

# MEMS デバイスを用いた共振式質量測定法によるウルトラファインバブルと固体粒子との識別

Identification of ultrafine bubbles and solid particles by resonant mass measurement method using MEMS device

○小林 秀彰(IDECC) , 柏 雅一(IDECC), 前田 重雄(IDECC), 西原 一寛(IDECC), 藤田 俊弘(IDECC),

Lisa Newey-Keane (Malvern Instruments), Jim Fatkin (Malvern Instruments)

○KOBAYASHI Hideaki, KASHIWA Masakazu, MAEDA Shigeo, NISHIHARA Ikkan, FUJITA Toshihiro, NEWEY-KEANE Lisa, FATKIN Jim

**Abstract** Various methods have been used to measure the particle size and number density of ultrafine bubbles generated by the ultrafine bubble generator, ultrafineGALF. The presence of particles with diameters of about 100 to 200 nm was indicated by every method that we used before. However, conventional measurement methods using light scattering do not distinguish dust particles from bubbles. On the other hand, resonant mass measurement method is capable of distinguishing positively buoyant particles (bubbles) from negatively buoyant particles. In addition, the results from the resonant mass measurement method have a moderate correlation between the mode diameter results with particle size distribution measured by other 5 types of 10 measuring instruments.

**Keywords:** Ultrafine bubble, GALF, Resonant mass measurement, MEMS, Positively buoyant

## 1. 緒言

GALF 方式は、管路断面積の増減作用により、気体吸引による気液混合、気体の液体への加圧溶解、減圧による溶解気体析出を行い、微細気泡を生成させる方法である[1]。

ウルトラファインバブル (Ultrafine bubble: UFB) は、直径 1 μm 以下の超微細気泡で、食品への香り付与・化学合成・半導体洗浄・植物育成など幅広い分野での応用研究が期待されている[2]。

当社は、2009 年頃より多様な原理を用いて GALF 方式により生成した UFB の測定を行ってきた[3][4]。昨今では、UFB 生成装置の構造最適化による数密度の増加および計測技術の進歩により、5 種類 10 台の異なる計測装置で UFB を測定することが可能になり、概ね 100~200 nm 程度の直径で 1mL あたり  $1 \times 10^8$  個以上存在することが明らかにした[5]。しかし、光散乱を用いた計測法では固体粒子とバブルとを識別できなかった。本研究では、正の浮力を持つ粒子と負の浮力を持つ粒子を識別可能な共振式質量測定 (Resonant mass measurement: RMM) 法を用いて、UFB と固体粒子の識別を行った。

## 2. 共振式質量測定法

共振式質量測定法は、Fig. 1 に示すように Micro Electro-Mechanical Systems (MEMS) 技術によりマイクロ流体チャンネルおよびセンサが共振式カンチレバー上に形成されており、微粒子 1 つずつを検出することで測定する手法である。カンチレバー先端に粒子が到達した際の共振周波数の変化をセンサで検出して、粒子径と質量、およびその分布を測定する[6]。

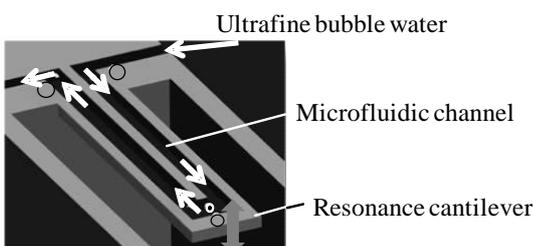


Fig. 1 Principle of RMM method using MEMS device

Fig. 2 (a) のように、これまでの粒子径計測装置はレーザによる散乱光や回折光を計測する原理であるため、固体粒子とバブルとを識別することは難しかった。Fig. 2 (b) に示した共振式質量測定法では、カンチレバー先端に比重が液体よりも大きい粒子が到達すると、固体粒子の重みによりカンチレバーの共振周波数が低周波側にシフトする。一方、液体よりも比重が小さい粒子 (UFB) がカンチレバー先端に到達すると、共振周波数が高周波側にシフトする。そのため、正の浮力をもつ粒子 (UFB) と負の浮力をもつ粒子 (固体粒子) を識別することが可能である。

		Negatively buoyant particle	Positively buoyant particle
(a)	Light scattering (Conventional methods)		
	Frequency shift (RMM method)		
(b)	Pulse generation (RMM method)		

Fig. 2 Comparison of conventional particle size measurement methods (a) and resonant mass measurement method (b)

### 3. 実験方法

UFB 水の生成に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低くするために純水を用いた。生成装置は IDEC 社製の ultrafineGALF を使用し、UFB を生成するための気体としては空気を用いた。計測に用いた共振式質量測定法の装置は Affinity Biosensors 社製で Malvern Instruments 社から販売されている Archimedes である。

また、ultrafineGALF により生成した複数の数密度が異なる UFB 水を、5 種類 10 台の異なる計測装置を用いて測定を行った。計測された UFB 径に関して、共振式質量測定法との相関性を検証した。

### 4. 実験結果および考察

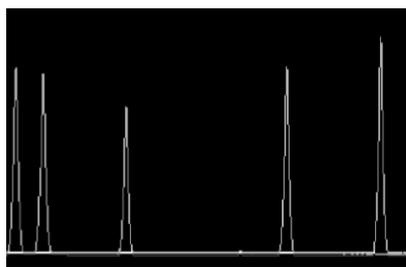
ultrafineGALF により生成した UFB 水を共振式質量測定法により計測した結果を Fig. 3-4 に示す。Fig. 3、Fig. 4 は、各々正の浮力を持つ粒子 (UFB)、負の浮力を持つ粒子 (固体粒子) の計測結果である。Fig. 3 より UFB が存在することが明らかとなり、なおかつ UFB の直径が 100~200 nm と計測された。

Fig. 5 は ultrafineGALF で生成した UFB 水を 5 種類 10 台の異なる計測装置で測定したモード径の結果である。いずれの装置においても 100~200 nm 程度と計測され、計測された UFB 径に関して相関性が得られた[5]。

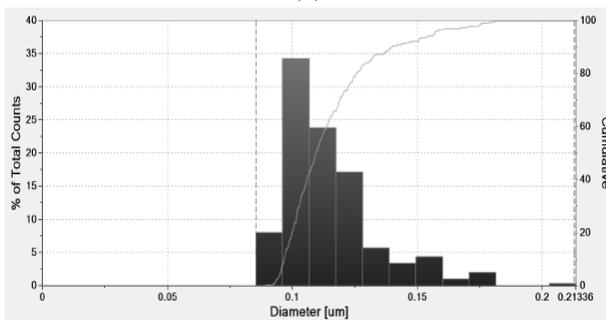
以上から、計測された粒子が UFB であり、概ね直径 100~200 nm に存在することがわかった。一方で、Fig. 4 に示すように負の浮力を持つ固体粒子も検出された。今回、UFB 水はクリーンルームで生成されなかったため、不純物が含有されたと考えられる。

### 5. 結言

正と負の浮力を持つ粒子を識別できる共振式質量測定法を用い、ultrafineGALF により生成した UFB 水の測定を行い、UFB と固体粒子との識別を行うことに世界で初めて成功した。さらに、5 種類 10 台の異なる計測装置を用いて測定を行い、いずれの装置においてもモード径が 100~200 nm 程度と計測され、得られた UFB 径に関して相関性があつたことを確認した。

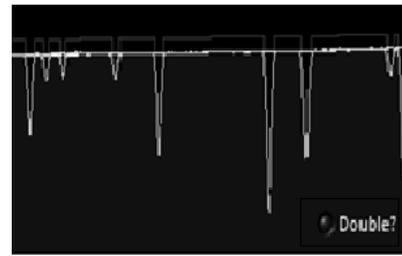


(a)

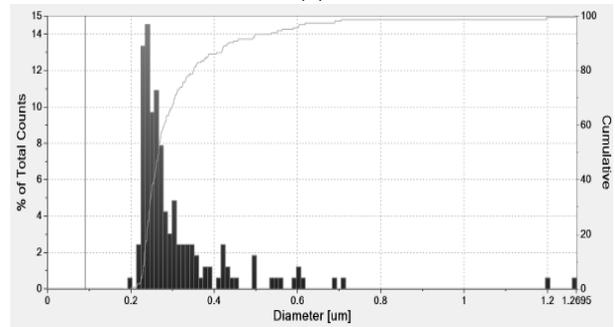


(b)

Fig. 3 The positive peaks (a) and the size distribution (b) of UFB filled pure water



(a)



(b)

Fig. 4 The negative peaks (a) and the size distribution (b) of UFB filled pure water

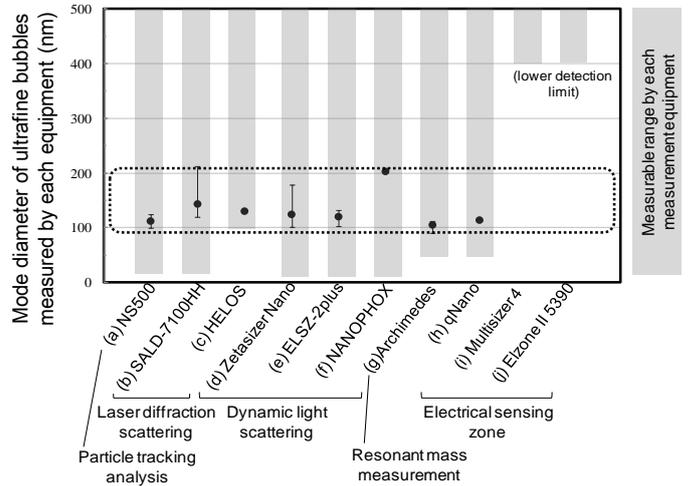


Fig. 5 Mode diameter of ultrafine bubbles measured by each measurement equipment and the measurable range involved

### 謝辞

本研究における共振式質量測定法による測定は、英国 Malvern Instruments 社において Darrell Bancarz 氏に行っていた。ここに記して心より謝意を表す。

### 参考文献

- [1] 柏雅一ほか, 日本混相流学会年会講演会 2011 講演論文集, pp.428-429 (2011).
- [2] Maeda, S. et al., 1st international symposium on Multiscale Multiphase Process Engineering (MMPE), P-24 (2011).
- [3] 前田重雄ほか, 日本混相流学会年会講演会 2011 講演論文集, pp.430-431 (2011).
- [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] 前田重雄ほか, 日本混相流学会年会講演会 2014 講演論文集, 5 種類 10 台の異なる計測装置を用いた ultrafineGALF により生成したウルトラファインバブルの粒子径測定とその相関性 (2014).
- [6] Liu, J. et al., Anal. Chem., Vol.84, pp. 6833-6840 (2012).