

薄膜型熱電対を利用した微小液体流量センサの開発

評価技術課 奈須野雅明 加工技術課 小幡勤

1. 緒言

マイクロリアクターにおいて、微小流路内の流量制御や微粒の析出物の目詰まり等を検出するため、流量を逐次モニタリングする必要性は高い。一方で、流路が狭い故に、流路内に可動部を設ける測定手法では目詰まりや洗浄等のメンテナンスが困難になるため課題となっている。そこで、本研究では、流路外に薄膜熱電対を用いた熱センサを設け、熱式の微小液体流量センサの試作評価を行った。

2. 実験方法および実験結果

2.1 微小液体流量センサの試作

図1(1)~(4)に試作した微小液体流量センサの作製プロセスを示す。

(1)NiCr ヒータの作製：24mm 角、厚み 0.1mm のカバー用ガラス基板の上に NiCr を膜厚約 100nm でスパッタリング蒸着し、ウェットエッチングによりパターンニングを行う。

(2)：熱センサの作製：検出感度を上げるため、T 型薄膜熱電対を直列接続構造で設計することを試みた。まず、T 型熱電対金属のコンスタンタン(CuNi 合金)を膜厚約 200nm でスパッタリング蒸着し、リフトオフ法によりパターンニングを行う。次に、Cu を CuNi 合金と同様に膜厚約 200nm で蒸着しパターンニングを行う。

(3)流路基板の作製：厚み 1mm のガラス基板の上に、厚み 1mm のガラス板を 2 枚、中央に 1mm の流路を設けて、エポキシ樹脂接合剤にて接合を行う。

(4)カバー用ガラス基板と流路基板の接合：(1)~(2)にて、作製したガラス基板と、(3)にて作製した流路基板をエポキシ樹脂接合剤にて接合を行う。

試作したヒータ及び熱センサの拡大写真を図2に示す。試作チップの流路上にヒータおよび熱センサの検出部を配置し、0.1mm ガラス基板を介して流路内の溶媒に熱を加え、温められた溶媒の熱をヒータの下流の 2 個の熱センサにて検出する構造とした。また、零接点部は流路上外に設けた。検出部および零接点部は CuNi 合金と Cu がそれぞれ積層しており、ヒータ中央部から熱センサ中央部と熱センサ中央間の距離はともに 1.5mm に設計した。

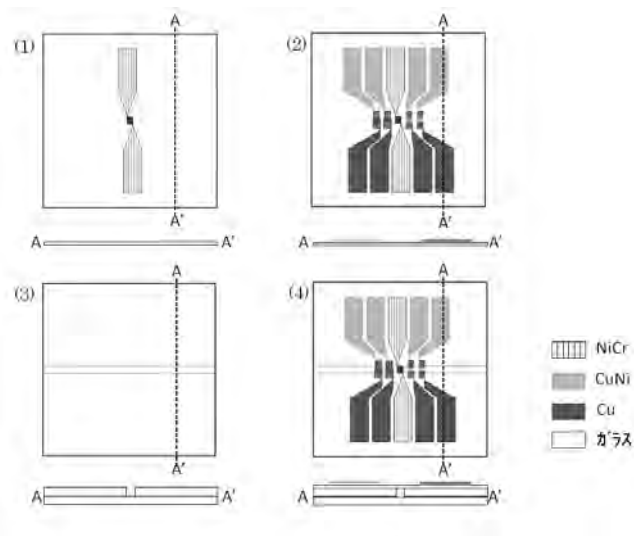


図1 試作チップの加工プロセス

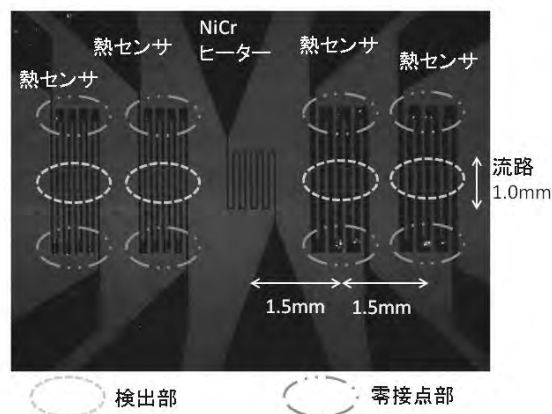


図2 試作チップのヒータ及び熱センサの拡大写真

2.2 流量評価方法及び実験結果

図3に流量評価実験の概要図を示す。マイクロシリンジポンプにて設定流量(0.01、0.05、0.08、0.1、0.2、0.5、1.0ml/min)の純水をキャピラリチューブ(外径 1mm、内径 0.5mm)を通して、試作流量センサの流路に送液した。送液が安定した状態で、ヒータに直流電圧を ON-OFF(約 20V、1~2sec)し、ON 時に温められた流水をヒータ下流の 2 個の熱センサにて検出した。検出した電圧をデータロガーにてモニタリングし、ヒータ下流の 2 個の熱センサが検出したピークからピークの時間差(Δt 、図4参照)より流速を求め、流路断面積 1mm^2 として換算し測定流量を算出した。また、電子天秤では排出液の積算重量を測り、リファレンス流量を求めた。

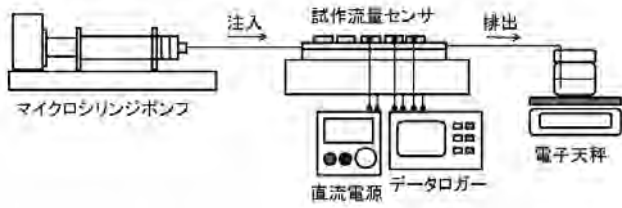


図3 流量評価実験の概要図

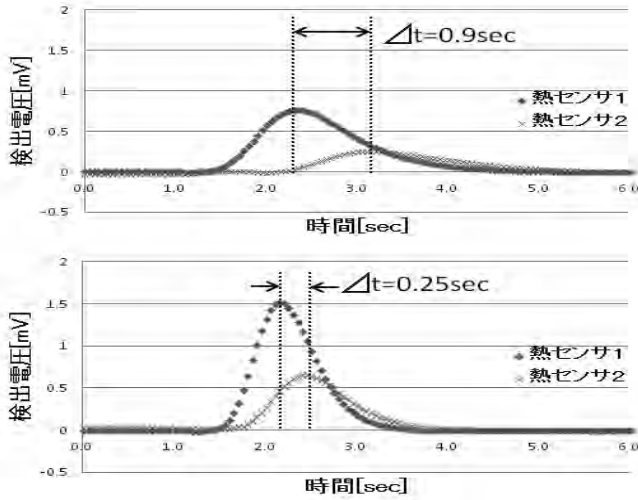


図4 流速の検出例（上：設定流量 0.1ml/min、下：設定流量 0.5ml/min）

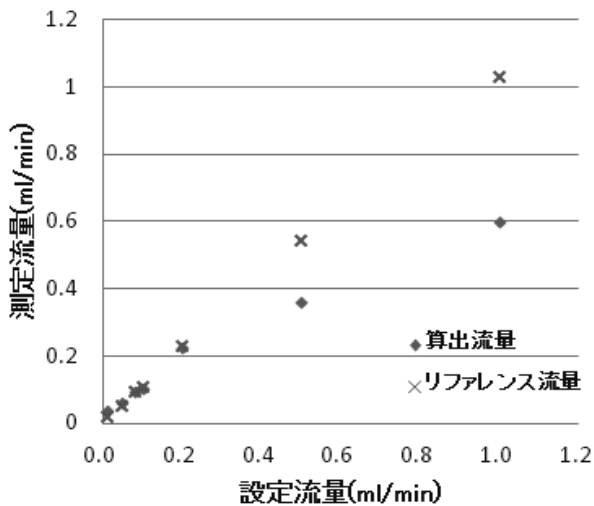


図5 測定流量の評価結果

図5に測定流量の結果を示す。横軸は、マイクロシリンジポンプによる設定流量を示し、縦軸は測定流量として、流速から算出した流量および電子天秤によるリファレンス流量を示す。リファレンス流量においては、評価範囲で設定流量とほぼ一致している。一方、算出流量においては、0.01ml~0.2mlの少ない流量範囲では、設定流量とほぼ一致しているが、0.2ml以上の範囲では、設定流量の増加に伴いより、測定流量が大きく低下した。これは、試作センサが流路内壁側の流速を検出する構造であり、測定流量の増加に伴い流路内壁側と流路中心部における流速に差が生じたことが起因と思われる。今後、流路幅や流路長を変えて試作流量センサの検証を試みたい。また、熱センサの微小化による高感度化や検出間距離を最適化し、流量計測範囲の拡大とともに測定精度について検討し、流量センサの設計指標を明らかにしていく。

3. 結言

微小流路上に薄膜熱ヒーター、および直列に接続した薄膜熱電対を組み込み、熱式の微小液体流量センサの試作評価を行った。その結果、0.01~1.0ml/minの範囲で測定できることを確認した。今後、センサの微小化による高感度化やセンサの配置等を検討し、流量計測範囲の拡大及び検出精度について検討していく。また、バルブ等を用いてマイクロリアクター用途等の流量制御チップへの展開を試みたい。

「参考文献」

- [1] 奈須野ほか、富山県工業技術センター研究報告 No. 25 (2011)P. 49-50, No. 46 (2012)P. 46-47
- [2] マイクロリアクターによる合成技術と工業生産 サイエンス&テクノロジー社 P. 60-74

キーワード：マイクロリアクター、微小液体流量センサ、薄膜熱電対、スパッタリング

Development of microflow sensor using thermopile structure

Evaluate Technology Section; Masaaki NASUNO, Tsutomu OBATA

We tried to develop Type T thin film thermopile for mesurement of microflow. And the velocity of a flowing fluid of the chips were measured in the range of 0.01 to 1.0ml/min. As a result,the characteristic was confirmed by the developed sensors.