画像からブラウン運動が速度検出に与える影響を取り除くことができる SAT-PTV 法を提案した。シミュレーション画像で検証し、実流動場に適用したところ、時系列で微小空間における速度分布計測が可能であることが確認された。

粒子画像流速計により計測された速度分布から、電気泳動による粒子速度を差し引くことで、電気浸透流を定量的に計測する手法を提案した。計測された速度分布は、栓流に近い形状をしており、本手法の妥当性が示された。

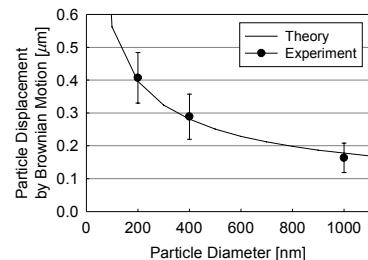


Fig. 5. Averaged particle displacement between mean particle displacement and each particle one.

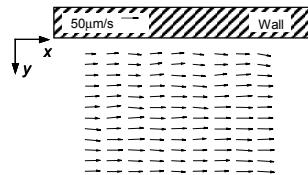


Fig. 6. Velocity-vector field measured

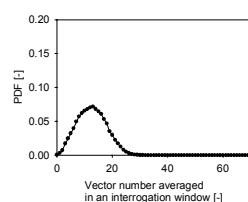
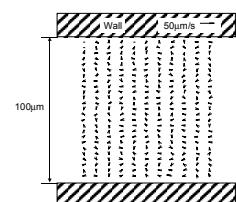
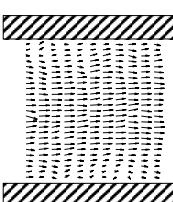


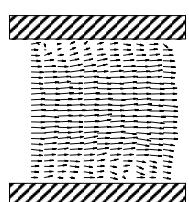
Fig. 7. Vector number averaged in an interrogation window.



(a)  $t = 0 \text{ ms}$



(b)  $t = 37 \text{ ms}$



(c)  $t = 74 \text{ ms}$

Fig. 8. Sequential velocity-vector fields of pulsating flow in time-series ( $d_p = 400 \text{ nm}$ ).

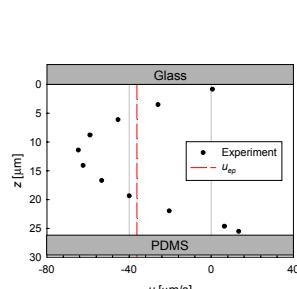


Fig. 9. Velocity profile in a closed cell.

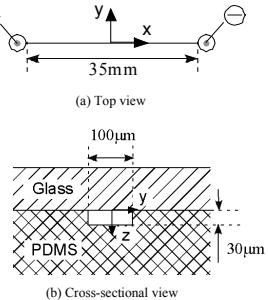


Fig. 10. Microchannel.

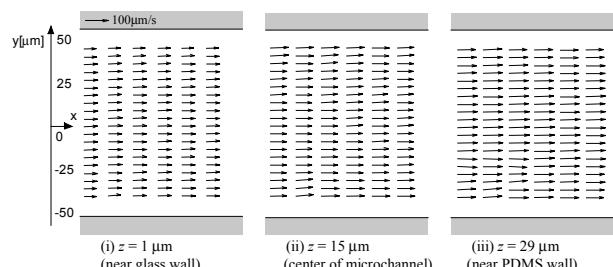


Fig. 11. Velocity-vector fields in the electroosmotic flow at the different planes in the  $z$ -direction.

## 参考文献

- [1]マイクロ化学分析システム(μ-TAS)調査専門委員会、電気学会技術報告、812(2000)。
- [2]Santiago, J. G., ほか 4 名, *Exp. in Fluids*, **25**(1998), 316.
- [3]Meinhart, C. D., ほか 2 名, *Mea. Sci. Tech.*, **11**(2000), 809.
- [4]森, ほか 1 名, 浮選, **27-3**(1980), 117.
- [5]Taylor, J. A., ほか 1 名, *Anal. Chem.* **65**(1993), 2928.