

科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 30 年 6 月 3 日現在

機関番号：22604

研究種目：挑戦的萌芽研究

研究期間：2016～2017

課題番号：16K14175

研究課題名(和文) 光到達深度の波長依存性を利用した3次元粒子分布計測法の開発

研究課題名(英文) Development of three-dimensional particle distribution measurement technique using the wavelength dependence of optical penetration depth

研究代表者

角田 直人 (Kakuta, Naoto)

首都大学東京・理工学研究科・准教授

研究者番号：70345437

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 2,800,000円

研究成果の概要(和文)：近赤外域の水の吸収帯では波長間で吸収係数差が大きいため、水中への光到達深度が波長によって大きく異なる。この原理を応用して波長毎の反射粒子画像から深度毎の粒子分布を得ることに挑戦した。実験では、1 mm深さの流路内の水にマイクロ粒子を混入し、波長1450 nm付近に存在する水の吸収帯内の複数波長を順次照射し、同期させた近赤外カメラによって反射画像を取得した。成果として、波長によって異なる深度の反射画像が得られることを確認した。個々の粒子の判別はできなかったが、粒子群の深さの違いを反映した画像を得ることができ、原理および測定システムの有効性を実証した。

研究成果の概要(英文)：Since the absorption coefficients of water are significantly different between wavelengths in near-infrared (NIR) absorption bands of water, the penetration depth of NIR light into water depends on the wavelength. Using this wavelength dependence, we tried to obtain particle distributions at each depth from reflection images. In experiments, multiple wavelengths within the absorption band of water existing at a wavelength of 1450 nm were incident in turn to water containing micro-particles in a channel with a depth of 1 mm, and the reflection images were acquired by a synchronized NIR camera. The results demonstrated that the reflection images were different between the wavelengths. Although the micro-particles could not be individually distinguished, the depth ranges were estimated, indicating the validity of the principle and measurement system of the proposed method.

研究分野：熱物質輸送工学、分光学

キーワード：近赤外分光法 粒子分布 対流 マイクロ流路

1. 研究開始当初の背景

極微量試料の効率的な反応や分離を実現するマイクロ流体デバイスは、バイオ、医療、化学分野における新たな分析、分離、合成技術の可能性を拓きつつある。マイクロ流体デバイス内の試料流体は一般に層流であるが、電場、表面親和力、局所温度勾配、界面不安定性などによって複雑な3次元流速分布が形成されることが知られる。このことは流体制御の可能性を示唆しているが、流速分布は主に数値計算によって予測され、実用的な測定法は極めて限られている。その中で粒子追跡速度計測法(PIV法)は現時点で最も有効な方法といえるが、マイクロ領域の3次元測定に適用することは極めて難しい。これまで比較的大きな対象に、ステレオPIV法、レーザーシート光掃引法、共焦点法が研究されてきたが、それぞれ複数のカメラ、大掛かりな装置、長い走査時間を要するという課題があり、マイクロ流体デバイスにそのまま適用することは実際上不可能である。

研究代表者は近赤外分光法を利用した温度・濃度イメージングの研究に従事してきたが、その過程で、水の吸収帯では波長間で吸収係数差が大きく、水への光到達深さが波長によって大きく異なることに着目した(図1)。例えば、波長1920 nmでは0.5 mm深さでの反射光はほとんど検出できないが、波長1880 nmでは十分な検出強度が得られる。つまり、複数波長を順次照射して1台のカメラで連続撮像した場合、粒子反射画像は深度範囲が順次変化することになる。複数波長の同時イメージング研究に関しては研究代表者がこれまで取り組んでおり、マイクロ領域の新たな3次元粒子分布・流速分布測定法の本提案につながった。

2. 研究の目的

本研究期間では、波長毎の反射粒子画像から深度毎の粒子分布を得ることを第一の目標とする。具体的には、1 mm深さの流路を対象に、波長1450 nm付近に存在する水の吸収帯内の複数波長(2~4個)を順次照射し、同期させたカメラによる粒子反射画像群から深度分解(2~4分割)を行う。第二の目標は、各深度の画像から、画像認識・演算技術を用いて、粒子の時空間的な連続性を確保し、3次元の粒子分布を構成することである。この方法を用いて、顕微鏡下の水中の3次元粒子分布を明らかにする。

3. 研究の方法

(1) 波長と光到達深度の調査

<目標>

測定深度と波長の組み合わせを決定する。

<実施項目>

・光路長と吸光度の関係調査：異なる光路

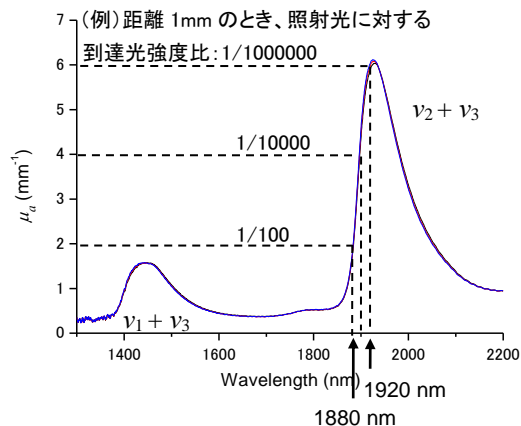


図1 近赤外域の水の吸収スペクトル。例えば $\nu_2 + \nu_3$ 吸収帯の左肩部(波長1850-1930 nm)では、吸収係数 μ_a の急激な変化があり、光路長(到達深度)と光強度との間に顕著な差が表れる。

長の石英セルを用いて近赤外吸収スペクトルを測定する。光強度と光路長の関係を定量化する。

・波長選択と反射画像分析：前記結果に基づき波長選択する(1450 nmと1900 nm付近の水の吸収帯中から複数波長)。石英セル底面に拡散反射試料を置き、各波長の狭域帯透過フィルタ(半値全幅10 nm)もしくは他の分光システムを用いて反射画像を取得し、画像の違い(その面が映っているか)を検証する。

(2) マルチ波長イメージングシステムの確立

<目標>

マルチ波長の高速切り替え照射と同期撮影システムを確立する。

<実施項目>

・高速フィルタホイールの使用：異なる2~4個の狭域帯透過フィルタ(半値全幅<10 nm)をフィルタホイール(切り替え320 Hz)にセットし、ハロゲンランプからの光を分光する。同期撮影できることを確認する。

・音響光学可変波長フィルタ(AOTF)の使用：スーパーコティニューム(SC)光源とAOTFを使用し、段階的な波長画像を取得する。SC光源は連続かつ広帯域のレーザー光であり、高強度の光を非線形光学媒質に注入した際に発生する非線形光学効果によりスペクトルが広がる現象を利用した光である。従来の白熱灯などの白色光源と比較すると、指向性・可干渉性・集束性・エネルギー密度の点で優れる。AOTFは音響光学効果を利用して、特定の波長を取り出す光学デバイスである。光学媒体中に光を透過させその進行方向に対して垂直な方向に超音波を印加することで周期的な歪みを誘起し、周期的に媒体の屈折率の変動が回折格子の働きをする。

(3) 3次元粒子分布の構成

<目標>

顕微鏡下で深さの異なる粒子反射画像を

構成し、粒子ごとの深度範囲を決定する。

<実施項目>

・粒子混入試料の準備：高粘度水系ゲルの表面にマイクロ金属粒子を置き、その上に厚みが制御された同様のゲルを重ねる。これにより粒子深度が定まった試料が作成される。尚、水系ゲルは応募者がこれまで近赤外分光計側で取り扱ってきた試料である。

・画像演算と深度同定：得られた画像群に対して粒子認識・重複認識、サブトラクションを適用し、深度範囲(層)を同定する。特に、層境界付近の粒子の処理について検討する。

連携研究者の小方聡はマイクロ流体工学およびPIV計測の専門であり、試料準備と結果考察について助言する。連携研究者の近藤克哉は画像処理、特に粒子認識に関する専門家であり、画像演算に協力する。

4. 研究成果

(1) 計測システムの開発

2つの分光システムを検証した結果、狭域帯透過フィルタシステムよりもSC光源-AOTF分光システムの方が波長変更しやすく、また指向性・集束性が高いことから光学実験系の単純化・汎用性・再現性で優れることが分かった。よって、期間後半からはSC光源-AOTF分光システムを用いて実験を行った。ただし、場合によって取得画像に無視できないスペckルパターンが現れたため、拡散板や積分球を用いてその除去が必要であった。

図2に示すように、試料への測定光、検出光、試料の方向が角度 α と β になるようにそれぞれを配置し、最適な粒子からの反射光が取得できるように試料ごとに α と β を調整して決定した。光検出には近赤外カメラを用いた。

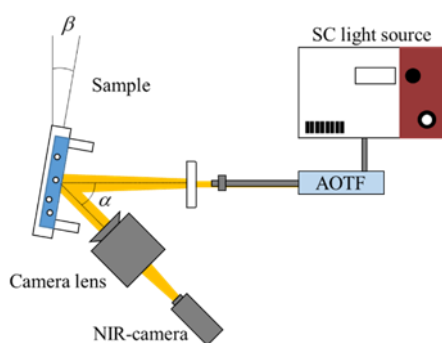
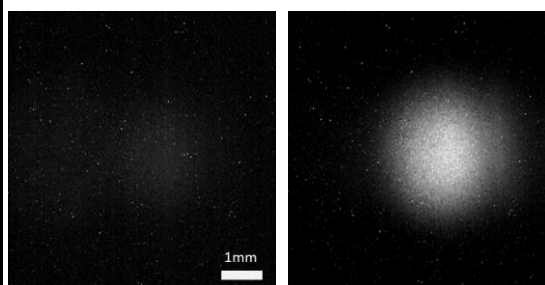


図2 実験システム概略図。

(2) 実験と結果

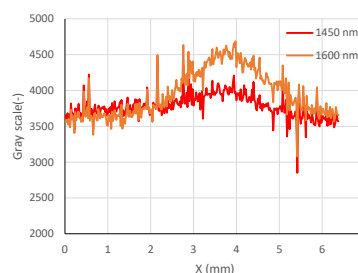
光路長 1.0 mm の石英セルに水を充填し、直径 2, 10, 50 μm のガラス粒子を混入した。 $\alpha = 45^\circ$, $\beta = 0^\circ$ とし、散乱光を垂直方向に設置した NIR カメラで撮像した。波長は 1450, 1500, 1550, 1600, 1880, 1900, 1920 nm の計7個

とした。実験結果の一例として、図3に波長 1450 nm と 1600 nm の画像を示す。波長 1600 nm の吸収係数は波長 1450 nm のそれよりも小さいため、波長 1600 nm ではセル底面(ガラスと水の境界)での反射光が相対的に強く表れた。つまり図3(b)でみられる高輝度部分は照射光スポットに相当する。異なる深度情報が得られることは実証できたが、同時に屈折率の異なる境界での反射光の重畳することが明らかとなった。照射検出角度や波長の選定など、光学システムの調整が必要であることが分かった。粒子に関しては、その大きさによらず個々の判別はできなかった。これは粒子反射光強度が小さく、画像空間分解能(ピクセルサイズ)が粒子径に対して大きいためと考えられる。



(a) 波長 1450 nm

(b) 波長 1600 nm

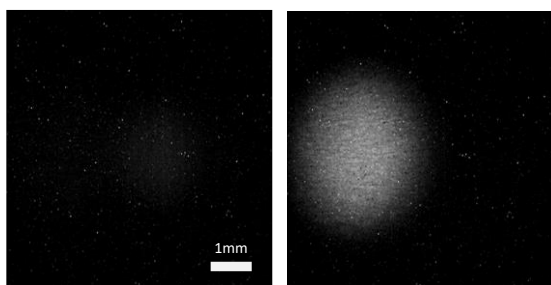


(c) ラインプロファイル (画像上の中央水平位置)

図3 反射画像とラインプロファイル。

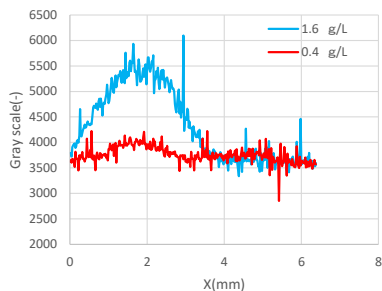
次に、粒子集団の認識の可能性を検証した。上の実験と同条件で、粒子濃度に関しては様々に設定して撮像した。図4は濃度 0.4 g/L と 1.6 g/L の波長 1450 nm での測定結果である。粒子からの拡散反射光が濃度 1.6 g/L の場合には十分に測定できていることが分かる。水表面に近い粒子の反射光の寄与が大きい(深さとともに指数関数的に小さくなる)、波長 1450 nm の吸収係数を考慮すると、表面からおおよそ 0.3 mm より深い位置にある粒子はほとんど寄与していないと考えられる。よって、PIV 法のように粒子群としての測定が濃度次第で十分可能であることが示された。

また、流れがある場合の実験を実施した。シリンジポンプによって 20 $\mu\text{l}/\text{min}$ の流量を設定し、上記と同条件で撮像した。図3, 図4と同様の結果が得られ、輝度には若干のゆらぎが認められたが、流れとの相関を得るには至らなかった。



(a) 0.4 g/L

(b) 1.6 g/L



(c) ラインプロファイル (画像上の中央水平位置)

図4 反射画像とラインプロファイル
(波長 1450 nm)

(3) 考察

本方法は近赤外域における水の吸収係数の波長間の差異により深度を分解することに特色がある。本研究期間においては、波長による反射光画像の違いを確認し、原理および測定システムの有効性を実証した。個々の粒子の判別については、その必要性も含めて、測定システムと画像処理法を検討する必要がある。ただし、粒子群位置の深さによる違いは判別できるため、粒子群を対象にすることが現時点では実用的といえる。本測定法は単一方向からの光学系によって実現でき、複数波長を用いるという点では、温度や他成分濃度を同時測定できるという利点もある。今回の挑戦的萌芽研究で得られた成果をもとに、今後研究を進展させていく計画である。

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)

[雑誌論文] (計 4 件)

1. N. Kakuta, K. Nishijima, V. C. Han, Y. Arakawa, K. Kondo, Y. Yamada, Near-infrared temperature measurement technique for water surrounding an induction-heated small magnetic sphere, *Journal of Visualized Experiments* 134, e57407 (10 pages), 2018. 査読有
DOI: 10.3791/57407.
2. H. Yamashita, N. Kakuta, D. Kawashima, Y. Yamada, Measurement of temperature-dependent diffusion coefficients of aqueous solutions by near-infrared simultaneous imaging of temperature and concentration, *Biomedical Physics and*

Engineering Express 4, 035030 (12 pages), 2018. 査読有

DOI: 10.1088/2057-1976/aab645.

3. N. Kakuta, K. Nishijima, K. Kondo, Y. Yamada, Near-infrared measurement of water temperature near a 1-mm-diameter magnetic sphere and its heat generation rate under induction heating, *Journal of Applied Physics* 121, 044901 (11 pages), 2017. 査読有
DOI: 10.1063/1.4995284.
4. N. Kakuta, H. Yamashita, D. Kawashima, K. Kondo, H. Arimoto, Y. Yamada, Simultaneous imaging of temperature and concentration of ethanol-water mixtures in microchannel using near-infrared dual-wavelength absorption technique, *Measurement Science and Technology* 27, 115401 (12 pages), 2016. 査読有
DOI:10.1088/0957-0233/27/11/115401.

[学会発表] (計 21 件)

1. V. C. Han, 魚田直人, 西島圭祐, 近藤克哉, 山田幸生, 誘導加熱された磁性粒子近傍の水の近赤外温度イメージング, 日本機械学会関東支部第 24 期総会・講演会, OS0605 (6 pages), 電気通信大学, 2018 年 3 月 18 日.
2. 荒川祐輝, 西島圭祐, V. C. Han, 近藤克哉, 魚田直人, 誘導加熱された微小磁性球周りの液体の自然対流の調査, 日本機械学会関東支部第 24 期総会・講演会, GS0302 (5 pages), 電気通信大学, 2018 年 3 月 18 日.
3. 小熊亨, 魚田直人, 荒川祐輝, 近赤外分光法を応用したマイクロ流路内の微小粒子の分布測定, 日本機械学会関東学生会第 57 回関東学生員卒業研究講演会, 316, 電気通信大学, 2018 年 3 月 16 日.
4. 西島圭祐, 魚田直人, 近藤克哉, 山田幸生, 近赤外吸収イメージング法を用いた微小磁性球の温度測定と発熱量マッピング, 第 33 回近赤外フォーラム, O-03, 筑波大学, 2017 年 11 月 16 日.
5. V. C. Han, 魚田直人, 西島圭祐, 近藤克哉, 山田幸生, 誘導加熱時のマイクロ磁性粒子を含むゲル滴周りの温度測定と分析, 日本機械学会 2017 年度年次大会, J0510204 (5 pages), 埼玉大学, 2017 年 9 月 6 日.
6. N. Kakuta, D. Kawashima, H. Yamashita, T. Ohata, Y. Yamada, Simultaneous imaging of temperature and concentration for reaction-diffusion phenomena of aqueous solutions in microchannel, *Proceedings of The ASME 2017 15th International Conference on Nanochannels, Microchannels and Minichannels*, 5623, Cambridge, MA, USA, 2017 年 8 月 28 日.
7. N. Kakuta, D. Kawashima, T. Ohata, Y. Yamada, Concentration Imaging of Acid and Alkaline Solutions in Microfluidic Channel, *The 9th International Conference on*

- Advanced Vibrational Spectroscopy, P00637, Victoria, BC, Canada, 2017年6月13日.
8. 西島圭祐, 角田直人, 近藤克哉, 山田幸生, 近赤外吸収イメージング法を利用した微小発熱球の発熱量の高精度推定, 第54回日本伝熱シンポジウム, H1430 (4 pages), 大宮ソニックシティ, 2017年5月24日.
 9. 大畑俊哉, 角田直人, 川嶋大介, 山田幸生, 近赤外イメージング法を用いたマイクロ流路内の反応拡散現象の可視化と分析, 化学とマイクロ・ナノシステム学会第35回研究会, 1P07, 東工大, 2017年5月22日.
 10. N. Kakuta, H. Yamashita, D. Kawashima, K. Kondo, H. Arimoto, Y. Yamada, Simultaneous imaging of temperature and concentration for reaction-diffusion phenomena in microchannel, The 1st Asian Conference on Thermal Sciences, P00637, Cheju, Korea, 2017年3月28日.
 11. N. Kakuta, H. Yamashita, D. Kawashima, K. Kondo, Y. Yamada, Image analysis of diffusion phenomena in aqueous solutions through microchannel, The 6th International Symposium on Micro and Nano Technology, TS22-2149, Fukuoka, 2017年3月22日.
 12. 西島圭祐, 角田直人, 近藤克哉, 山田幸生, 高周波磁場下における微小磁性球の発熱量推定精度に関する検討, 日本機械学会関東支部第23期総会・講演会, GS0802-02 (2 pages), 東京理科大学 葛飾キャンパス, 2017年3月16日.
 13. V. C. Han, N. Kakuta, K. Nishijima, K. Kondo, Y. Yamada, Temperature distributions around gel droplets containing micro-magnetic particles under induction heating, 日本機械学会関東支部第23期総会・講演会, GS0802-03 (2 pages), 東京理科大学 葛飾キャンパス, 2017年3月16日.
 14. R. Miyakawa, N. Kakuta, Fundamental study on reaction between micro-glow corona and materials, Proceedings of International Symposium on Micro-Nano Science and Technology 2016, SaP-16, The University of Tokyo, 2016年12月17日.
 15. 西島圭祐, 角田直人, 近藤克哉, 山田幸生: 磁場強度と微小磁性球の発熱量との関係の調査, 熱工学コンファレンス, A231 (2 pages), 松山, 2016年11月23日.
 16. H. Yamashita, N. Kakuta, D. Kawashima, K. Kondo, H. Arimoto, Y. Yamada, Investigation of temperature dependence of diffusion in aqueous solutions by near-infrared absorption imaging, The 4th International Forum on Heat Transfer, 1982, Sendai, 2016年11月2日.
 17. D. Kawashima, N. Kakuta, K. Kondo, H. Arimoto, Y. Yamada, Visualization and analysis of unstable interface between two aqueous solutions with and without chemical reaction, The 4th International Forum on Heat Transfer, 2001, Sendai, 2016年11月2日.
 18. T. Miyake, N. Kakuta, F. Ryota, Y. Oyamada, K. Mishiba, K. Kondo, Reconstruction of 3D temperature distributions in free convection field around a small heated sphere in water, Proceedings of the 4th International Forum on Heat Transfer, 1997 (6 pages), Sendai, 2016年11月2日.
 19. N. Kakuta, K. Nishijima, C. V. Han, K. Kondo, Y. Yamada, Temperature distribution measurement around inductively heated magnetic particles, The 13th International Conference on Flow Dynamics, 352, Sendai, 2016年10月11日.
 20. 角田直人, 山下大樹, 川嶋大介, 近藤克哉, 有本英伸, 山田幸生, 近赤外光を利用したマイクロ流路内の拡散現象の可視化, 日本機械学会年次大会, G0600703, 九州大学, 2016年9月13日.
 21. 山下大樹, 角田直人, 川嶋大介, 有本英伸, 近藤克哉, 山田幸生, マイクロ流路内の水溶液の熱拡散と物質拡散の可視化, 可視化情報シンポジウム, D102, 工学院大学, 2016年7月19日.
- [図書] (計0件)
- [その他]
ホームページ等
<http://www.comp.tmu.ac.jp/te/index.html>
6. 研究組織
- (1) 研究代表者
角田 直人 (KAKUTA, Naoto)
首都大学東京・理工学研究科・准教授
研究者番号: 70345437
 - (2) 研究分担者
なし
 - (3) 連携研究者
小方 聡 (OGATA, Satoshi)
首都大学東京・理工学研究科・准教授
研究者番号: 50315751

近藤 克哉 (KONDO, Katsuya)
鳥取大学・工学研究科・教授
研究者番号: 00295750
 - (4) 研究協力者
ハンバンクオン (HAN, Van Cuong)
首都大学東京・理工学研究科・大学院博士後期課程

西島 圭祐 (NISHIJIMA, Keisuke)
首都大学東京・理工学研究科・大学院博士前期課程

大畑 俊哉 (Ohata, Toshiya)
首都大学東京・理工学研究科・大学院博士前

期課程

荒川 祐輝 (ARAKAWA, Yuki)
首都大学東京・理工学研究科・大学院博士前期課程

小熊 亨 (OGUMA, Tooru)
首都大学東京・都市教養学部・4年