

**科学研究費助成事業 研究成果報告書**

平成 30 年 6 月 21 日現在

機関番号：12101

研究種目：若手研究(B)

研究期間：2015～2017

課題番号：15K17967

研究課題名(和文) Research and development of a new quantitative flow visualization technique for micro-scale flow field based on quantum dots

研究課題名(英文) Research and development of a new quantitative flow visualization technique for micro-scale flow field based on quantum dots

研究代表者

李 艶荣 (LI, YANRONG)

茨城大学・工学部・講師

研究者番号：20712821

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,300,000円

研究成果の概要(和文)：本研究は、量子ドットの光学特性を温度依存性に注目し、マイクロ流路内の温度場と速度場の計測について量子ドットの有用性を検討したものである。量子ドットのより変化率の高い光学特性を温度場計測時の指標とする。量子ドットの光学特性を利用して温度場計測を行い、量子ドットの適性が確認された後は蛍光粒子によるマイクロ流路の速度場計測について信頼性の評価を行った。その後、二種類の方法による温度場・速度場同時計測を実施した。一つ目は蛍光粒子と量子ドット溶液を用いた実験であり、二つ目は量子ドット粒子を温度場計測と速度場計測の両方ともマーカーとした場合の実験である。以上の実験では速度場と温度場を得ることが出来た。

研究成果の概要(英文)：The purpose of this investigation is to develop a new quantitative flow visualization technique based on quantum dots (QDs), which can be applied as both the temperature probe and tracer particles. This technique can be applied to hydro-mechanical micro-electro-mechanical-systems (MEMS) system to simultaneously determine instantaneous temperature and velocity distributions in such micro-scale flow field. The proposed new visualization technique based on QDs have the outstanding features as: the measurement system can obtain high spatial resolution original images of small-scale flow fields, the QDs has excellent tracing ability, the method can provide high accuracy experimental results, the temperature tendency and the emission features of QDs have high linearity, and so on. During the research period, the temperature dependency of the QDs was clarified and the combined temperature and velocity measurement method and theory for small-scale flow field based on QDs was established.

研究分野：熱流体工学

キーワード：量子ドット 可視化 温度場 速度場 光学特性評価

1. 研究開始当初の背景

近年、Micro/Nano Electro Mechanical Systems (MEMS/NEMS) の集積回路によるマイクロ加工技術が発達している。マイクロ加工技術の発達に伴い、マイクロまたはナノスケールの流路が自在に製作可能となった。

マイクロ流路を応用した熱交換器では小流量により高効率の排熱が可能であると考えられている。しかしマイクロ流れでは通常のマクロ流れでは非支配的であった現象が顕在化することもある。マイクロ流路技術の発展にはそれらを正確な観察のもと正しく理解する必要がある。

しかし計測対象のスケールが小さいため挿入するマーカーには微小な粒子が必要となる。そのような粒子は用途が限られるため生産数は少なく、価格が高騰している。そのため、汎用性の高い新材料について光学マーカーとしての有用性を探ることは今後のマイクロ流路研究において、重要な課題であるといえる。

2. 研究の目的

本研究では新材料である量子ドットを用いたマイクロ流路内の温度場・速度場同時計測の開発を量子ドットの光学特性の分析と併せて行なった。

3. 研究の方法

(1) 量子ドットの光学特性調査

量子ドットの蛍光特性を把握するために図1のような装置を用いて各温度条件下で励起光を照射し、蛍光スペクトルを算出した。量子ドットは CdSe/ZnS 水溶性コアシェル型量子ドット (NN-Labs, CZW-0-1) を使用する。蛍光ピーク波長は 600 nm で濃度は 0.1 mg/ml とした。試料は温度制御サンプルコンパートメント (Ocean Optics, TC-125) によって一定温度を保持される。計測の温度域は 10~60°C、間隔は 2°C ずつである。励起光レーザーの波長は 532 nm を使用し、蛍光を高感度分光器 (浜松ホトニクス, MAYA2000PRO) へ取り込み光スペクトルへと変換した。

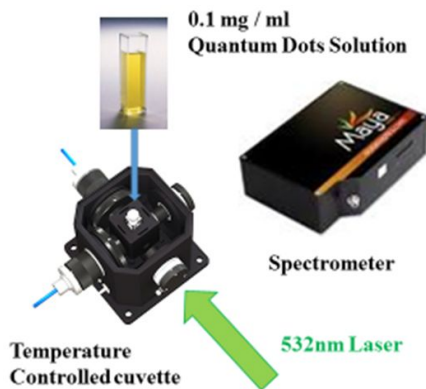


図1 Measurement System

(2) 可視化実験

図2のY字マイクロ流路 (マイクロフルイドウェアテクノロジーズ, A-1-1-ATP) において量子ドットを用いたレーザー誘起蛍光法 (以下 LIF 法) と、粒子画像流速測定法 (以下 PIV 法) を実施し、合流地点での流路内流体温度場または速度場を計測した。流路断面は幅  $W = 200 \mu\text{m}$ 、高さ  $H = 50 \mu\text{m}$  である。

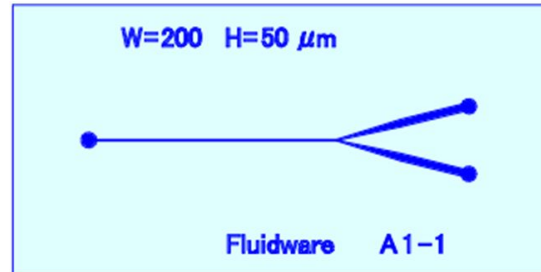


図2 Micro channel chip

量子ドットを用いた温度場計測

LIF 法の計測は流体温度と蛍光染料の輝度値との関係を相関式に変換するための温度キャリブレーションと、実際に計測対象の輝度値を計測し、相関式へ代入することによって流路内の温度場を可視化する可視化実験である。本研究では蛍光染料の代替として前述の量子ドットを利用する。主な実験体系は図3に記載する。デュアルシリンジポンプによって同じ流量の流体をチップに送液し、チップの間にある恒温加熱器によって指定する温度差とする仕組みである。撮影条件としては CMOS カメラ (カトウ光研, K-) を使用し、励起光と蛍光を区別するために 600 nm のハイパスフィルターを設けた。画像サイズは 1600×1200 pixel である。ピクセル比は 0.8 である。

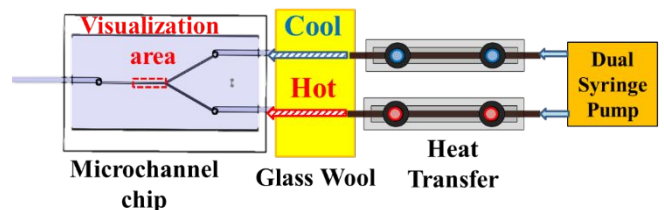


図3 Experiment System

温度キャリブレーションについては図4のように停留状態の流体へチップごと上下面加熱を行い、一定時間放置することにより、それぞれの温度における恒温状態を作り出した。

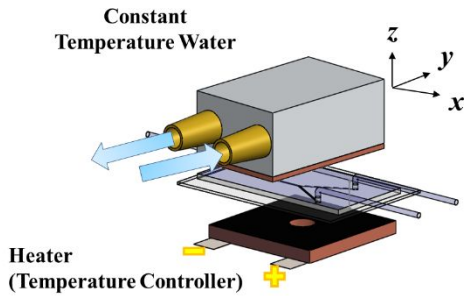


図4 Calibration System

マイクロ流路内における PIV 計測  
 マイクロスケールでの PIV 法はトレーサー粒子自身のブラウン運動が顕在化するため誤差が大きくなる。そのため、市販されている蛍光粒子 (Thermo Fisher Scientific, R900) を用いてあらかじめ PIV 法での速度場計測を行い、有効な処理方法を検討した。フレームレートは 500 fps、露光時間は 0.002 s、画像サイズは 1280 × 1024 pixel、ピクセル比は 0.40 である。

温度場・速度場同時計測

量子ドット溶液による LIF 法と併せて市販蛍光粒子による PIV を同時に行い流路内の温度場と速度場を計測する実験を実施した。撮影条件は先の PIV 実験の際と同様である。

(3) 粒子修飾による光学マーカー作成

前述の量子ドットの粒子径はおよそ 10 nm と小さい。そのままトレーサー粒子として利用しようともカメラが粒子像を認識することができない。そのため、量子ドットの光学特性を保持したまま粒子径を拡大する方法として図5のように粒子径 1 μm のポリスチレン粒子表面に量子ドットを均一に吸着させる実験を実施した。

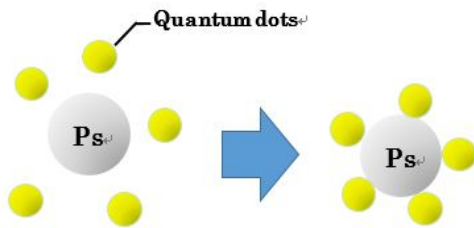


図5 Particle modify

4. 研究成果

(1) 量子ドットの光学特性評価

温度ごとの蛍光スペクトルを計測し、600 nm 波長の強度を相関強度に変換し、温度との関係を示したグラフを図6に示す。グラフからは温度の上昇にともない、一定の割合で相関強度が減少している様子が見て取れる。蛍光強度の温度による変化率はおおよそ -0.0048/K である。

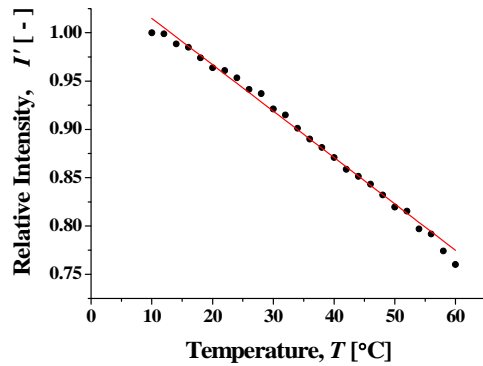


図6 Temperature dependency

(2) 可視化実験

量子ドットを用いた温度場計測

図7は温度キャリブレーションにおいて求めた相関関数で 40°C の恒温画像を可視化した場合の温度分布のヒストグラムである。傾向として設定した温度を中心としたガウス分布になっており、温度としては妥当な分布である。つまり量子ドット溶液を用いた温度キャリブレーションは正確であり、温度場計測に量子ドット溶液が利用可能なことが証明された。

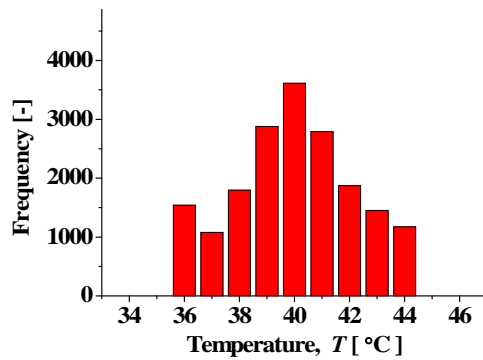


図7 Temperature histogram

マイクロ流路内における PIV 計測

図8は流量 5 μl/h で流した場合の速度場を可視化した画像である。結果は5秒間の PIV 結果を時間平均したものである。断面速度分布はきれいな放物線を描いており、管内の層流流れであるハーゲンポアズイユ流れと同じ流れであることが分かる。

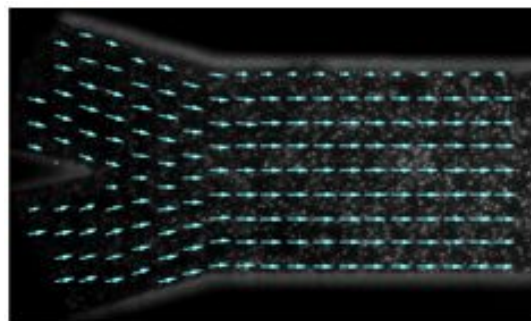


図8 Flow field

### 温度場・速度場同時計測

図9は算出した温度場の上に速度場を重ねた40°Cの恒温画像である。新しく粒子からの蛍光を平滑化したプログラムをつくり、背後の溶液の蛍光のみを捉えられるように工夫をした画像である。しかし計測値は実際値よりも低めに算出されており、エラーである部分も多い。今後、算出方法を見直すことで精度を向上させる必要がある。

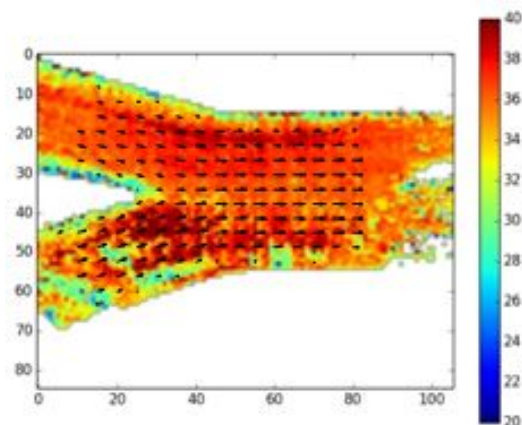


図9 Temperature and velocity distribution

### (3) 粒子修飾による光学マーカー作成

図10は走査型透過電子顕微鏡によって撮影したポリスチレン・量子ドット粒子の二次電子画像である。大きな粒子表面に凹凸が存在し、量子ドットがポリスチレン粒子に吸着している様子を見て取ることができる。

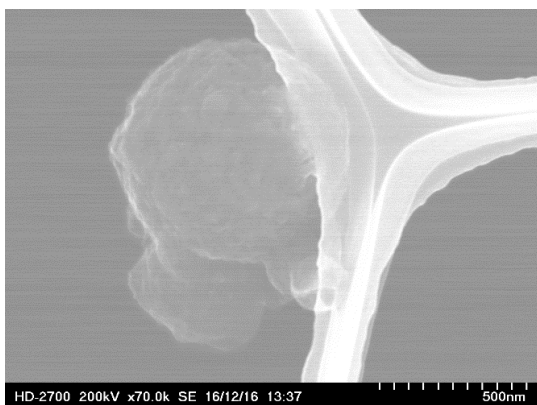


図10 Particle image

量子ドットの蛍光における温度依存性を利用したマイクロ流路の温度・速度場同時計測法の開発に向け、一定の成果を挙げることに成功した。今後は本計測法の精度向上のために計測手段などの改善を行なっていく必要がある。

### 5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

### 〔学会発表〕(計3件)

1. Varun Lochab, Andrew Yee, Yanrong Li, Minami Yoda, A. Terrence Conlisk, and Shaurya Prakash, Directed self assembly of colloidal particles for high aspect ratio bands, Hilton Head Workshop 2018: A Solid-State Sensors, Actuators and Microsystems Workshop, June 3-7, Hilton Head Island, South Carolina, USA, 2018.

2. Yanrong LI, Yoshiyuki TAGAWA, Andrew YEE and Minami YODA, Observations of the initial stages of colloidal band formation, 70th Annual Meeting of the APS Division of Fluid Dynamics, November 19-21, Denver, Colorado, USA, 2017.

3. 玉田泰庸, 李艶栄, 曹旭発, 稲垣照美, 染矢聡, 量子ドットを用いた熱流体可視化計測, 可視化情報全国講演会(日立2016), Paper A114, 2016年10月8日-9日, 茨城大学日立キャンパス。

### 6. 研究組織

#### (1) 研究代表者

李 艶栄 (LI Yanrong)

茨城大学・工学部・講師

研究者番号：20712821