

平成12年度

マイクロ流体システムを応用した ダイオキシン類の高速測定技術の研究開発

技術評価委員会
評価分科会 OHP資料

平成14年9月30日

1

内容

1. 事業開始までの経緯
2. 事業の目的・位置付け
3. 事業の目標
4. 事業の計画内容
5. 研究開発成果
6. 実用化への見通し、今後の展開

2

本事業の背景・概要

1. 事業開始までの経緯

背景

1. 環境汚染からの国民生活の安全確保は国家的重要課題

ダイオキシン類対策特別措置法(H12年施行)

・年一回以上のJIS公定法に基づく測定義務

2. 迅速且つ正確、安全な測定技術開発が急務

JIS K0311規定の測定

- ・多数の異性体を同定する超微量測定
- ・複雑な前処理と、高度な測定技術が必要
- ・認定施設による約1ヶ月の所要期間と高額な測定費用

事業目標

マイクロ流体システムの応用により、ダイオキシン類の高速測定に資する前処理用システムの実現に必要な要素技術を開発し、その有効性を検証する。

効果

- ・測定所要時間の飛躍的短縮
- ・抽出用有機溶媒等の使用量と廃液排出量の低減
- ・危険を伴う前処理作業の安全性向上

社会要請への対応と国民生活の安全確保

3

研究開発開始までの経緯

1. 事業開始までの経緯

本事業の性格

1. 公益性、緊急性、波及効果が大
2. 企業単独の取り組みは資金、事業リスク面での負担が大

社会のニーズに即した早期実用化への取組に向けて、国及びNEDOの関与による実施が必要

経緯

事前評価

経済省事前評価書

H12.10.6

実施方針策定

NEDO理事会

H13.1.18

公募(30日間)

H13.1.23-2.23

5提案

(8社・3大学・1公益法人)

技術審査

技術審査委員会

外部有識者3名

H13.3.12

5社・1公益法人

4

本事業の目的

JIS K0311規定の測定

- ・複雑な前処理＋高度な測定技術
- ・有機溶媒、廃液量削減の需要
- ・認定施設による約1ヶ月の所要期間と高額な測定費用

ニーズ

シーズ

マイクロ流体技術

- ・世界的に高まる注目度
 - ・DNA解析やプロテオーム解析などの生化学関係が主流
 - ・ダイオキシン測定前処理システムの先行例無し
- ・実用化を視野に入れた研究はこれから

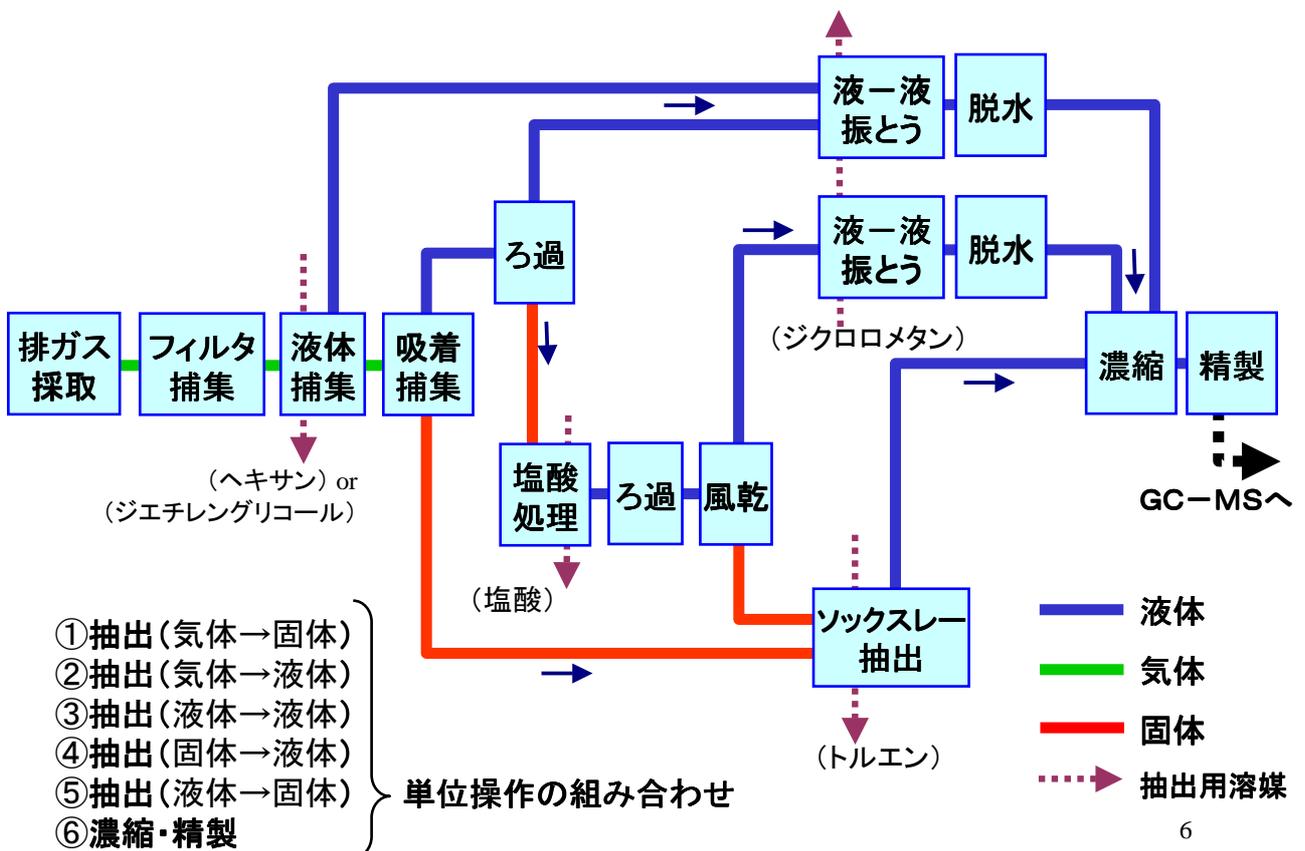
外部の動向

- ・ダイオキシン類測定技術研究：分析機器メーカー等
- ・時間短縮：前処理の簡略化或いは省略
- ・低コスト化：簡易型質量分析計の高感度化
- ・ミレニアムプロジェクト（環境省、H12年度から3年計画）

目的

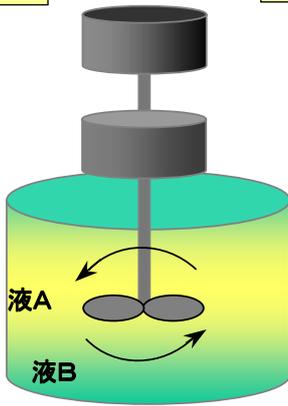
マイクロ流体システムによるJIS準拠の前処理時間の大幅短縮、コスト低減の実現に必要な要素技術開発

排ガス中のダイオキシン測定の前処理工程フロー（JIS K0311）



マイクロ流体システムとその効果

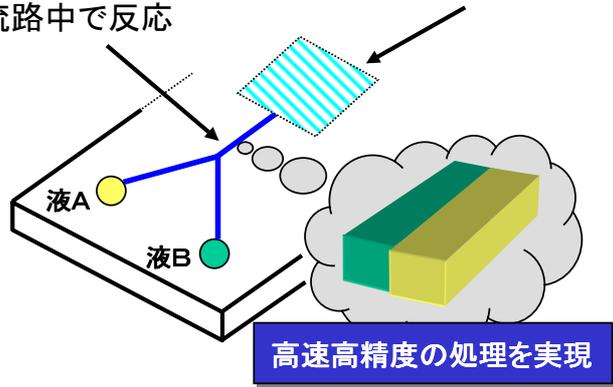
従来



マイクロ流体

幅・深さ10~100 μ mの
マイクロ流路中で反応

或いは数十mm角サイズの
マイクロリアクタで反応



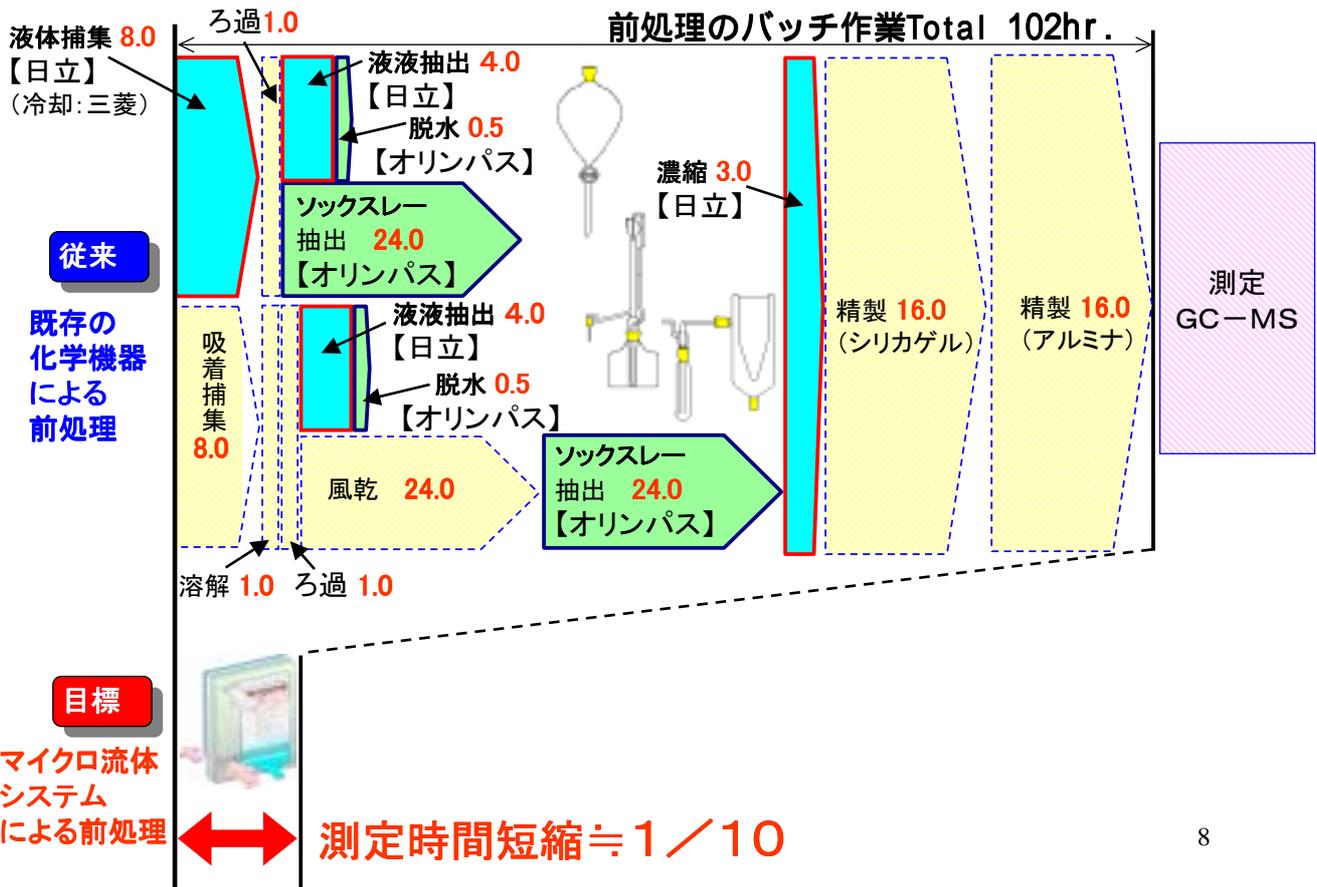
反応空間の微小化による化学反応の高効率化

流路等のサイズ1/100化で...

- ① **比界面積**は10,000倍に増大、混合・反応の効率が飛躍的に向上
- ② 分子拡散時間が(流路幅)²に比例、混合時間は1/10,000に短縮
- ③ 低熱容量のマイクロ流体、温度制御の高精度化、応答の高速化
- ④ 流体ハンドリング時の無駄がなく有害な液体やガスの採取量が減少(ex.1/1,000,000)
- ⑥ 発生する廃液の量も削減可能

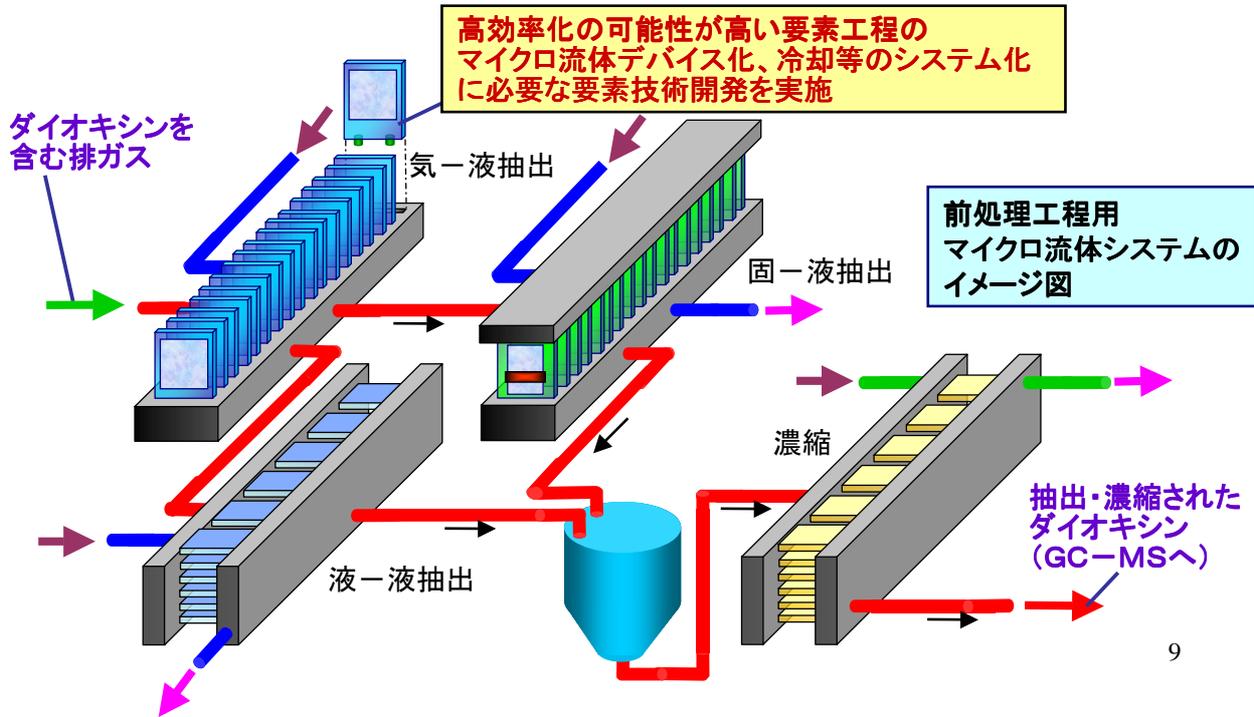
7

マイクロ流体システム化による前処理工程の高速化



8

マイクロ流体システムの応用により、ダイオキシン類の高速測定に資する前処理用システムの実現に必要な要素技術を開発し、その有効性を検証する。



研究開発項目の計画内容

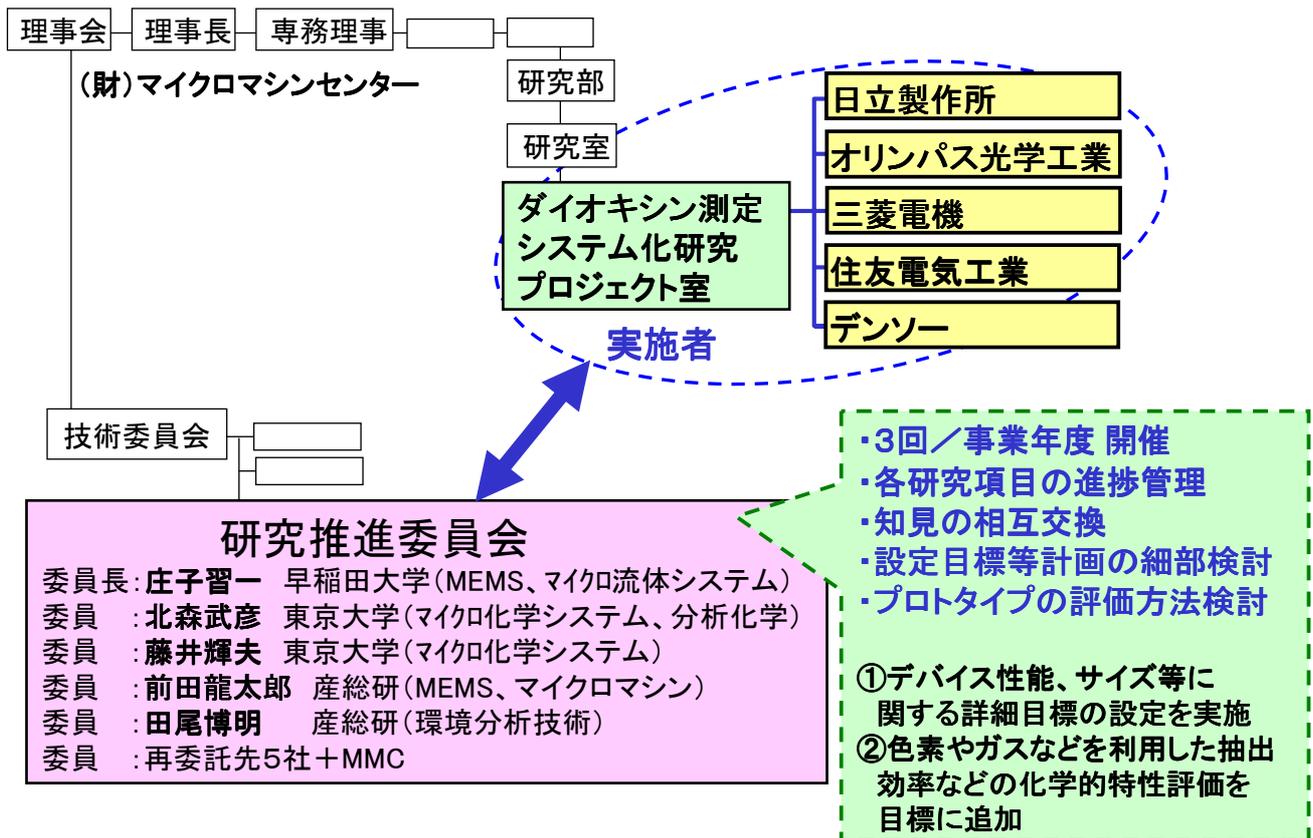
1. ダイオキシン類測定前処理用マイクロ流体システムと構成デバイスに関する検討(マイクロマシンセンター)

- ① マイクロ流体システムの仕様設定
- ② マイクロ流体デバイスの個別仕様設定

2. マイクロ流体デバイスの試作・評価

- ① マイクロ吸収・液液抽出・濃縮デバイスの研究開発 (日立製作所)
- ② マイクロ抽出デバイスの研究開発 (オリンパス光学工業)
- ③ ダイオキシン液体捕集部冷却デバイスの研究開発 (三菱電機)
- ④ 温度分布測定デバイスの研究開発 (住友電気工業)
- ⑤ 流路加工技術の研究開発 (デンソー)

研究開発の体制と運営



成果概要

事業内容	研究目標	成果
事業全体	前処理用システムの実現に必要な要素技術の開発と、有効性の検証	1. システム仕様、及び、デバイス毎の機能仕様を設定。具備要件を抽出した。 2. 試作・評価した主要なデバイスのプロトタイプ機能の有効性を確認した。 ・全ての研究項目について概ね事業目標を達成した。
1. ダイオキシン類測定用前処理システムと構成デバイスに関する検討	・前処理用システムの仕様検討の提示 ・全てのデバイスの機能仕様の提示、および要素技術の抽出	・前処理用システムと、システムを構成する全てのマイクロ流体デバイスの 機能仕様を設定 した。 ・前処理用システムを構成するデバイスの 具備要件を抽出 した。
2. マイクロ流体デバイスの試作・評価	プロトタイプ設計・試作・評価による、技術課題解決の可能性検証 →再委託先5社によりテーマ実施	・ 全ての研究項目で概ね目標を達成 した。 ・特にマイクロ吸収デバイス、マイクロ濃縮デバイスではマイクロ化による 大幅な効率向上の可能性を確認 した。

特許、論文・発表等

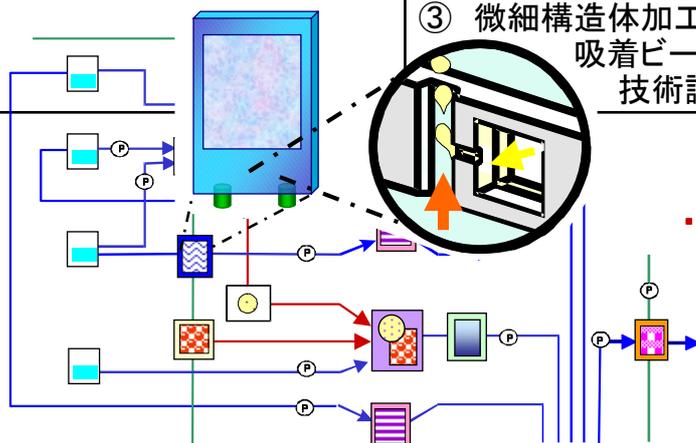
- ・特許出願 : 6
- ・口頭発表 : 6
- ・パネル発表 : 2
- ・新聞発表 : 1

今後MicroTAS2002、電気学会、MEMS2003に発表の予定

13

ダイオキシン類測定前処理用マイクロ流体システムと 構成デバイスに関する検討 (マイクロマシンセンター)

研究目標	成果	達成度
① 前処理工程用マイクロ流体システムのシステム仕様提示	① 各要素工程デバイスが実行する化学処理の効率向上を検討し、3種類のシステム構成を考案し、システム仕様を設定	①達成
② 全てのマイクロ流体デバイスの個別仕様提示	② 各要素工程で必要な機能・性能の検討から、全てのマイクロ流体デバイスの具備要件とマイクロ化の数値目標を含む機能仕様を設定	②達成
③ デバイスの実現に必要な要素技術の明確化	③ 微細構造体加工技術や、吸着ビーズのハンドリング等の技術課題の抽出を実施	③達成



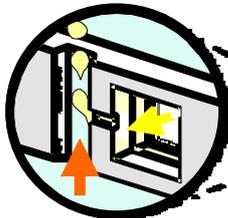
・設定した仕様は試作デバイスの仕様へ反映

14

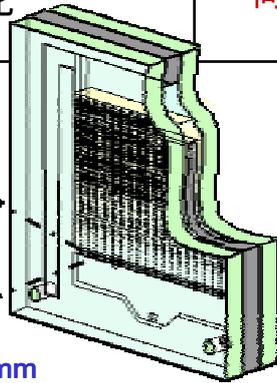
マイクロ吸収・液液抽出・濃縮デバイスの研究開発(日立製作所)

研究目標	成果	達成度
① マイクロ吸収デバイス開発 (微細穴構造、数十 μm 以下の気泡生成)	① $\Phi 40\mu\text{m}$ の微小気泡を連続生成 既存機器に対して 7倍の吸収効率 を確認(排ガス→ヘキサン気-液抽出)	①達成
② マイクロ液液抽出デバイス開発 (シースフローアレイ、数十 μm 以下のシースフロー形成)	② 幅 8μm のシースフローを形成 (ヘキサン→ジクロロメタンの液-液抽出)	②達成
③ マイクロ濃縮デバイス開発 (微細流路構造、厚さ100 μm オーダーの液膜化)	③ 液膜厚さ 400μm のデバイスで、 現行30分→ 3分の濃縮時間短縮 が可能なることを確認	③達成
④ 簡易評価技術開発 (大気圧化学イオン化分析技術の応用)	④ ダイオキシン類の検出下限値が 13倍向上	④達成

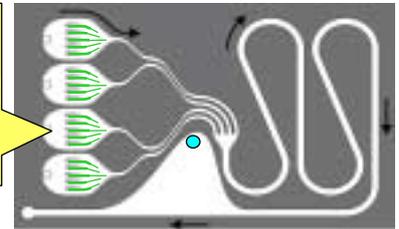
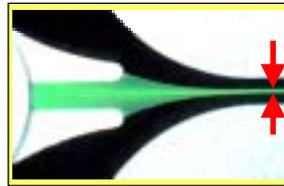
マイクロ吸収デバイス



サイズ: 20×15×1.5mm

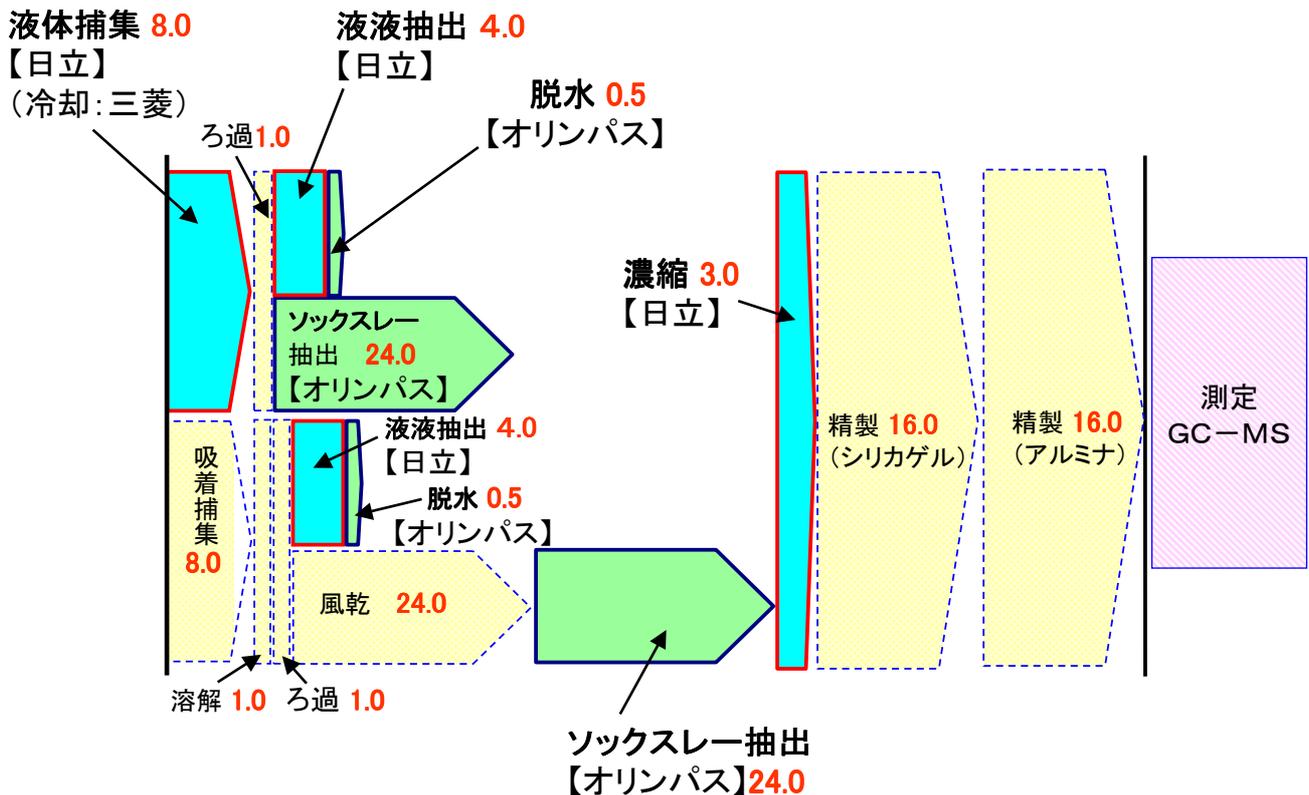


マイクロ液液抽出デバイス



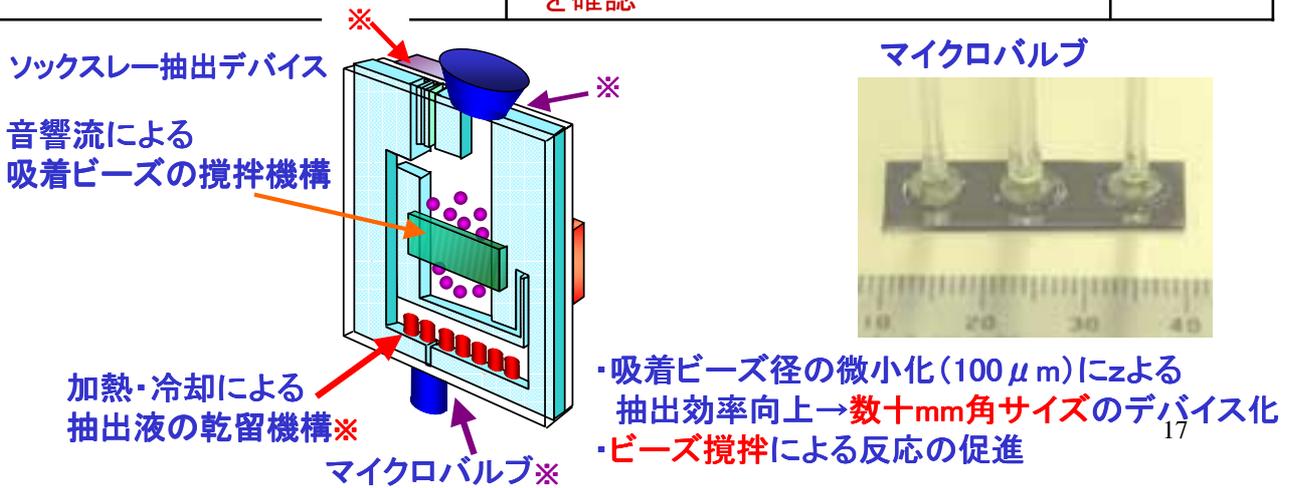
サイズ: 27×15×1.35mm

5. 研究開発成果



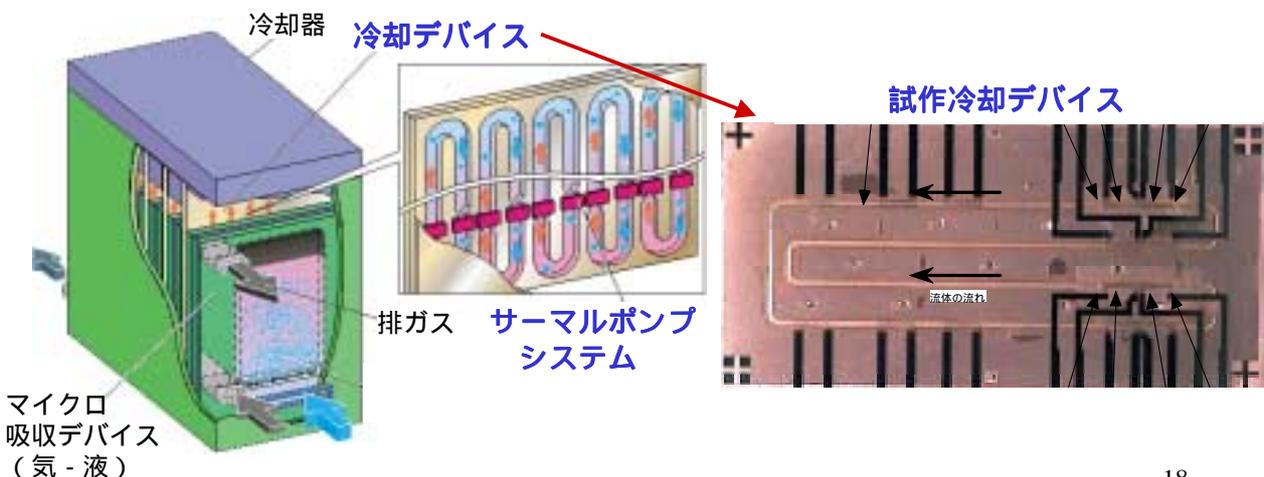
マイクロ抽出デバイスの研究開発(オリンパス光学工業)

研究目標	成果	達成度
① ソックスレー抽出と脱水デバイスを想定した温度制御機構付・抽出・環流デバイスの開発(サイズ数十mm角)	① 試作デバイスで抽出溶媒の環流動作を確認し、 抽出動作が可能なることを原理的に確認 (サイズ22×45×0.8mm)	①達成
② 抽出反応を加速する超音波攪拌機構、流体制御用マイクロバルブの開発	② 直径Φ1mmの振動子による 音響流発生を確認、基礎データを取得 幅200μm×深さ20μmの流路に対応する空圧駆動型 マイクロバルブの動作を確認	②達成



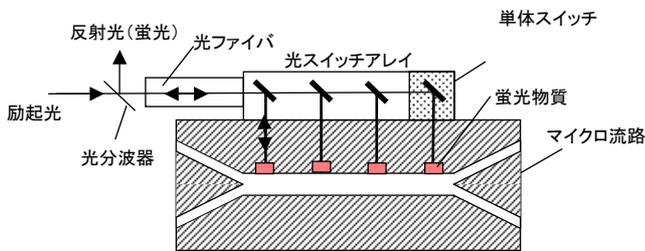
ダイオキシン液体捕集部冷却デバイスの研究開発 (三菱電機)

研究目標	成果	達成度
① 高温排ガス冷却のための高効率熱輸送技術開発(サーマルポンプシステム)	① 機械的可動部の無い、高効率なサーマルポンプを試作、冷媒循環の特性評価等を実施し、 要素技術を確立	①達成
② マイクロ冷却デバイス開発(冷却5°C以下、厚さ1mm以下)	② 複数流路にサーマルポンプを配した冷却デバイスで、 冷却温度5°C以下を達成、銅基板同士の封止技術を確立(厚さ0.75mm)	②達成

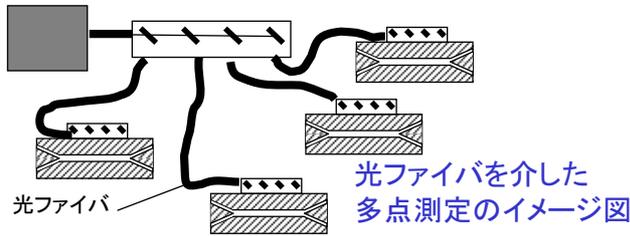


温度測定デバイスの研究開発 (住友電気工業)

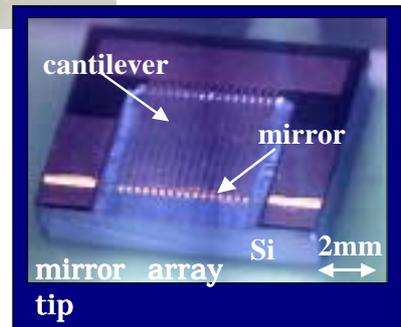
研究目標	成果	達成度
① 光による温度測定技術開発 (測定スポットサイズ100 μm 以下)	① 蛍光体を利用し、 スポットサイズ 120 × 150 μm の温度測定を達成	①概ね達成
② 高速・多点測定用光スイッチ 開発 (幅1mm以下、 スイッチング速度5ms以下)	② 幅0.8mm 、 スイッチング速度1.3ms 、 且つ 低電圧駆動(14V) 、 低反射ロス ミラー(0.9dB) の性能を達成	②達成



試作温度分布測定デバイス

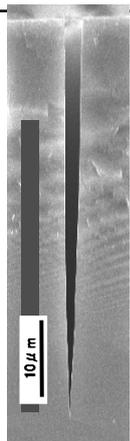


試作光スイッチ

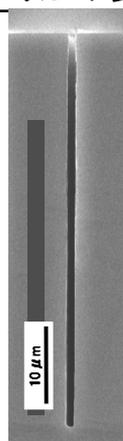


流路加工技術の研究開発 (デンソー)

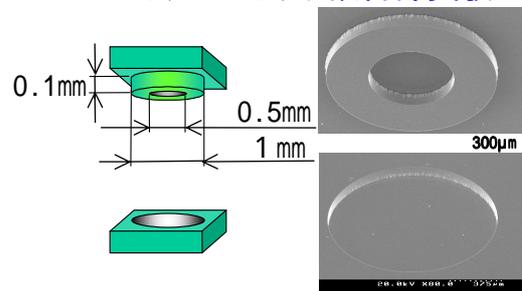
研究目標	成果	達成度
① 流路加工の要素技術開発 溝幅 数 μm ~100 μm 、 深さ50~150 μm の溝形で、 幅+0.2 μm (溝幅10 μm で誤差+2%以下)	① 幅10 μm 、深さ50 μm の高アスペクト 比のICP流路加工において、 溝幅の 拡大をほぼ0 にできた。	①達成
② コネクタのデッドボリューム低減 嵌め合いがたつき防止の検討	② 流量への影響(デッドvol.)が無く、 嵌め合わせ可能なクリアランス5%を 確認	②確認
③ シリカ多孔質薄膜による ダイオキシン吸着の可能性検討	③ 既存吸着剤に対して吸着性能が 劣っていることを確認 (シリカメソ多孔体の吸着性評価を実施)	③確認



従来プロセス ↔ 新規プロセス



マイクロコネクタ嵌合部実験



実用化への課題

達成事項

- ・JIS準拠のダイオキシン類測定前処理を構成する要素工程がマイクロ流体デバイスに置き換え可能
 - ・抽出等の効率向上が可能
- 以上を確認した。

課題

- ・各要素工程デバイスの完成度の向上
- ・今回取り組み外の要素工程デバイスの研究開発
- ・ポンプなどの流体制御用マイクロデバイスの研究開発
- ・温度計測以外のセンサーの研究開発
- ・デバイス間、後段の計測機器とのインターフェースの研究開発.etc

実用化までにはさらなる研究開発が必要

21

5. 研究開発成果

実用化までの見通し

マイクロ流体技術による水質検査装置等の開発(参画企業)

ダイオキシンを含む環境測定装置への成果活用

参画企業

マイクロ流体デバイスの設計技術、
加工技術等の技術供与 (特許等)

マイクロ流体デバイス・システムの
実用化を図る企業に対して

ダイオキシン類測定＋多様な化学プロセスに対する
マイクロ流体技術の適用と、産業界への普及

22

産業界での実用化、波及効果

