

高出力レーザ回折散乱装置を用いた nanoGALF により生成したナノバブルの定量測定

Quantitative measurement of nano-bubbles generated by nanoGALF using high power laser diffraction equipment

○ 小林秀彰 (IDEC) 前田重雄 (IDEC) 藤田俊弘 (IDEC)

丸山充 (島津製作所) 島岡治夫 (島津製作所) 市村克彦 (島津製作所) 寺坂宏一 (慶應大)

○ KOBAYASHI Hideaki, MAEDA Shigeo, FUJITA Toshihiro,
MARUYAMA Mitsuru, SHIMAOKA Haruo, ICHIMURA Katsuhiko, TERASAKA Kouichi

Abstract Quantitative measurement of nano-bubbles is very important for the research and development of nano-bubbles. With laser diffraction scattering method, particles of wide size range, from μm to nm, can be measured. In our experiment, we found a correlation between scattered light intensity and the number of nano-bubbles. Also, we calculated volume concentration in water with laser diffraction scattering method, and the results were compared with tracking analysis method. In this paper, we report on quantitative measurement by utilizing high-power laser diffraction scattering method.

Keywords: Nano-bubbles, Quantitative measurement, Laser diffraction, Scattered, Tracking

1. 諸言

ナノバブルは食品・化粧品・薬品・半導体・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[1]-[3]。ナノバブルの粒子径・個数を測定する方法は、従来は確立していなかったが、昨今いくつかの測定装置でナノバブル計測が可能となってきた[4]。

ナノバブルの計測法としては、現在レーザ回折・散乱法、トラッキング法などが存在する。トラッキング法は液中を浮遊するナノバブルにレーザ光を水平照射することで側方散乱光を検出し、ブラウン運動速度から粒子径・個数を計測する革新的手法であり、その先駆的な方法により多くのナノバブル計測に用いられてきた[5]-[6]。Table 1に示した通り、粒径計測範囲についてトラッキング法は30~1000nmである。

一方、レーザ回折・散乱法は古典的に確立された原理に基づいているが、つい最近までは、SALD-7100 装置ではレーザ光出力が十分でなくナノバブル計測が不可能であった[7]。このレーザ回折・散乱法は、10~1,000,000nmとnmオーダーから μm オーダーまでの幅広い範囲で計測でき[8]、定量測定が可能になればナノバブル計測手段として極めて有効である。

今回、高出力のレーザ光源を装備したレーザ回折・散乱

装置 SALD-7100H を用いることで、SALD-7100 と比べて数十倍の高感度を実現し、ナノバブルの定量測定の検討を行った結果を報告する。

2. 原理

2.1 レーザ回折・散乱法

レーザ回折・散乱法による粒子径分布測定はナノバブルによる光散乱の角度分布が粒子径に依存する現象に寄与する。粒子径の大きな粒子ほど散乱角は小さく、小さな粒子ほど散乱角は大きい。今回、ナノバブルの粒子径分布測定に用いた装置を Fig.1 に示す。まず、液体中における試料濃度、検出感度および光路長が適切に維持されたバブル試料をレーザ光が横切るよう通過させる。

ナノバブルによって様々な角度に散乱された光は、集光レンズによって集光され、焦点距離の位置に同心円状のイメージを結像する。結像されたイメージを複数の検出素子から構成される前方散乱光センサで検出した。側方および後方散乱光も各センサで検出した。検出された散乱パターンから逆演算によって粒子径分布（相対的）を求める。

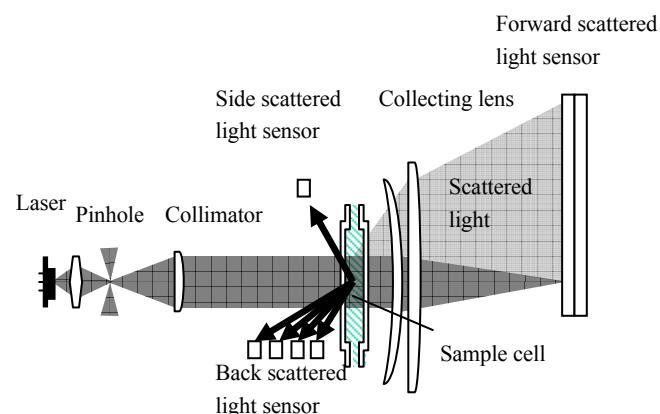


Fig. 1 High power laser diffraction equipment

Table 1 Comparison of two kinds of measurement methods

	Measurement method	
	Laser diffraction	Tracking analysis
Measurement range (nm)	10~1,000,000	30~1000
Sample quantity (mL)	7	0.5
Solvent for measurement	No need	No need
Micro-bubble measurement	Possible in all of μm region	Impossible
Apparatus manufacturer	Shimadzu Corp. SALD-7100H	NanoSight Ltd. LM-20

2.2 定量化

散乱パターンの強度は粒子径分布が同一ならばバブル濃度に比例する。そのため、粒子径と濃度が既知である標準粒子を用い校正を行い、標準粒子とナノバブルとの差異を Mie 散乱理論に基づいて補正することで、光強度から水中に含まれているナノバブルのボイド率および体積基準の粒子径分布（絶対的）を求める。

バブルは球形だと仮定できるので、体積基準の粒子径分布から個数基準の粒子径分布に変換することが可能である。粒子径の分画区間において平均粒子径に基づいてバブル 1 個あたりの体積を求め、分画区間ごとの体積を割れば、個数を求めることができる。

3. 実験方法

現在ナノバブルの定量計測が可能な Nanosight 社製 LM-20 を用いて、nanoGALF で製造したナノバブル水の個数密度を測定し、2.5 億個/mL、6.2 億個/mL、15.8 億個/mL の個数密度を持つナノバブル水を 3 種類用意した。用意したナノバブル水をレーザ回折・散乱法により散乱光強度分布を測定した。

また、粒子径・濃度が既知の標準粒子で校正を行い、散乱光強度分布を測定し、標準粒子とナノバブルとの差異を Mie 散乱理論に基づいて補正することでナノバブルのボイド率を求め定量化を行った。

4. 実験結果および考察

測定結果の一例を Fig.2 に示す。横軸が前方散乱、側方散乱、後方散乱に対応したセンサ番号であり縦軸が散乱光強度である。センサ番号 0 から 65 までが前方散乱光センサから、66 から 70 までが側方および後方散乱光センサから検出された散乱光である。散乱光のセンサ素子番号が大きいほど、散乱角が大きく径の小さな粒子に寄与している。Fig.3 は Fig.2 から求めたナノバブルからの散乱光強度の積算値と粒子数の関係である。Fig.3 より、ナノバブルからの散乱光が検出され、個数密度の増加とともに散乱光強度が直線的に増加することが確認された。

粒子径・濃度が既知の標準粒子で校正を行い、ナノバブルの散乱光強度からボイド率を導出した結果を Table 2 に示す。本来は分画区間ごと計算する必要があるが、大まかな計算として、仮にナノバブルの粒径が 100nm であると仮定して個数密度を求めた。個数密度について NanoSight LM-20 による結果と似た傾向を示していることがわかる。

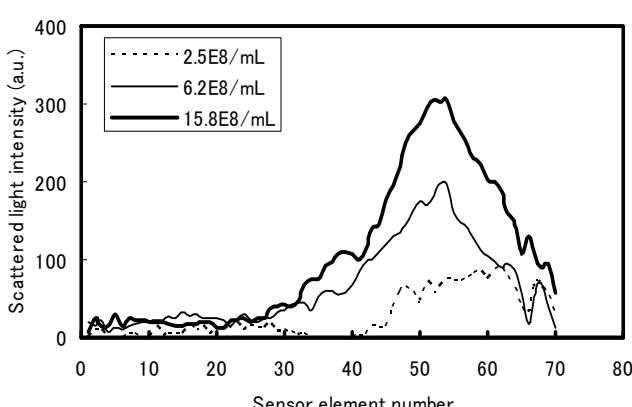


Fig. 2 Scattered light intensity distribution from nano-bubbles

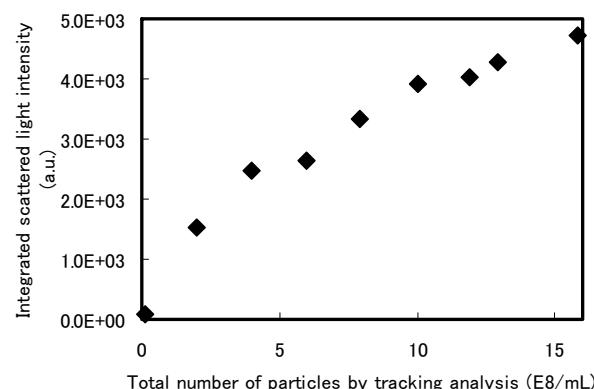
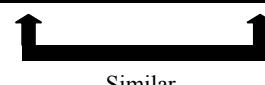


Fig. 3 Increase of scattered light intensity by the number of nano-bubbles

Table 2 Total number of nano-bubbles measured by two kinds of methods

Void fraction by SALD (ppm)	Calculated total number by SALD (E8/mL)	Total number by NanoSight (E8/mL)
0.0071	0.13	0.51
0.14	2.68	1.26
0.64	12.2	15.8



5. 結言

高出力レーザ回折・散乱装置を用い、nanoGALF により生成したナノバブルの定量測定の検討を行った。ナノバブルからの散乱光を検出し、バブル数と散乱光強度に関係性があることを確認した。さらに、濃度が既知の標準粒子で校正することにより、検出されたナノバブル水の散乱光強度からボイド率を求め、個数密度に換算することで定量計測の可能性を確認した。今後、測定法によりボイド率が異なる要因を明確にしていく必要がある。また、ボイド率から体積基準の粒子径分布を求め、分画区間ごとの体積を割り個数基準の粒子径分布を求めていくなど、定量測定の精度向上に向けたより慎重な検討が必要である。

ナノバブル技術は、様々な産業応用があることから、計測方法を世界的に国際標準化していくことが必要となってきた。今後、高精度計測方法の確立に向けなお一層の研究開発を進めていく予定である。

参考文献

- [1] 大下誠一, 混相流学会 第2回マイクロバブル・ナノバブル技術講習会, pp.1-8(2010).
- [2] 寺坂宏一, マイクロバブル・ナノバブルの食品・農業分野への応用, シーエムシー出版, Vol.41, pp.5-6(2012)
- [3] 石田芳明ほか, 混相流学会 第2回マイクロバブル・ナノバブル技術講習会, p29-40(2010).
- [4] 前田重雄ほか, 日本混相流学会年会講演会 pp.432-433(2011)
- [5] 前田重雄ほか, 日本混相流学会年会講演会 pp.430-431(2011)
- [6] 前田重雄ほか, 分離技術会年会講演会, pp.61 (2011)
- [7] 寺坂宏一ほか, 日本混相流学会年会講演会, pp.424-425 (2011)
- [8] 島岡治夫, 島津評論, Vol.63[1-2], pp.101~109(2006)