

マイクロ流体デバイスと蛍光相関分光法の組み合わせによる 微小すきまの潤滑剤粘度・流速のすきま一定型計測

Constant-gap measurement of lubricant viscosity and flow velocity in small gaps by combination of microfluidic device and fluorescence correlation spectroscopy

名大・工（学）*高島 純平 名大・工（正）福澤 健二

名大・工（正）東 直輝 名大・工（正）伊藤 伸太郎 名大・工（正）張 賀東

Junpei Takashima, Kenji Fukuzawa, Noaki Azuma, Shintaro Itoh, Hedong Zhang

Nagoya University

1. はじめに

精密加工技術の発展に伴い、高精度なしゅう動面が実現され、ナノすきま潤滑技術が様々な分野で重要となってきた。ナノすきまの潤滑剤はマクロなすきまとは異なる流体特性を持つことが明らかにされており、その定量化はナノすきま潤滑技術に不可欠である。とくにその特性はすきまに強く依存するため、すきまを制御した測定が必須である。しかし、従来の測定法では、しゅう動面の平行度の確保を容易とするため、球と平面の組み合わせなどの曲面をしゅう動面として用いることが多い。この場合、球面の中心と端などしゅう動面の場所によってしゅう動すきまが異なり、測定される特性はそれらの寄与の総和となる。そのため、結果の解釈が難しくなる。我々は、マイクロ流体デバイスと蛍光相関分光法（FCS）を組み合わせることで、すきまが位置に依らないような微小すきまにおける粘度測定法を提案した¹⁾。本発表では、一様な微小すきまにおける粘度と流速を定量化する方法（すきま一定型計測法）を提案する。

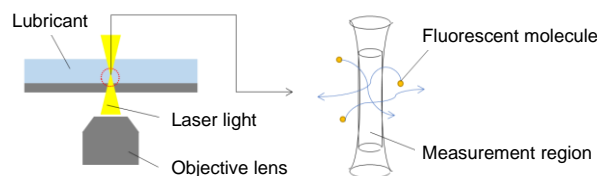


Fig. 1 Schematic for measurement of viscosity and flow velocity of lubricant that confined in small gaps using fluorescence correlation spectroscopy (FCS).

2. 蛍光相関分光法による微小すきまの粘度・流速の測定法

蛍光相関分光法（FCS）は、図1に示すように、共焦点顕微鏡の集光領域（測定領域と呼ぶ、半径 w は 100 nm オーダ）内の蛍光強度 $I(t)$ を測定するものである²⁾。蛍光分子一分子が、拡散もしくは流れによって測定領域を通過する際の蛍光強度の時間変化の時定数 τ を測定する。時定数 τ は、 $t = t$ と $t = t + \Delta t$ (Δt はずらし時間) の間の蛍光強度の相関である自己相関関数 $G(\Delta t)$ を測定することにより求められる。自己相関関数 $G(\Delta t)$ は式(1)で表される。

$$G(\Delta t) = \frac{I(t)I(t+\Delta t)}{I(t)^2} \quad (1)$$

時定数 τ が大きいということは、通過時間が長い（拡散係数が小さい、あるいは流速が遅い）ことを意味する。この場合、蛍光分子は動きにくいので、拡散による場合、周囲の液体の粘性は高いことになる。 τ_{diff} から $D = w^2/4\tau_{diff}$ で拡散係数 D が得られ、 D から粘度 η は、アインシュタイン・ストークスの式 $\eta = k_B T / 6\pi D r$ を用いて求められる。ここで、 k_B , T , r はそれぞれボルツマン定数、温度、蛍光分子の半径である。また、流れによる時定数 τ_{flow} から、流速 v は $v = 2w/\tau_{flow}$ で得られる。

拡散による時定数 τ_{diff} と流れによる時定数 τ_{flow} と自己相関関数 $G(\Delta t)$ の関係は、理論的に以下で与えられている。

$$G(\Delta t) = \frac{1}{N} \left(\frac{1}{1 + \frac{\Delta t}{\tau_{diff}}} \right) \sqrt{\frac{1}{1 + \frac{1}{s^2} \left(\frac{\Delta t}{\tau_{diff}} \right)^2}} \exp \left\{ - \left(\frac{\Delta t}{\tau_{flow}} \right)^2 \left(\frac{1}{1 + \frac{\Delta t}{\tau_{diff}}} \right) \right\} \quad (2)$$

以上、測定手順としては、まず測定領域内の蛍光強度の時間変化 $I(t)$ を測定し、式(1)を用いて自己相関関数 $G(\Delta t)$ を求める。その後、拡散による時定数 τ_{diff} と流れによる時定数 τ_{flow} をフィッティングパラメータとして、 $G(\Delta t)$ を式(2)でフィッティングすることで、時定数 τ_{diff} と τ_{flow} を求め、粘度 η と流速 v を得る。このように、本法では時定数 τ_{diff} と τ_{flow} を同時に得ることで、粘度 η と流速 v を同時に得ることができる。

3. 試料と実験方法

図2は、ナノすきまの流路を有するマイクロ流路の模式図である。一様なマイクロすきまを持つマイクロ流体デバイスをMEMS技術を用いて作製した。反応性イオンエッチングを用いて、シリコン基板上にマイクロ深さ流路を作製した。その際、マイクロ深さ流路の一部をエッチングしないでおいた。その後、エッチングしなかった部分を集束イオンビーム(FIB)エッチングでナノメートル深さまでエッチングし、ガラス基板を陽極接合し封止することで、マイクロすきま流路の一部にナノすきま流路も形成する。

試料液体にはシリコンオイルを使用した。蛍光分子には、油溶性蛍光分子であるナイルレッドを用いた。ナイルレッドは半径1 nm オーダーの小分子であるため、ナノメートルすきまの測定まで可能である。

4. 実験結果

深さ10 μm の流路を用いて、試料の粘度を測定し、粘度として10.5 mPa sを得た。試料液体のバルク粘度は9.8 mPa sであり、本粘度測定法の妥当性を確認できた。

図3にマイクロすきま流路における流速の測定結果を示す。粘度測定と同様に深さ10 μm の流路を用いた。流路の一端に加圧機構を加え、流路内に圧力流れを発生させ、試料液体の流速を測定した。図3には、測定した流速と印加圧力の関係を示す。図には理論で予測される値を直線で示した。圧力30 kPa以上では、測定値は理論値とおおむね一致しており、本流速測定法の妥当性を確認できた。圧力10 kPaでのずれは、流速が低下することで時定数 τ_{diff} と τ_{flow} の差が小さくなるためとが考えられるが、詳細は今後の検討課題である。

5. おわりに

マイクロ流体デバイスと蛍光相関分光法(FCS)を組み合わせることで、場所に依らず一様な微小すきま内の潤滑油の粘度と流速を測定する方法を提案した。マイクロ流体デバイスを試作し、マイクロ深さの流路について、提案する粘度と流速測定法の妥当性を示した。

謝辞

本研究の一部は、科学研究費補助金(20H00214)の助成を受けて実施した。

文献

- 1) 高島, 長谷川, 福澤, 東, 伊藤, 張, トライボロジー会議 2021 春, E28 東京 (2021).
- 2) I. D. Santo, F. Causa, and P. A. Netti, Subdiffusive Molecular Motion in Nanochannels Observed by Fluorescence Correlation Spectroscopy, *Anal. Chem.*, vol. 82, 997-1005 (2010).

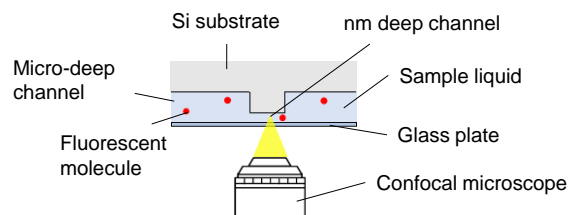


Fig. 2 FCS measurement in nm-gaps fabricated in micro channel.

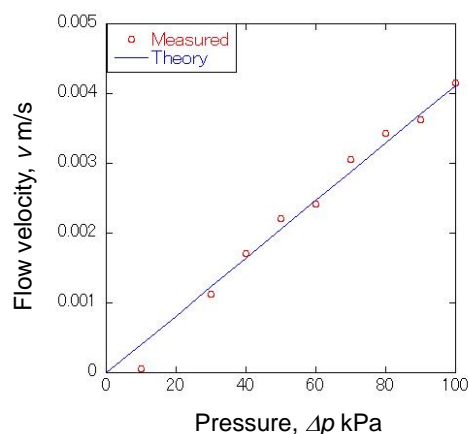


Fig. 3 Measured relationship between pressure and flow velocity of lubricant in 10- μm gap by FCS measurement.