

陽極酸化アルミナを用いたナノ構造を有する QCM の創製

Fabricating a QCM Device with the nanostructures using the AAO template

関西大学 ○(M2) 浅井 直人, 伊藤 健, 清水 智弘, 新宮原 正三

Kandai Univ., °Naoto Asai, Takeshi Ito, Tomohiro Shimizu, Shoso Shingubara

E-mail: the.o.pmx.three@gmail.com

[はじめに]

水晶振動子マイクロバランス(Quartz crystal microbalance : QCM)センサは、リアルタイム測定可能、高感度、小型、安価であることから、ガスセンサやバイオセンサに利用されてきた。しかし、重量変化を検出するため、低分子量物質を高感度に検出できない欠点がある。その欠点を補うためセンサ電極上に任意の構造を形成することで表面積を増加させ、センサ感度を向上できると考えられる[1]。また、この構造上に測定物に対する選択性も付加することができるため多様な応用が期待されている。本研究では、水晶振動子電極上にナノ構造を形成し、比表面積の増大によるセンサ感度の上昇を目指した。応用例として抗原抗体反応の検出を行った。

[実験及び結果]

ナノ構造の作製では陽極酸化アルミナ(Anodic aluminum oxide : AAO)を採用した。AAO は高純度の Al をシュウ酸、硫酸などの電解液中にて陽極酸化をすることで得られるナノ構造である。AAO は酸化条件により形状の制御が可能であり、規則配列された高アスペクト比の細孔を得ることができる[2]。QCM には水晶振動子の両側に薄膜電極が形成されたセンサチップが使われている。そのうち、片側の電極(Au/Ti)を除去した後、スパッタリング法によって Ti(20nm)/Al(500nm) を製膜した。これにより、上面が Al 薄膜、下面が Au である水晶振動子(9MHz)を作製した。その後、Al 薄膜を陽極、Pt 板を陰極とし、印可電圧 40 V、シュウ酸液中(0.3 M)で 2 分間陽極酸化処理を行うことで AAO ナノ構造を作製した。続いて、上記センサチップを 0.3 M リン酸液中に浸漬することで、孔径を拡大した。Fig. 1 に作製した AAO ナノ構造の表面 SEM 像を示す。直径約 60 nm の細孔が無数に配列されており、その密度は約 100 個/ μm^2 となった。次に、(3-aminopropyl) triethoxysilane (APTES) とトルエンの混合液中に浸漬する。これにより、AAO の表面や細孔に APTES による自己組織化単分子膜を形成した。抗原を電極表面上に滴下すると APTES の末端基であるアミノ基と抗原のカルボキシ基とアミド結合することで抗原が固定化される。抗原は濃度 100 $\mu\text{g}/\text{ml}$ の Anti-Mouse IgG を使用した。最後に非特異吸着反応を防止するためにウシ血清アルブミン(Bovine serum albumin : BSA)を滴下した。フローインジェクションシステムを用いて QCM による抗原抗体反応を測定した。その結果を Fig. 2 に示す。バッファを流速 5 $\mu\text{L}/\text{min}$ で送液し続け周波数応答が安定した後、抗体である Mouse IgG (10 $\mu\text{g}/\text{ml}$) を注入した。抗原抗体反応による周波数変化は約 150 Hz となり、平滑な Al_2O_3 薄膜を持つ水晶振動子の周波数変化(約 60 Hz)と比較すると高感度化を達成した。

[謝辞]

本研究の一部は関西大学研究拠点形成事業により行われた。

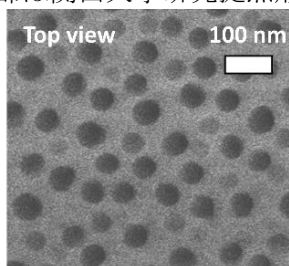


Fig.1 SEM image of AAO nanostructure on the quartz crystal.

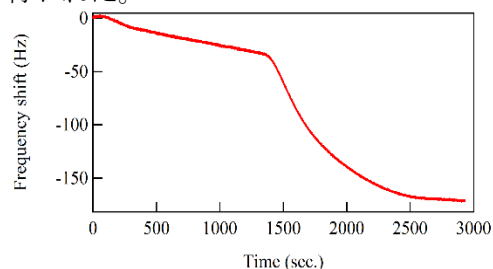


Fig.2 Frequency shift corresponding to the antigen-antibody reaction using AAO-QCM chip.

[1] F.L. Dickert, et al., *Synthetic Metals*, **138**, 65 (2003). [2] H. Masuda, et al., *Jpn. J. Appl. Phys.*, **35**, 126 (1996).