

# 絶縁油中における液体の誘電泳動と微小液滴の形成

鳥羽商船高専\* , ロチェスター大学\*\* , 伊藤友仁\* , T.B.ジョーンズ\*\*

\*三重県鳥羽市池上町 1 - 1 \*\*米国ニューヨーク州ロチェスター市

## DPE liquid actuation and nanodroplet formation in insulating oil

Tomohito ITO\* and T.B. JONES\*\*

\*Department of Maritime Technology, Toba National College of Maritime Technology

\*\*Department of Electrical and Computer Engineering, University of Rochester

The dielectrophoretic (DEP) force acting on a liquid provides a controllable means for rapid movement and dispensing of small liquid volumes on a substrate. DEP microactuation of liquids requires strong non-uniform rf electric fields created by co-planar electrodes. Microliter volume of water deposited on an insulating layer that covers the coplanar electrodes are transported and subdivided into droplets as small as 1 ~ 5 nl by sequences of voltage on and off. Experiments are conducted using substrates having the electrodes immersed in transformer oil. Observation of movement of water and droplet formation is made in various field conditions. The minimum voltage for DEP actuation of water in oil is 65-70% of that in the dry condition, and nanoliter droplets are formed. Evaporation of transporting liquid and formed droplets are also avoided.

### 1. はじめに

$\mu$ -TAS (Micro Total Analysis System) は化学分析装置や反応装置を微細化し一つの基板上に集積したもので、分析試料の低減、反応時間短縮、装置の携帯化等を可能とする。その応用分野はバイオテクノロジーやファインケミカルなどが考えられ実用化が期待されている。 $\mu$ -TAS において液体試料を微細液滴のような形で取り出したり目的の場所に輸送したりすることが必要である。そのための方法として誘電泳動力 (DEP force: dielectrophoretic force) の利用が有望である<sup>1)</sup>。筆者らは、僅かな量の液体を輸送し別の場所に微小な液滴を形成する DEP マイクロアクチュエーションの基礎研究を行っている<sup>2)</sup>。その概要は、ガラス基板上にパターンニングした電極によって得られる不平等電界を利用した誘電泳動による微小液体のアクチュエーションである。図1に示すように、最初にマイクロピペットなどで置かれた比較的大きな液滴を2つの電極から得られる電界により電極上を液が移動させる。その後電界を消滅させることで、ある位置に nl オーダーの微小な液滴を作り出すことができる。主に水を用いた従来の実験は大気中で行われており、液が DEP 力

で電極間を移動する際ジュール発熱による液の沸騰、生成した微小液滴が短時間で蒸発し消滅してしまうことなどが今後実用化に際して問題となっている<sup>2)</sup>。本研究ではこれらの問題点を解決するために DEP 力による微小液滴形成を絶縁オイル中で行った。オイル中でピペットから滴下された比較的大きな水滴から DEP マイクロアクチュエーションによって電極上で液を移動させ微小液滴を得る方法に関して実験的に検討した。その結果、大気中での問題点を解決できたのでこれを報告する。

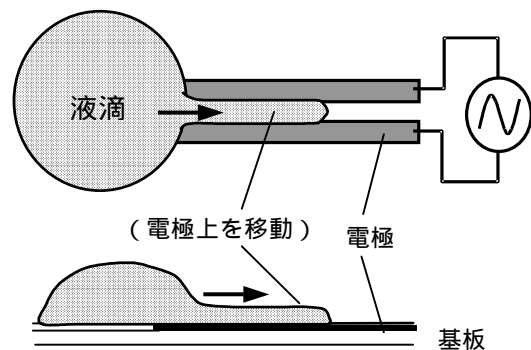


図1 平板電極基盤上の液の誘電泳動

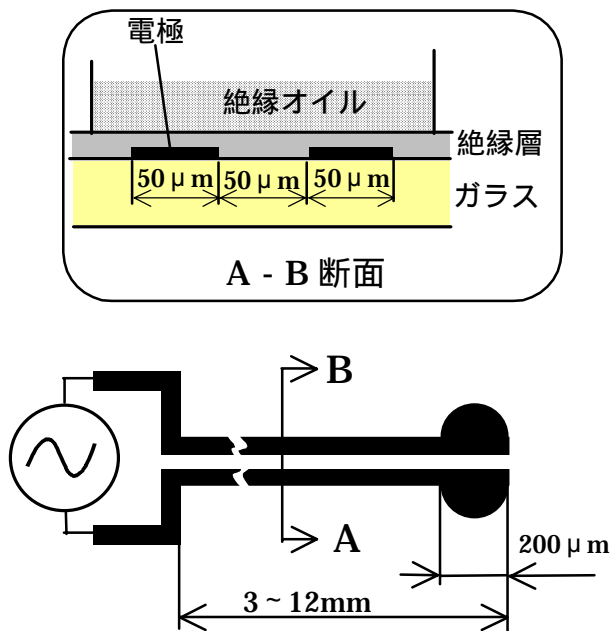
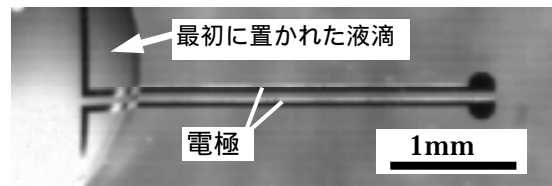


図2 基板に配置した平行平板電極の構造

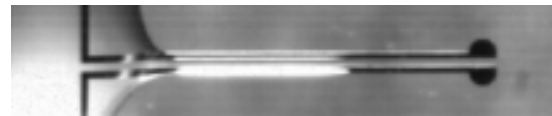
## 2. 実験装置と方法

液滴形成のために使用した電極構造の概略を図2に示す。製作手順は、まずガラス基板の片面にアルミニウムを蒸着し(厚さ約300nm)次にそれをフォトリソグラフィー手法でエッチングして電極形状を得た。その後表面にSiO<sub>2</sub>をスパッタリングし(厚さ約1~2 μm)、その上にアセトンで30倍に希釈したフォトレジスト材をスピコートして(厚さ100nm以下)絶縁層とした。電極の主要部は、幅50 μmの平板電極が間隔50 μmでガラス基板上に配置されその先端は半径100 μmの半円形となっている。電極は3mm、6mm、9mmおよび12mmの長さのものを製作した。絶縁オイル中で実験を行うため、絶縁層の上にオイルを約2mm程度溜めることができる構造とした。

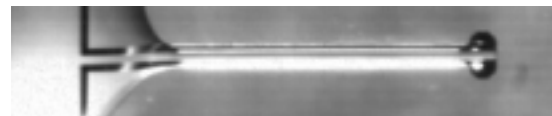
使用した液は主に蒸留水で一部他の液体も用いて実験を行った。電極間には交流電圧が印加され、スイッチでon-offできるようにした。電源は最大電圧1kV、周波数 $f = 1 \sim 250\text{kHz}$ の交流電源を使用した。液体のDEPマイクロアクチュエーションによって微小液滴を得る手順は、まず電極の一端にピペットで5 μl滴下した後、電極間に交流電圧を印加すると液が電極に沿って流れ始め他端に達した後に電圧を除去した。実験は光学顕微鏡に取り付けたテレビモニターで観察しながら行い、同時に高速度カメラ(250フレーム/秒)で現象



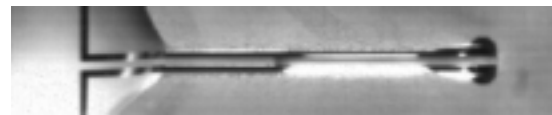
(a) 電圧0 (液滴を5 μl配置)



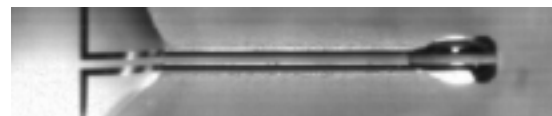
(b)電圧印加後0.024 s (電極上を液が伸びる)



(c) 電圧印加後0.080 s (液が右端に達する)



(d)電圧除去後0.056 s (液が切れ右に収縮)



(e) 電圧除去後0.20 s (右端に微小液滴形成)

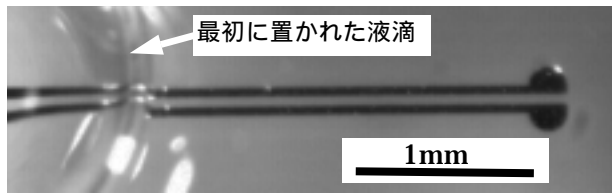
図3 大気中での水の誘電泳動と微小液滴の形成 ( $V = 600\text{V}$ 、 $f = 200\text{kHz}$ )

を撮影した。観察は主に基板の上方から行ったが、一部の実験では電極の横にミラーを設置し側面からも観察した。

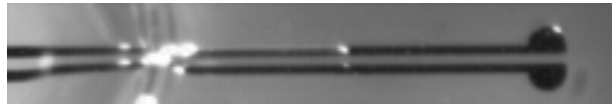
## 3. 結果と考察

### 3.1 大気中での液滴形成

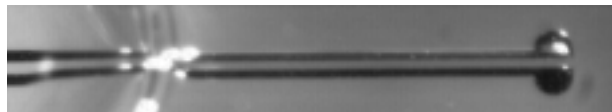
大気中で水のDEPアクチュエーションを行った結果の一例を図3に示す。まずピペットで水を電極の左端に置き(図3(a))電極間に電圧を印加すると誘電泳動力により水は電極に沿って流れ右端に到達する(図3(b)、(c))。その後電圧を除去すると電極を覆った液が切れ表面張力によって電極右端の半円形の部分に水が集まり(図3(d))微小な液滴が形成される(図3(e))。液滴の形成は端部一箇所のみならず電極上不規則な位置に複数形成される事もあった。一連の液滴形成現象は電圧600V以上、周波数50kHz以上で認められた。



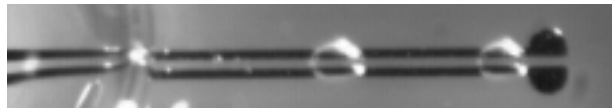
(a) 電圧 0 (液滴を 5  $\mu$ l 配置)



(b) 電圧印加後 0.10 s (電極上を液が伸びる)



(c) 電圧印加後 0.40 s (液が右端に達する)



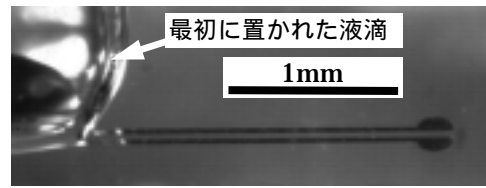
(d) 電圧除去後 0.06 s (2つの微小液滴形成)

図 4 絶縁オイル中での水の誘電泳動と微小液滴の形成 ( $V = 400V$ 、 $f = 50kHz$ )

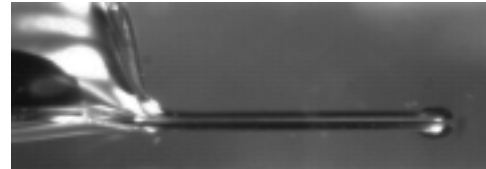
900V 以上にすると絶縁破壊が起こり電極間で通電し電極と絶縁層が破壊された。図 3(d),(e)で電極の外側の絶縁層に僅かに水が凝縮した様子が僅かに認められる。これは電極上を水が移動する際、水にジュール熱が発生し蒸発した結果である。また、得られた微小液滴は数秒から数十秒で蒸発し消滅した。

### 3.2 絶縁オイル中での液滴形成

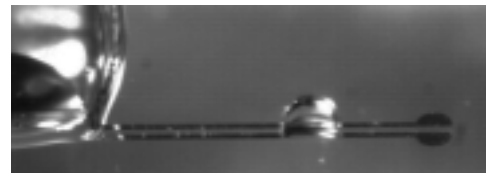
基板の上に絶縁オイルを厚さ約 2mm 満たし、DEP アクチュエーションで水の微小液滴を生成する実験を行った。図 4 にその一例を示す。最初にピペットで水をオイル中にある電極の左端に置き (図 4(a)) 電極間に電圧を印加すると大気中の場合と同様に、誘電泳動力により水は電極に沿って流れ (図 4(b)) 右端に到達する、(図 4 (c))。その後電圧を除去すると電極を覆った液が切れ表面張力によって電極右端付近に水が集まり微小な液滴が形成される。図 4(d) は二つの液滴が形成された例であるが、右のものは電圧除去後に電極上で長く伸びた液が収縮して液滴が形成される際



(a) 電圧 0 (液滴を 5  $\mu$ l 配置)



(b) 電圧印加後 0.14 s (液が右端に達する)



(c) 電圧除去後 0.06 s (微小液滴形成)

図 5 側面から観察した絶縁オイル中での水の誘電泳動と微小液滴の形成 ( $V = 600V$ 、 $f = 50kHz$ )

に左に引っ張られ端からやや左側に形成された。この傾向は大気中の場合に比べオイルの方がより顕著であった。液の誘電泳動が認められたのは周波数ほぼ 5kHz 以上で、電圧を 400V 以上印加した場合であった。電圧一定の場合、周波数が高い方が液の移動速度が遅くなる傾向が認められた。電圧印加時に誘電泳動により液が移動する際の蒸発は認められなかった。また得られた微小液滴の大きさは大気中の場合と比べ顕著な差異は認められずほぼ 1~5nl で、一旦できたものは電圧除去後もそのままの形状が保たれた。ピペットで液を滴下した際、液は基板上を比較的動きやすい。液と基板間の薄いオイル層ができることで、誘電泳動の為の最低電圧を大気中に比べ低く (65~70%) できたと考えられる。

電極横にミラーを配置して側面から現象を観察した結果を図 5 に示す。図 5(a)で基板の上に最初に置かれた液の接触角は 90° を超えており大気中 (約 75°) の場合より大きい。図 5(c)のように形成された微小液滴の接触角はほぼ 90° で、電圧印加前に比べ小さくなる傾向が認められた。これは電

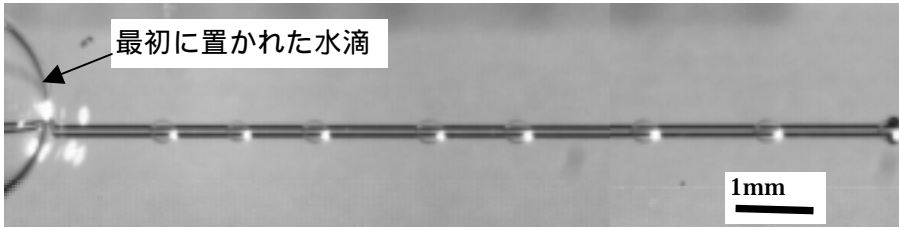


図 6 絶縁オイル中で多数形成された微小水滴  
( $V=650$ 、 $f = 50\text{kHz}$ 、長さ 12mm の電極使用)

圧印加および液の接触によって絶縁層の性質が変化したためと考えられる。同じ基板を用いて実験を繰り返すと 5~10 回ほどで絶縁層の破壊や電極間のスパークが頻繁に発生するようになった。

図 6 は長さ 12mm の電極を用いて微小水滴を形成したときの写真で、大きさ 5nl 程度の液滴が 8 個形成されている。電極が長くなると電圧印加時間も長くする必要があり、大気中ではよりジュール発熱が大きくなり液が蒸発しやすい。しかし絶縁オイル中では図のように液の蒸発は認められなかった。

図 7 は絶縁オイル中でエチレングリコールを用いた実験結果の連続写真である。図のようにエチレングリコールは誘電泳動によって電極上を伸びるが、電極右端に達した後に電圧を除去すると電極上の液は縮み最初に置かれた液滴に戻り微小液滴は生成されなかった。この結果は、微小液滴生成のためには絶縁オイル中の界面張力や基板との濡れ性等の諸物性が一定条件を満たすことが極めて重要であることを示唆するものである。

#### 4. まとめ

誘電泳動力を利用した微小液滴形成実験を絶縁オイル中で行った。オイル中でピペットから滴下された比較的大きな水滴から DEP マイクロアクチュエーションによって電極上で液を移動させ微小液滴を得る方法に関して実験的に検討した。その結果以下の結論を得た。

- (1) 大気中で水の誘電泳動を行う際ジュール熱が発生し水は蒸発する。また一旦電極上に微小水滴が形成されても比較的短時間で蒸発し消滅してしまう。絶縁オイル中で同様の実験を行った結果、これらの問題点は解消された。得られた微小液滴の大きさは大気中とほぼ同じ 1~5nl であった。
- (2) 液の誘電泳動が認められたのは周波数ほぼ 5kHz 以上、電圧をほぼ 400V 以上印加した場合であった。大気中の場合と比較して 65~

70% の電圧で水の誘電泳動を利用した微小液滴が得られた。基板と水の間には薄いオイル層ができるため水の移動が容易になることが理由の一つと考えられる。

- (3) 水以外の液では微小液滴ができない場合もあり、界面張力等の諸物性が液適形成

に際して大きな要因となる。

(謝辞)

本研究は著者の一人(伊藤)が平成 13 年度文部科学省の在外研究員として米国ロチェスター大学に滞在した際に行われたものであり、関係者の皆様に心より謝意を表します。また、電極基板製作等で多大な支援をいただいた京都大学、大学院生の軍司昌秀氏(現東京大学)に感謝いたします。

#### 【参考文献】

- 1) T. B. Jones, J. Electrostat. 51-52(2001) 290.
- 2) T. B. Jones, M. Gunji, M. Washizu, M.J. Feldman, J. Appl. Phys. 89(2001) 1441.

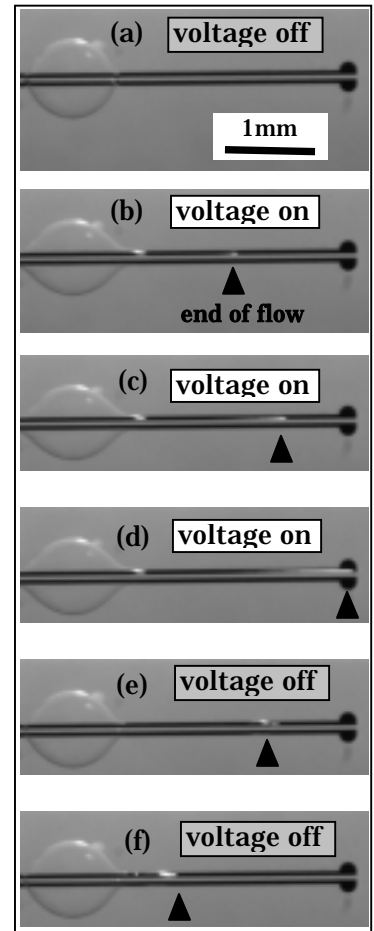


図 7 絶縁オイル中でのエチレングリコールの誘電泳動の連続写真  
( $V=375\text{V}$ 、 $f=200\text{kHz}$ )