

μ-TAS(マイクロタス)に関する研究 (まとめ)

浅野 健治* 小泉 洋人* 谷萩 雄一朗* 加藤 健** 元木 努***

1. はじめに

環境管理や健康増進の分野で、誰でも簡単に検査ができる簡易な装置が望まれており、マイクロチップ等のデバイスが注目されている。そのようなデバイスに送液、混合(分離)、検出などをチップ上で行う μ-TAS (micro total analysis system : マイクロタス) がある。μ-TAS は、チップ上に微小流路や送液部、検出部などを集積した小さな総合化学分析システムのことである。機器を小型にでき持ち運び、少量のサンプルで分析でき、短時間に現場で判定できるといった特徴を持つ。バイオセンサやケミカルセンサとして製品化が期待されている。

2. 目的

本研究は、平成 16~18 年度で μ-TAS に必要なセンサチップや微小流路などを MEMS 技術により作製することを目指す。チップ上の化学反応を検出する方法には光学的な方法と電気化学的な方法があるが、我々は、物質の選択性を持たせることができ、機器全体をコンパクトにできる電気化学的方法を採用した。

平成 18 年度はマイクロプラストを用いた微小流路作製実験、μ-TAS のイメージを形にするために測定結果表示装置の試作を行った。

3. 実験方法

3.1 マイクロプラスト加工

ガラス基板に流路を作製する際に必要となる加工特性を調べるため、マイクロプラストを用いて微小流路作製の基礎実験を行った。厚さ 0.5mm のガラス基板にドライフィルムレジスト(東京応化工業 BF405 : 厚さ 50μm) を貼り、露光装置でマスクパターン(図 1) を転写する。転写するパターンはパソコンのソフトウェアで作製し、OHP フィルムにインクジェットプリンタで印刷した。流路幅は約 150μm とした。パターンを転写したレジストを 0.3%炭酸ナトリウム水溶液で現像した。これにより露光されない流路の部分が溶解しガラスが露出する(図 2)。

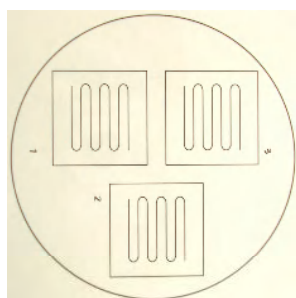


図 1 マスクパターン

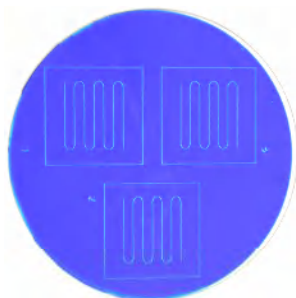


図 2 パターンを転写した基板

マイクロプラスト加工装置(エルフォテック ELP-1TR)を用いて基板に微小流路を加工する。加工条件として、研磨剤はアルミナ粉末#1200 を使用、ノズル移動速度 5.0m min⁻¹、ピッチ送り量 500mm min⁻¹ とした。図 3 に示すように、パターン全体を加工して 1 パスとして加工パス数と流路の深さを調べた。

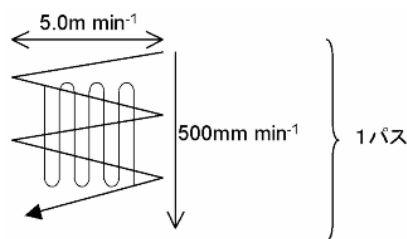


図 3 ノズルの移動とパス

3.2 測定結果表示装置の試作

センサチップを用いた分析には、測定結果を表示する装置が不可欠である。そこで、携帯型の表示装置を試作した。作製する測定結果表示装置は 3 電極式のポテンショスタットである。参照電極~作用電極間に自然電位に対して酸化還元電位を印加、その時に補助電極~作用電極間に流れる電流を測定する。図 4 に測定原理を示す。

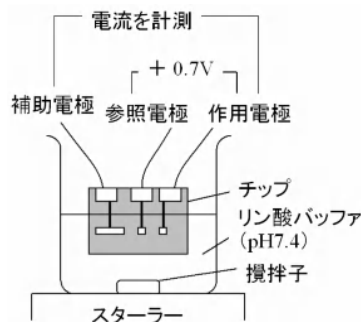


図 4 ポテンショスタットの原理

作製する回路は、自然電位に対して酸化還元電位を印加するための定電圧回路と電流を測定する I-V 変換回路および増幅回路からなる。測定レンジ 0~100nA、分解能 1nA を達成するため、ノイズを減らすためにコンデンサを組み合わせ、誤差を小さくするためにオフセット電圧・バイアス電流の小さいオペアンプを選定した。9V の乾電池からマイコンを駆動する 5V を安定に供給するために 3 端子レギュレータを用いた。

スタートスイッチを押すと、まず自然電位を計測し、それに対して酸化還元電位(任意に設定可能)を印加する。このときに流れる電流を計測し電圧に変換して

マイコンに送り込んでいる。電流値は計測値を 16bit のマイコンに取り込んで演算させ、その結果を液晶表示部に表示させた。A/D 変換により 0.1nA/1bit、50ms 間隔で電流値を取り込んでいる。フルスケールで約 100nA まで測定できる仕様とした。図 5 に試作した測定結果表示装置を示す。

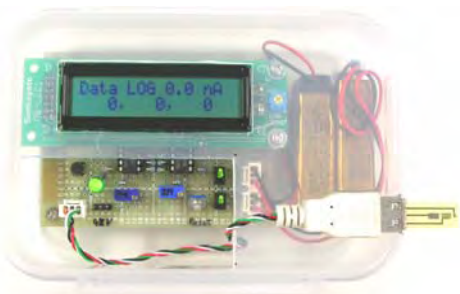


図 5 作製した測定結果表示装置
(製作協力：技術基盤部門 若生 進一)

試作した測定結果表示装置の性能を確認するため、市販の電気化学測定装置（北斗電工 HZ-5000）と電極（BAS 社製）を用いて過酸化水素の検出実験を行った。作用電極および補助電極には白金電極（Pt）、参照電極には銀/塩化銀電極（Ag/AgCl）を用いた。酸化還元電位として作用極に +700mV を印加した。溶液は 0.1M リン酸バッファ(pH7.4) を 20mL とし、スターラでゆっくりと攪拌しながら終濃度が 0~100 μM になるように過酸化水素を滴下し、その時の酸化還元電流を測定した。

4. 結果及び考察

4.1 マイクロプラスト加工

加工後の流路の形状をデジタルマイクロスコープ（キーエンス VHX-200）を用いて評価した。図 6 は、流路幅について示したものである。右は OHP シート、中はレジスト、左は 1 パス加工のものである。2~5 パスの加工についても同様に確認したところ、いずれも流路幅は約 150μm 程度であり、マスク上の幅で加工できることが確認できた。

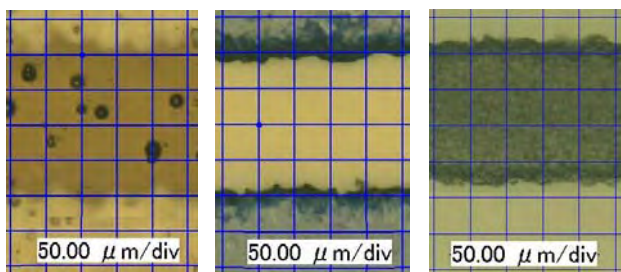


図 6 流路幅（右：マスク、中：レジスト、左：1 パス後）

流路壁面にある凸凹は、マスク作製にインクジェットプリンタを用いているので、その液滴によるものと思われる。研磨剤はアルミナ粉末#1200 を使用しており、粒径は 13μm 程度であり、加工時のチッピングの影響もあると思われる。壁面の凸凹は大きいもので約 30μm 程度と推測され、流路幅が狭いときにはその影

響が大きくなるが、流路幅が広い場合には影響は相対的に小さくなると考えられる。

流路の深さとパス数について図 7 に示す。パス数が多くなれば流路も深くなるが、1 パスあたりの加工深さは徐々に小さくなっている。これは、流路が深くなるにつれて、その奥まで研磨剤が入りにくくなるためであると考えられ、加工レートが低下していくと考えられる。

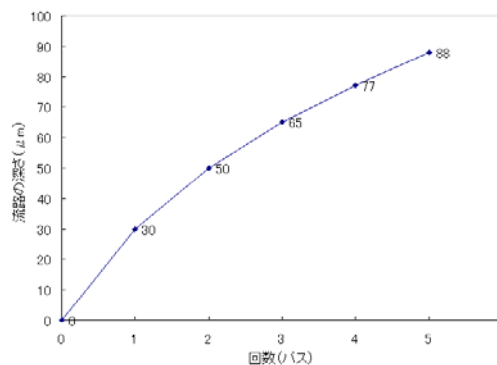


図 7 加工パス数と流路深さ

加工した流路の断面形状はマイクロスコープの画像合成機能を用いて観察した。底面が丸みを帯びた U 字形となり、1~5 パスにおいてほぼ同じ傾向であった。図 8 に 4 パスで加工したときの断面を示す。画面で明るい部分はガラス基板の平面で、暗い部分が加工した流路部である。基板の平面が凸凹しているのは画面合成しているためである。

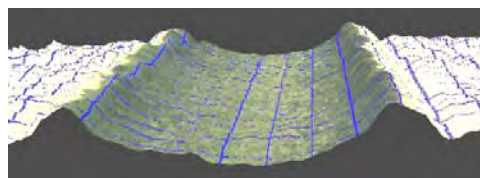


図 8 4 パスで加工した流路の断面（合成画像）

4.2 測定結果表示装置

試作装置と市販装置での測定結果を図 9 に示す。どちらの測定結果もほぼ同等の値を示し、試作した測定装置が正常に動作していることが確認できた。

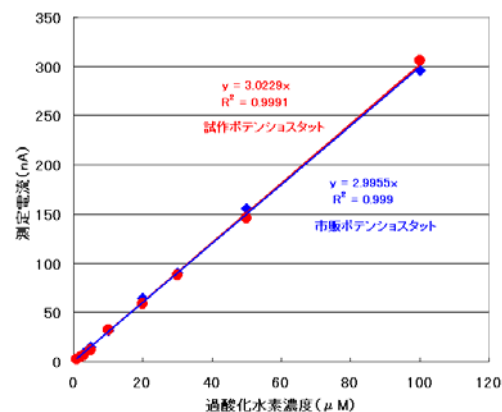


図 9 市販品と作製したポテンシostatの比較

5. まとめ

今回は、マイクロプラストを用いた微小流路作製実験と μ -TAS のイメージを形にするために測定結果表示装置の試作を行った。

マイクロプラストによる加工では、マスクパタンの作製、レジストへの転写、流路加工という一連の作業を踏まえて流路加工の特性を確認することができた。加工には様々なパラメータが関与している。引き続き加工特性のデータを集めていく予定である。

測定結果表示装置の試作では、市販の電気化学測定装置と同じように微小な電流まで測定可能な携帯型の装置を作製することができた。計測の分解能を高めるための A/D コンバータの選定や、低消費電力のマイコン、表示機能の充実、小型のオペアンプ、無線モジュールを組み込むことにより、さらなる小型化や無線通信機能の付加などを検討していく予定である。

これまでに本研究では μ -TAS に必要なセンサチップや微小流路などを MEMS 技術により作製した¹⁾²⁾。

センサチップはリソグラフィ技術を用いて作製し、酵素を固定化して乳酸センサや糖分センサを作製し、カーボンを電極材料としてセロトニンセンサを作製した。いずれも血中濃度相当の検出ができた。ピエゾ素子を用いたダイヤフラム式の小型送液ポンプの試作も行った。流路は PDMS (シリコン系樹脂) で作製し、送液実験等を行った。センサチップと組み合わせて過酸化水素の測定を行った。

今後は、これらの技術をもとにして環境水検査用のデバイス開発、新製品開発支援に向けて研究を進めていく予定である。

参考文献

- 1) 茨城県工業技術センター研究報告 第 33 号
- 2) 茨城県工業技術センター研究報告 第 34 号