

科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 26 年 5 月 27 日現在

機関番号：13901

研究種目：挑戦的萌芽研究

研究期間：2011～2013

課題番号：23656132

研究課題名(和文) 機能性分子センサを備えたスマートマイクロ流路の開発

研究課題名(英文) Development of smart micro-channel with functional molecular sensor

研究代表者

新美 智秀 (Niimi, Tomohide)

名古屋大学・工学(系)研究科(研究院)・教授

研究者番号：70164522

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 2,900,000円、(間接経費) 870,000円

研究成果の概要(和文)：本研究では表面上における圧力分布を二次元的に計測可能な手法である感圧塗料(PSP)を基に、マイクロ流路そのものをセンサ化したスマートマイクロ流路を開発した。マイクロ流路の作製に広く用いられているソフトリソグラフィにおいて、材料にPSPを混ぜて流路を形成することで、流路そのものがいわばPSPとして機能するようになる。気体流れにおいて圧力、液体流れにおいて酸素濃度の二次元分布を、また、感温塗料(TSP)を用いることで温度分布計測を実現した。

研究成果の概要(英文)：In this study, we have developed a new sensing tool of a smart micro channel by combining the pressure-sensitive paint (PSP) technique and the soft lithography technique. This smart micro channel is fabricated by mixing PSP into a material for the channel; thus, the smart micro channel is a micro channel whose inner wall works as PSP. The smart micro channel was successfully demonstrated on the measurement of pressure in a gaseous flow, oxygen concentration in a liquid flow, and the temperature measurement.

研究分野：工学

科研費の分科・細目：機械工学・流体工学

キーワード：流体工学 マイクロ流路 感圧・感温塗料 センサ

## 1. 研究開始当初の背景

マイクロテクノロジーの進展とともに多様な機能を有するマイクロデバイスの開発が近年盛んに行われるようになった。このような微小領域では、マクロな流体では見られない特異な現象が生じ、マイクロ流れの特性に基づく理解が非常に重要となる。このような流れを対象とした数値解析も非常に盛んに実施されているものの、数値解析結果の実験結果による検証が不可欠であり、数値解析分野の更なる発展のためにも精緻な実験データが渴望されている。しかし、マイクロ流れのための実験的手法の開発は、数値解析と比較して非常に遅れていると言わざるを得ない。そのため、マイクロ流れ内部の計測が可能な新しい手法の開発が求められている。特に、現在のマイクロ流れに対する実験的なアプローチのほとんどは  $\mu$ -PIV (Micro-Particle Image Velocimetry) や MTV (Molecular Tagging Velocimetry) のように流れの構造を明らかにしようとする手法である。しかし、数値解析でも多くの場合において問題になってくるのは、境界条件の妥当性である。そのため、流れ場から境界条件を類推するのではなく、直接的に境界条件を明らかにする計測結果は非常に価値が高く、さらにはそのまま数値解析の境界条件として設定することさえも可能である。

これまで、表面上の二次元圧力分布を取得可能な感圧塗料 (PSP) に着目して研究を実施してきた。PSP による圧力計測法では、色素分子に光を照射した際の発光が酸素分子との相互作用によって消光される原理を利用しており、酸素分圧に応じて変化する輝度値画像から二次元圧力分布を算出する。しかし、PSP をそのままマイクロ流れに適用すると、色素分子を壁面上に固定する高分子層の厚さにより流れ場が変化してしまう、色素分子の凝集による分布の不均一さから空間解像度が低下する、などの問題に直面する。そこで、Langmuir-Blodgett 法により色素分子を単分子膜化して積層した感圧分子膜 (PSMF) を開発して、膜厚と空間解像度の問題を解決し、マイクロ流れへの適用に成功した。しかし一方で PSMF は、分子膜のために S/N が小さい、平面基板以外への適用性が低い、簡単で迅速な診断には不適格、などの欠点も明らかとなった。

## 2. 研究の目的

まず、マイクロ流路の作製手法の一つであるソフトリソグラフィーにおいて流路の素材として広く利用されている PDMS が、酸素透過性を有しており PSP の塗料中の高分子としても利用された実績があることに着目した。ソフトリソグラフィーでは、マイクロ流路をシリコン基板上に作製したレジスト膜を型として、PDMS によって型取することによって作製する。そこで、原料である PDMS 中に色素分子を含有させることによ

って、流路を形成する PDMS が PSP の高分子と同じ役割を担って、流路そのものがいわば PSP として機能することが期待される。従来の過程の素材に少し手を加えるだけであるため、非常に簡便でかつ汎用性を有している。また、従来の PSP に対する知見から PDMS に対して混合する色素分子は極微量で良いと考えられ、色素分子の有無による流路の構造等には大きな影響がないと期待できる。そのため、流路の三次元構造を精密に再現できるソフトリソグラフィーの特徴を有効に生かせる。さらに、スプレー塗布によらないため、色素分子の凝集も緩和されることが期待できる。

そこで本研究では PSP を拡張し、マイクロ流路そのものをセンサ化したスマートマイクロ流路を開発することを試みる。開発された流路では PSP と同様に光を照射して発光を撮像するだけで壁面上の圧力分布が可視化できる。さらには、圧力のみならず酸素濃度や温度の計測や、これらの複数の物理量の同時計測へと発展させることも検討する。また、光を透過できる特性より  $\mu$ -PIV や MTV のような流れ場に対する実験手法も適用でき、壁面上分布と同時計測も可能な流路となることも期待できる。なお、適切な色素分子を選択することにより圧力、酸素濃度、温度分布など、様々な物理量が流路壁面上の二次元分布として計測できる可能性を秘めている。マイクロデバイスの開発においては、流動抵抗低減には圧力分布が、熱管理には温度分布が非常に重要となるため、流路壁面上の様々な物理量を二次元分布として計測できるスマートマイクロ流路はデバイス開発の進展へも大きな貢献が期待できる。

## 3. 研究の方法

### (1) PDMS による PSP の機能の確認

PDMS が PSP の色素分子を固体表面へと固定するための高分子として利用されていた実績があることから、実際に通常の PSP として機能することを確認する。さらに、様々な圧力範囲に対して適切な感度を有する色素分子の候補に対し、PDMS に対する含有量と圧力範囲、感度の関係性を特性調査により明らかにする。

### (2) 計測系の構築

サンプル調査によって選定された色素分子を PDMS に含有させてマイクロ流路形状としたスマートマイクロ流路を作製する。実際に作製したスマートマイクロ流路が型の再現性を持つことの確認を行うとともに、そのまま発光を観察することにより通常の PSP として利用した場合に対する特性の変化の確認も行う。

その後、作製したスマートマイクロ流路を顕微鏡下で観察するための光学系の構築を行う。

### (3) マイクロ気体流れへの適用

実際にスマートマイクロ流路で流れを発生させ、定量的に壁面上分布の可視化計測が可能であることを実証する。まずは流路形状としては圧力分布を捉え易いように大きな圧力変動の生じるノズル形状とする。また、PSMFによる圧力分布計測と、直接シミュレーションモンテカルロ法(DSMC)による数値解析によって妥当性を比較検証する。

流体として気体を適用した場合、PDMSが酸素透過性を有しているために、PSPとして利用できる利点とは裏腹に流路外との流体の流入が流れ場を変化させてしまう恐れが考えられる。そのため酸素透過性の影響が無視できない場合には、気体遮断性の層を設けるなどの流路構造の見直しを実施する。

### (4) マイクロ液体流れへの適用

液体を対象としたマイクロ流れでは流路壁面の濡れ性を変化させることで流れの特性を引き出すことも多いが、一方で濡れ性を変化させるためのシラン化や酸素プラズマ処理によって、色素分子が影響を受けて基礎特性を変化させてしまう恐れもある。そこで、実際に処理を行って表面の濡れ性を変化させ、測定や流路形成能などへの影響を調べる。

スマートマイクロ流路への液体の適用性を確認するために、二流体の混合流路を作製して実証試験を実施する。液体においては大きな圧力変動が期待できないため、酸素濃度の変動の大きい流れ場として酸素と窒素をバブリングすることにより酸素濃度に高低差をつけた二流体の混合状態において検証を行う。

### (5) 温度計測への試み

温度計測は感温塗料(TSP)を利用することにより実現できることが期待されるが、TSPの原理においては色素分子の熱による発光の変化を利用しており、酸素分子の影響を受けることは好ましくない。そのため、PDMSが持つ酸素透過性を考慮すると、酸素分子の影響を受けない適切な色素分子の選定、あるいは酸素を遮断するような工夫をPDMS表面に施すことが必要となる。そこで、実際に温度に対してもスマートマイクロ流路を作製して実証試験を行う。ここでも、大きな温度変化が生じる流路形状を選択する。

最後には、圧力と温度に感度を持つ色素分子を同時に含有するスマートマイクロ流路を作製し、マイクロ気体流れにおける圧力と温度の同時計測を試みる。また、液体流れにおける酸素濃度と温度の同時計測にも挑戦する。この際、従来の知見からも明らかかなように照射する光と色素分子が吸収する波長、発光する波長が互いに干渉しないことが重要となる。また色素分子同士の相互作用によってスマートマイクロ流路中での分散性に変化が起きないように注意する必要もある。

## 4. 研究成果

### (1) PDMSによるPSPの機能の確認

まず、PSPの色素分子をPDMSに含有させた塗料が通常のPSPとして機能することを確認した。その後、色素分子の候補の特性調査を実施することで、色素の選択を行った。また、マイクロ流れに適用する際に特に重要となるのは、色素分子のPDMSに対する分散性であるため、作製したサンプルにおける凝集の程度を考慮しながら評価した。さらに、圧力分布がない場においては酸素濃度に対する計測が可能であることを確認した。

次に、空間分解能について解析的に考察を行い、測定結果に対して定量的な評価が行えるようにした。

### (2) マイクロ気体流れへの適用

マイクロ気体流れに適用する際には、PDMSが酸素透過性を有しているために、PSPとして利用できる利点とは裏腹に流路外との流体の流入が流れ場を大きく変化させてしまうことが明らかとなった。そこで、色素分子を含有する層の上に気体遮断性の層と組み合わせることで、流れ場への影響を排除した。気体遮断性層の材料や厚さに関する調査を行い、最適な条件を探索した。

次に、実際のスマートマイクロ流路による実証試験においては、まず、直線形状のマイクロ流路における圧縮性流れを対象として圧力分布計測を行った。そして、入口・出口効果による流れ場への影響を従来手法では不可能であった圧力分布として計測することに成功した。さらに、障害物が流路内に設置されている条件や曲がり管などの複雑な形状の流路における実証試験を試みた。

### (3) マイクロ液体流れへの適用

PDMSはガラス面と接着する際に表面を親水性にする処理が行われることが多いが、その処理による基礎特性への影響の有無を、流体を液体として調べた。その結果、表面処理を行っても問題なく測定できることを確認した。

マイクロ液体流れに適用するために、二流体の混合流路を作製して実証試験を実施した。窒素をバブリングすることにより酸素濃度に高低差をつけた二流体の混合状態を観察した。その結果、液体の場合においてもPDMSの酸素透過性の問題が明らかとなったため、気体の場合と同様に気体遮断性の層の材料の調査を行い、最適な条件を探索した。そして、酸素濃度分布より混合状態を定量的に評価することに成功した。

### (4) 温度計測への試み

スマートマイクロ流路として圧力のみならず温度に対する計測を行うために、PSPによる圧力分布計測に倣い感温塗料(TSP)を拡張した温度分布計測を行った。そのため、圧力分布計測開発時と同様にスマート流路

製作に対する最適な条件の探索を行った。そして、超音速流れにおける実証実験を行い、流路下流における大幅な温度低下を確認するとともに、温度変化を伴う場合に適用した際の圧力測定における問題点を明らかにした。その結果、温度分布計測に関してもスマートマイクロ流路を利用できる可能性が非常に高いことが明らかとなった。

#### 5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕(計4件)

松田佑, 山口浩樹, 新美智秀, 微小流路壁面における圧力分布の可視化, 可視化情報, 査読無, 33, 2013, 61-65.

Y. Matsuda, R. Misaki, H. Yamaguchi, T. Niimi, Pressure-Sensitive Channel Chip for Visualization Measurement of Micro Gas Flows, Microfluidics and Nanofluidics, 査読有, 11, 2012, 507-510.

DOI: 10.1007/s10404-011-0825-2

松田佑, 山口浩樹, 江上泰広, 新美智秀, 感圧塗料の空間分解能に関する考察, 日本機械学会論文集B編, 査読有, 78, 2012, 1260-1266.

DOI: 10.1299/kikaib.78.1260

松田佑, 山口浩樹, 江上泰広, 新美智秀, 感圧塗料計測における誤差評価, 日本機械学会論文集B編, 査読有, 77, 2011, 1189-1200.

DOI: 10.1299/kikaib.77.1189

〔学会発表〕(計9件)

Y. Matsuda, Y. Kawai, S. Shibayama, H. Yamaguchi, T. Niimi, Pressure Measurement of Gas Flows Through a Micro-Channel by Phosphorescence Dye, 24th 2013 International Symposium on Micro-NanoMechatronics and Human Science, 2013.11.04-07, Nagoya, Japan.

松田佑, 河合佑亮, 柴山尚武, 山口浩樹, 新美智秀, 感圧性色素を用いたマイクロ気体流の可視化計測, 日本流体力学会年会 2013, 2013年09月12日-14日, 東京農工大学, 東京.

河合佑亮, 松田佑, 柴山尚武, 山口浩樹, 新美智秀, 感圧流路チップを用いたマイクロ気体流の可視化計測, 第41回可視化情報シンポジウム, 2013年07月16日-17日, 工学院大学, 東京.

Y. Matsuda, H. Yamaguchi, T. Niimi, Pressure measurement techniques based on luminescent molecules for micro gas flows, ASME 2013 11th International Conference on Nanochannels, Microchannels, and Minichannels (招待講演), 2013.06.16-19, Sapporo, Japan.

松田佑, 丸山央峰, 長島史裕, 江上泰広,

山口浩樹, 新井史人, 新美智秀, 酸素感応色素分子を用いた溶存酸素濃度計測, 2012年可視化情報学会全国講演会, 2012年10月04日-05日, 姫路商工会議所, 兵庫.

Y. Matsuda, H. Yamaguchi, T. Niimi, Development of Pressure-Sensitive Channel Chip for Micro Gas Flows, 1st European Conference on Gas Micro Flows, 2012.06.06-08, Skithos, Greece. T. Niimi, New Possibilities of Laser-induced Fluorescence and Pressure Sensitive Paint, Korea-Japan Joint Seminar on Measurements for Multi-scales & Multi-physics, 2011.12.02-04, Jeju, Korea.

T. Niimi, Challenge to New Measurement Techniques with LIF and PSP, Diagnostik in Verbrennungen 7 (DIV7), 2011.9.28-29, Berlin, Germany.

松田佑, 見崎亮太, 山口浩樹, 新美智秀, 感圧流路チップによるマイクロ気体流の可視化計測, 2011年可視化情報学会全国講演会, 2011.09.26-27, 富山国際会議場, 富山.

#### 6. 研究組織

##### (1) 研究代表者

新美 智秀 (NIIMI TOMOHIDE)

名古屋大学・工学研究科・教授

研究者番号: 70164522

##### (2) 研究分担者

山口 浩樹 (YAMAGUCHI HIROKI)

名古屋大学・工学研究科・准教授

研究者番号: 50432240

松田 佑 (MATSUDA YU)

名古屋大学・工学研究科・助教

研究者番号: 20402513