

レーザ回折・散乱法を用いたウルトラファインバブルの個数濃度測定と 粒子トラッキング解析法による測定結果との比較

Measurement of number concentration of ultrafine bubbles using laser diffraction method
and comparison with particle tracking analysis method

○小林秀彰(IDECC), 前田重雄(IDECC), 西原一寛(IDECC), 藤田俊弘(IDECC),

丸山充(島津製作所), 島岡治夫(島津製作所)

○KOBAYASHI Hideaki, MAEDA Shigeo, NISHIHARA Ikkan, FUJITA Toshihiro, MARUYAMA Mitsuru, SHIMAOKA Haruo

Abstract For promoting industrial applications of ultrafine bubbles, it is essential to establish the evaluation method of the characteristics quantitatively. We have measured the size and number concentration of ultrafine bubbles generated by GALF system using five types of ten measuring instruments from around 2009. Although number concentration measurement using laser diffraction method has been challenging, recent improvements in technique have extended its usefulness. In this study we measured the number concentration of ultrafine bubbles using laser diffraction method and compared the result with a measurement using particle tracking analysis method, performed on the same samples. We found that the number concentration of ultrafine bubbles was quite similar as determined by either method. Therefore, it was confirmed that laser diffraction method can be used for measuring number concentration of ultrafine bubbles.

Keywords: Ultrafine bubbles, Laser diffraction method, Particle tracking analysis method, ultrafineGALF, Number concentration

1. 緒言

ウルトラファインバブル (Ultrafine bubble: UFB) は食品への香り付与・半導体洗浄・植物育成・太陽電池製造など幅広い分野で効果をもたらすことが報告されており、今後応用研究が期待されている[1][2]. UFB の産業応用を進めるためには、特性を定量的に評価する手法が必要不可欠である。

当社はこれまで高精度測定技術の確立に向けた検討を行ってきた。2009年頃より GALF (Gas Liquid Form) システムにより生成した UFB の測定を 5 種類 10 台の異なる計測装置を用いて行うことで、直径 100~200 nm 程度で UFB が存在することを定量的に明らかにした。

UFB の個数濃度計測に関しては、粒子トラッキング解析法を用いることで 1 mL あたり 1×10^9 個以上の UFB が存在することを確認している。また電気抵抗ナノパルス法を用いて測定を行い、粒子トラッキング解析法による結果と正の相関があることを明らかにした[3]. 2012年にレーザ回折・散乱法による個数濃度計測の可能性について、粒子トラッキング解析法による個数濃度とレーザ回折・散乱法による散乱光強度の関係を導出することにより検討を行った。個数濃度と散乱光強度は正の相関があることを確認しており、レーザ回折・散乱法による個数濃度計測の可能性を示唆した[4].

本研究では、レーザ回折・散乱法を用いて異なる濃度に調整した複数の UFB 水の個数濃度計測を行い、粒子トラッキング解析法による同一サンプルの測定結果との比較を行った。レーザ回折・散乱法はこれまで個数濃度計測が難しいとされてきたが、近年手法を改良することで可能になった[5]. Table 1 にレーザ回折・散乱法および粒子トラッキング解析法のファインバブル測定における比較を示す。レーザ回折・散乱法は、粒子径、個数濃度の計測範囲が幅広くかつ前処理を行う必要がないため、測定技術が確立されればファインバブルの測定方式として非常に有効である。

Table 1 Comparison of measurement methods of fine bubbles

	Measurement methods	
	Laser diffraction	Particle tracking analysis
Measurable size (nm)	80~100,000	30~1000
Measurable number concentration (/mL)	$10^5 \sim 10^{10}$	$10^7 \sim 10^9$
Quantity of sample (mL)	7	0.5
Necessary pretreatment	No need	No need

2. 測定原理

レーザ回折・散乱法は粒子から発せられる散乱光強度の角度依存性を利用する。大きな粒子からの散乱光は前方に集中し、小さな粒子からの散乱光は側方や後方にも広がるため、散乱光強度のパターンから粒子径を求めることができる。今回 UFB の径分布測定には島津製作所製ファインバブル径測定システム SALD-7500X10 を用いた。Fig. 1 は SALD-7500X10 の測定部の構成図である。

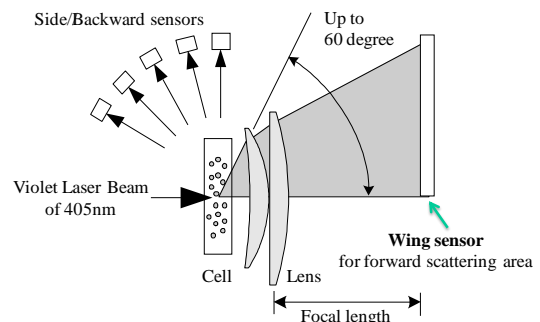


Fig. 1 Schematic image of laser diffraction measurement system for fine bubbles.

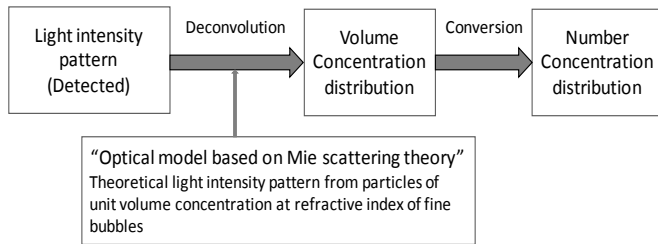


Fig. 2 Data processing of quantitative laser diffraction method about fine bubbles measurement.

Fig. 1 に示す通り、セル中のファインバブルにレーザー光が照射されることで散乱された光はレンズによって集光され、散乱角度に依存した光強度分布パターンを結像する。光強度分布パターンを複数の検出素子から構成される前方散乱光センサおよび側方・後方散乱光センサで検出し、解析することによってファインバブル径分布（バブル径と個数濃度）を求める。

レーザー回折・散乱法によるファインバブルの個数濃度を導出する手法を Fig. 2 に示した。従来のレーザー回折・散乱法では全体を 100 % とする相対バブル量しか求めることができなかったが、現在では粒子径と濃度が既知である標準粒子を用い校正と Mie 散乱理論に基づく補正を組み合わせ測定条件を最適化することで、個数濃度としてバブル量を求めることが可能になった。

3. 実験方法

実験に使用する UFB は IDEC 製 ultrafineGALF を用いて生成した。条件を調整することにより個数濃度の異なる 3 種類の UFB 水 (Sample A, B, C) を用意した。原料水としてはバックグラウンドとして検出される粒子数をできるだけ少なくするため超純水 (Milli-Q 水) を使い、バブルを生成するためのガスとしては空気を用いた。作製した UFB 水を SALD-7500X10 を用いて計測し、径分布および個数濃度を算出した。

さらに粒子トラッキング解析法を原理とした NanoSight 製 NS500 を用いて同一サンプルの測定を行い、レーザー回折・散乱法と粒子トラッキング解析法の径分布および個数濃度の比較を行った。粒子トラッキング解析法は、液中を浮遊する UFB にレーザー光を水平照射することで側方散乱光を検出し、動画上で認識された全ての UFB をトラッキングする。トラッキングされた UFB のブラウン運動速度から粒子径、個数濃度を計測する手法で、先駆的な方法により UFB 測定に頻繁に用いられてきた[3]。

4. 実験結果および考察

Fig. 3 は生成した各サンプルをレーザー回折・散乱法を用いて測定した UFB 径分布である。縦軸は 1 mL あたりに含まれる個数濃度を示している。Fig. 4 は同一サンプルの粒子トラッキング解析法による UFB 径分布で、縦軸は 1 mL あたりに含まれる個数濃度を粒子径 1 nm 単位で表している。Fig. 3 および Fig. 4 より、両手法で計測された UFB 径分布はどちらも直径 100~200 nm 程度で、縦軸の個数濃度に関して正の相関があることがわかった。

Table 2 はレーザー回折・散乱法および粒子トラッキング解析法による総個数濃度を比較した図である。総個数濃度の単位は E8 個/mL で表している。総個数濃度の値はほぼ一致しており、レーザー回折・散乱法による UFB の個数濃度の計測が可能であることが分かった。

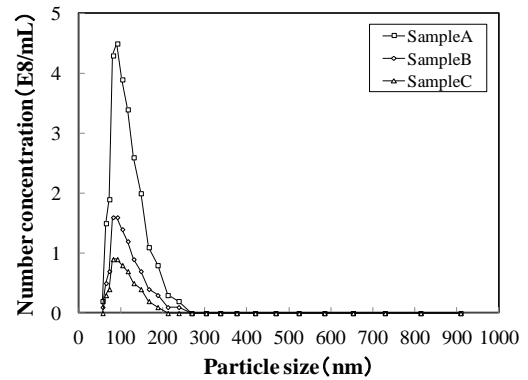


Fig. 3 Number concentration distribution of UFBs measured by particle tracking analysis method.

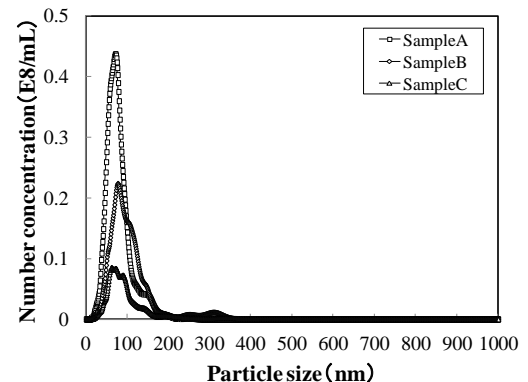


Fig. 4 Number concentration distribution of UFBs measured by particle tracking analysis method.

Table 2 Total number concentration of UFBs measured by laser diffraction method and particle tracking analysis method

	Sample A (E8/mL)	Sample B (E8/mL)	Sample C (E8/mL)
Laser diffraction (SALD-7500X10)	26.7	9.7	5.5
Particle tracking analysis (NanoSight NS500)	23.5	16.7	12.2

5. 結言

レーザー回折・散乱法を用いて異なる個数濃度に調整した UFB 水の測定を行い、径分布および個数濃度に関して粒子トラッキング解析法による同一サンプルの測定結果との比較を行った。UFB 径分布および個数濃度ともに両手法による結果はほぼ一致しており、レーザー回折・散乱法はファインバブルの測定に有効であることが示された。

参考文献

- [1] 柏雅一ほか, 日本混相流学会年会講演会 2012 講演論文集, pp. 180-181 (2012).
- [2] 小林秀彰ほか, 日本混相流学会年会講演会 2014 講演論文集, D132 (2014).
- [3] 前田重雄ほか, 日本混相流学会年会講演会 2014 講演論文集, D122 (2014).
- [4] 小林秀彰ほか, 日本混相流学会年会講演会 2012 講演論文集, pp. 38-39 (2012).
- [5] Totoki, S. et al., Journal of Pharmaceutical Sciences, Vol. 104, 618-626 (2015).