

# 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内の反応プロセスにおいて、流路内の流量制御や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が、狭い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、流路内に可動部を設けない熱式の液体流量センサの試作評価を行った結果を報告する。

## 2. 実験方法および実験結果

### 2.1 微小液体流量センサの検出概要及び試作構造

前回はガラス基板上（厚さ 0.1mm）に薄膜ヒーター（NiCr）及び熱電対（T 型 Cu-CuNi 合金）のチップを加工し（図 1 参照）、流路の外側からガラス基板を介して流路内に流れる溶媒に熱を加え、温められた溶媒の熱を、ヒーターの下流に位置する 2 個の熱センサの検出時間の差 ( $\Delta t$ ) にて流速を求め、流量を換算した（図 2(1)参照、以下流路外型）。今回はより高感度化を図るため同チップを用いて流路内側にヒーター及びセンサの表面を配置し、それらを極薄のガラス保護膜で覆うことで、加熱・検出の高効率化（図 2（2）以下流路内型）を図った。

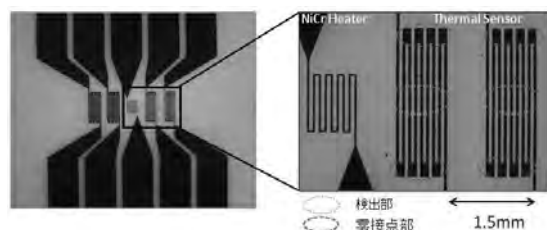


図 1 試作チップの表面写真

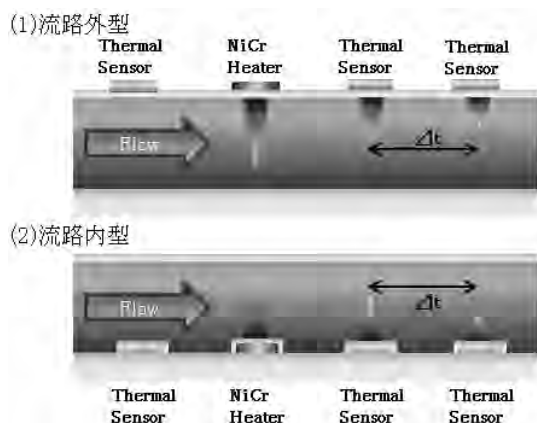


図 2 試作流量センサの概念図

### 2.2 微小液体流量センサ（流路内型）の試作

図 3（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) ヒーターの作製：スパッタリングにてガラス基板上に NiCr 膜を約 100nm の厚みまで成膜し、ウェットエッチングによりパターニング

(2) 熱センサの作製：スパッタリングにて T 型熱電対金属のコンスタンタン（CuNi 合金）膜を約 200nm の厚みを成膜し、リフトオフ法によりパターニング。次に、約 200nm の Cu 膜を成膜し、同法にてパターニング

(3) ガラス保護膜の作製：(1)、(2) で作成した基板のヒーター及び熱センサ部分を除いてガラスのハードマスクで覆い、約 50~100nm のガラス（SiO<sub>2</sub>）を検出部分の保護膜を作製

(4) 流路の作製：ハードマスクを取り除いたガラス基板上に、電極部分を残し中央に 1mm の間隔を設けて、ガラス板 2 枚をエポキシ樹脂接合剤にて接合し流路の壁面とし、その上にガラスを天板として接合

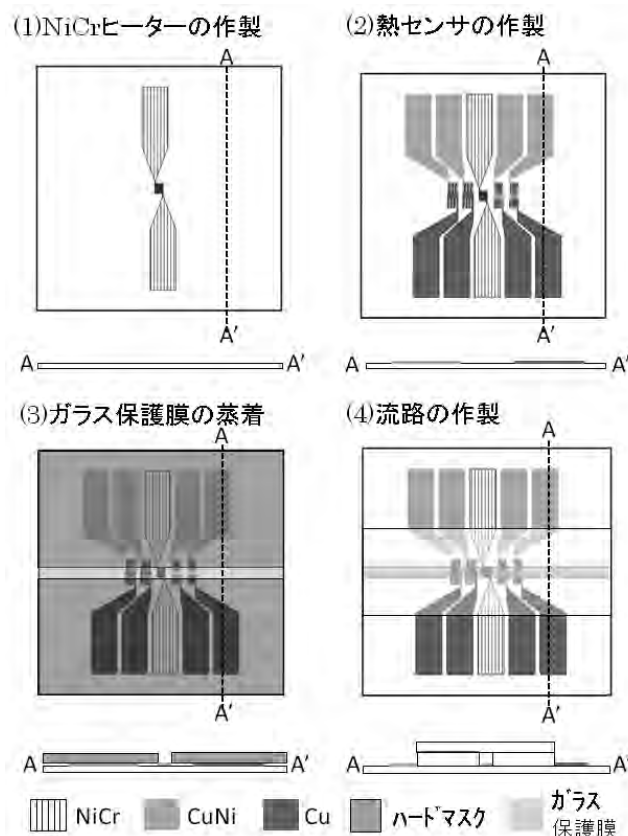


図 3 試作チップの作製プロセス

### 2.3 流量評価方法及び実験結果

図4(1)に流量評価実験の概要図を示す。前回と同様に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。その後、送液が安定した状態で、ヒーターに直流電圧をON-OFF(約10V、1~2sec)し、ONの時に温められた流水をヒーター下流の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、ヒーター下流の2個の熱センサが検出した電圧のピークからピークの時間差( $\Delta t$ 、図4(2)参照)より流速を求め、流路断面積 $1\text{mm}^2$ 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。

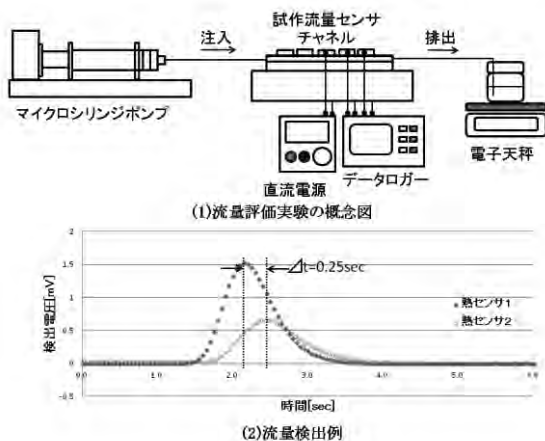


図4 流量評価実験概要図及び流速の検出例

図5に流路外型と流路内型で測定流量結果を示す。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て測ったリファレンス流量を示す。リファレンスはともに設定流量とほぼ一致しているが、算出流量は流速の増加に伴い差が大きくなっている。これは、流路内壁近傍と流路中心部における流速に差が生じたことが起因と考えている。流路内型では、感度の向上と思われる結果を示していた。

今回の試した流路内型構造では、流路の封しが不十分であったり、ヒーターやセンサが測定中に断線することがあった。接合手法、ガラス膜のスパッタリングによるダメージの影響や、溶媒に対する保護膜機能として不十分だったことが原因として考えられ、検証及び改善が必要である。その他、本検出方式では、1mmより狭い流路幅の場合は、算出流量はよりリファレンスに近い線形性が得られる可能性があり、今後、0.5mm幅以下程度の流路のセンサの試作を行い、特性の検証を試みる予定である。

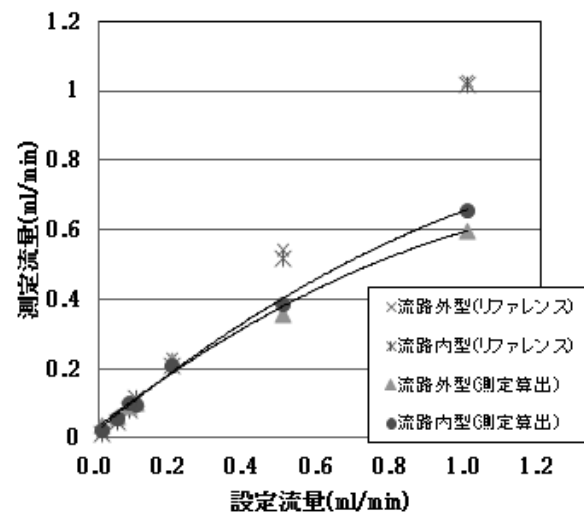


図5 測定流量評価結果

### 3. 結言

微細加工技術を用いてガラス基板上に薄膜熱ヒーター及び直列に接続した薄膜熱電対(T型)を組み込み、熱式の微小液体流量センサの試作評価を行い、一定程度の流量範囲の検出が可能であることを示した。

#### 「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 P. 46-47, No. 27 (2013) P. 33-34
- [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：微小液体流量センサ、薄膜熱電対、スパッタリング蒸着

## Development of microflow sensor using thermopile structure

Evaluate Technology Section; Masaaki NASUNO, Tsutomu OBATA

We have been developed a thermopile sensor of a type T structured thin films to measure microflow. And the measured velocity of a flowing fluid on the sensor was in the range of 0.01 to 1.0 ml/min. The characteristics of the sensor were confirmed in the different flow pass structures.