

PATENTOVÝ SPIS

(19)
ČESKÁ
REPUBLIKA



ÚŘAD
PRŮMYSLového
VLASTNICTVÍ

(21) Číslo přihlášky: **2000-2017**
(22) Přihlášeno: **03.12.1998**
(30) Právo přednosti: **04.12.1997 DE 19753848**
(40) Zveřejněno: **12.12.2001**
(Věstník č. 12/2001)
(47) Uděleno: **25.05.2011**
(24) Oznámení o udělení ve Věstníku: **07.07.2011**
(Věstník č. 27/2011)
(86) PCT číslo: **PCT/EP1998/007851**
(87) PCT číslo zveřejnění: **WO 1999/029435**

(11) Číslo dokumentu:

302 529

(13) Druh dokumentu: **B6**

(51) Int. Cl.:
C23C 14/16 (2006.01)
C23F 11/18 (2006.01)

(56) Relevantní dokumenty:

US 4759805; GB 982638; US 3926564; US 3760783.

(73) Majitel patentu:

ROCHE DIAGNOSTICS GMBH, Mannheim, DE

(72) Původce:

Zimmer Volker, Dossenheim, DE
Braun Hans-Peter, Weinheim, DE

(74) Zástupce:

Dr. Karel Čermák, Národní třída 32, Praha 1, 11000

(54) Název vynálezu:

**Způsob výroby povrchového povlaku, použití
tohoto povlaku a komponenta analytického
testovacího zařízení**

(57) Anotace:

Předmětem vynálezu je způsob výroby povrchového povlaku za účelem zvýšení povrchového napětí povrchu komponenty analytického testovacího zařízení, kterou se kapalný vzorek přenáší z místa pro nanесení kapalného vzorku na místo pro stanovení kapalného vzorku, přičemž ve směru přenosu kapalného vzorku se za místem nanесení kapalného vzorku nachází detekční místo kapalného vzorku, jehož podstata spočívá v tom, že se na povrchu komponenty analytického testovacího zařízení vyloučí vrstva alespoň jednoho chemického prvku oxidovatelného vodou nebo vrstva alespoň jedné slitiny oxidovatelné vodou, načež se na vyloučenou vrstvu působí vroucí vodou nebo vodní párou k dosažení alespoň povrchové oxidace vyloučené vrstvy.

CZ 302529 B6

Způsob výroby povrchového povlaku, použití tohoto povlaku a komponenta analytického testovacího zařízení

5 Oblast techniky

Vynález se týká způsobu výroby povrchového povlaku za účelem zvýšení povrchového napětí povrchu komponenty analytického testovacího zařízení, kterou se kapalný vzorek přenáší z místa pro nanesení kapalného vzorku na místo pro stanovení kapalného vzorku, přičemž ve směru přenosu kapalného vzorku se za místem nanesení kapalného vzorku nachází detekční místo kapalného vzorku, jakož i použití povrchového povlaku pro zvýšení povrchového napětí povrchu komponenty analytického testovacího zařízení a samotné komponenty analytického testovacího zařízení.

15 Dosavadní stav techniky

Povrstvování povrchů pevných předmětů je velmi rozšířeným prostředkem pro cílenou změnu povrchových vlastností předmětů. Mělo by se tu pouze poukázat na nescíslné metody ochrany proti korozi pro každodenní předměty z neušlechtilých kovů nebo lakování předmětů s cílem změnit jejich optický vzhled.

Pod povrstvováním se rozumí obecně výrobní postup pro nanášení pevně lpící vrstvy z beztvare látky na opracováváný předmět nebo nosný pás. Principiálně se mohou rozlišovat 4 skupiny způsobů povrstvování, které se odlišují stavem látky pro ochrannou vrstvu před nanášením:

1. nanášení z plynného nebo parního stavu, jako například napařování nebo pokovování;
2. nanášení z kapalného, kašovitého nebo pastovitého stavu, jako například lakování, nanášení disperze nebo taveniny;
3. nanášení z ionizovaného stavu elektrolytickým nebo chemickým vylučováním, jako je mezi jiným eloxování nebo elektroforetické lakování;
- 35 4. nanášení z pevného, to znamená ze zrnitého nebo práškového stavu, například nanášení prášku nebo povrstvování pomocí sintrování.

Pro oblasti použití, ve kterých se používají levné jednorázové výrobky, zejména také v medicínské diagnostice nebo v analytice životního prostředí, se ukázaly plasty jako výrobní materiál dobré jakosti. Protože plasty, zejména levné, snadno zpracovatelné, téměř libovolně formovatelné hromadně vyráběné plasty, sestávají zpravidla z nepolárních organických polymerů, většinou se tyto nedají nebo jen špatně se dají smáčet polárními médii, jako je voda a vodné kapaliny, zejména biologické vzorky. Tato vlastnost se stává užitečnou pro jistá použití, například tam, kde není žádoucí přilnutí kapaliny na předmět z plastu, jako například při špičkách jednocestných pipet. Na druhé straně existují četné oblasti použití pro předměty z plastů, při kterých je žádoucí smáčivost polárními kapalinami, jako například v oblasti rychlodiagnostik, při kterých mohou plasty sloužit jako materiály pro příjem biologických kapalných vzorků.

Proto nechybějí rozličné způsoby, kterých cílem je hydrofilní úprava povrchu plastů. Hydrofilní povrchy se vyznačují vysokým povrchovým napětím, které má hodnotu blízkou se hodnotě povrchového napětí vody (72 mN/m). Například by se měla pro hydrofilní úpravu povrchu plastů uvést úprava korónovou plazmou, Plasma Chemical Vapor Deposition (PACVD, například firma Antec, Kelkheim), kovalentní navázání fotoreaktivně upravených hydrofilních polymerů na povrch plastu (Photo Link Surface, firma BSI Corporation, Eden Prairie, Minnesota, USA), popsané například v US 4 973 493, nanášení vrstev obsahujících smáčedla na povrch plastu

(například firma Adhesive Research, Glen Rock, PA, USA) nebo nanášení anorganicko–organických nanokompozitů pomocí technologie sol–gel na upravované povrchy (například firma INM, Saarbrücken).

- 5 Pro hydrofilní modifikaci povrchů plastů, ať již fólií nebo tvarovaných výlisků, se mohly mezi jiným etablovat výše uvedené způsoby, které vykazují výhody i nevýhody.

Úprava pomocí korónové plazmy vede ke zvýšení povrchového napětí, které po úpravě kontinuálně v krátké době několika dní až několika týdnů klesá. Kromě toho dosažitelná povrchová
10 napětí jsou poměrně nízká.

Nepatrně vyšších povrchových napětí než úpravou korónovou plazmou možno dosáhnout technikou PACVD. Přestože tato metoda vede k časově stabilnějším povrchovým povlakům, také zde je možno sledovat pokles povrchového napětí v čase.

15 Časově stabilní vzhledem ke svému povrchovému napětí jsou povrchy, které jsou opatřeny takzvanými Photo Link Surfaces nebo na kterých je uskutečněno povrstvování vrstvami obsahujícími smáčedla. Obě varianty však nevedou k optimálně vysokým povrchovým napětím. Nanesení vrstev obsahujících smáčedla v sobě dodatečně skrývá principiální nevýhodu, že smáčedlo
20 v kapalném vodném vzorku, který přichází do kontaktu s vrstvou, se může koncentrovat, a tím tento měnit nebo znehodnocovat.

Nanášení anorganicko–organických nanokompozitů pomocí technologie sol–gel na upravované povrchy vede ke zvýšeným povrchovým napětím. Nevýhodou je při tom to, že tento způsob sám je nákladný a časově náročný, čímž se nejeví vhodným pro úpravu plastových hromadně vyrábě-
25 ných výrobků.

Patent US 3 926 564 popisuje lékařské diagnostické zařízení obsahující podkladový člen a kompozitní metalizovaný povlak uložený na povrchu uvedeného podkladového členu, přičemž uvede-
30 ný povlak obsahuje slitinu tvořenou složkou ušlechtilého kovu a oxidovatelnou kovovou složkou.

Úkolem předloženého vynálezu bylo odstranění nevýhod dosavadního stavu techniky. Zejména by se měly poskytnout časově stabilní povrchové povlaky s vysokým povrchovým napětím, například pro použití pro hydrofilní úpravu předmětů. Kromě toho by se povrstvování mělo provádět jednoduše a spolehlivě, aby bylo vhodné pro úpravu hromadně vyráběných výrobků.
35

Podstata vynálezu

40 Předmětem vynálezu je způsob výroby povrchového povlaku za účelem zvýšení povrchového napětí povrchu komponenty analytického testovacího zařízení, kterou se kapalný vzorek přenáší z místa pro nanesení kapalného vzorku na místo pro stanovení kapalného vzorku, přičemž ve směru přenosu kapalného vzorku se za místem nanesení kapalného vzorku nachází detekční místo kapalného vzorku, jehož podstata spočívá v tom, že se na povrchu komponenty analytického
45 testovacího zařízení vyloučí vrstva alespoň jednoho chemického prvku oxidovatelného vodou nebo vrstva alespoň jedné slitiny oxidovatelné vodou, načež se na vyloučenou vrstvu působící vroucí vodou nebo vodní párou k dosažení alespoň povrchové oxidace vyloučené vrstvy.

Výhodně se na vyloučenou vrstvu působí přehřátou vodní párou.

50 Předmětem vynálezu je rovněž použití povrchového povlaku, získaného vyloučením na povrchu podkladu vrstvy alespoň jednoho chemického prvku oxidovatelného vodou nebo vrstvy alespoň jedné slitiny oxidovatelné vodou a následným působením vroucí vody nebo vodní páry na vyloučenou vrstvu k dosažení alespoň povrchové oxidace vyloučené vrstvy, pro zvýšení povrchového
55 napětí povrchu komponenty analytického testovacího zařízení, kterou se kapalný vzorek přenáší

z místa pro nanesení kapalného vzorku na místo pro stanovení kapalného vzorku, přičemž ve směru přenosu kapalného vzorku se za místem pro nanesení vzorku nachází detekční místo kapalného vzorku.

- 5 Výhodně se při získání povrchového povlaku na vyloučenou vrstvu působí přehřátou vodní párou.

Výhodně je vyloučeným chemickým prvkem chemický prvek zvolený ze souboru zahrnujícího Al, Si, Ti, V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Zn, Ga, Ge, Zr, Nb, Cd, In, Sn a Sb.

- 10 Výhodněji je vyloučeným chemickým prvkem chemický prvek zvolený ze souboru zahrnujícího Al, Si, Ti, Zr.

Nejvýhodněji je vyloučeným chemickým znakem Al.

- 15 Výhodně je vyloučenou slitinou slitina obsahující alespoň dva chemické prvky ze souboru zahrnujícího Al, Si, Ti, V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Zn, Ga, Ge, Zr, Nb, Cd, In, Sn a Sb.

- 20 Výhodněji je vyloučenou slitinou slitina obsahující alespoň jeden chemický prvek ze skupiny zahrnující Al, Si, Ti, V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Zn, Ga, Ge, Zr, Nb, Cd, In, Sn a Sb, který je legován alespoň jedním chemickým prvkem ze skupiny zahrnující Mg, Ca, Sr a Ba.

- 25 Ještě výhodněji je vyloučenou slitinou slitina obsahující alespoň jeden chemický prvek ze skupiny zahrnující Al, Si, Ti a Zr, který je legován alespoň jedním chemickým prvkem ze skupiny zahrnující Mg, Ca, Sr a Ba.

Nejvýhodněji je vyloučenou slitinou slitina tvořena Al, který je legován alespoň jedním chemickým prvkem ze skupiny zahrnující Mg, Ca, Sr, Ba.

- 30 Výhodně je tloušťka vyloučené vrstvy rovna 1 nm až 500 nm.

Výhodně je tloušťka povrchové vrstvy oxidu vyloučeného chemického prvku nebo oxidů vyloučené slitiny chemických prvků rovna 0,1 nm až 500 nm.

- 35 Výhodněji je tloušťka povrchové vrstvy oxidu vyloučeného chemického prvku nebo oxidů vyloučené slitiny chemických prvků rovna 10 nm až 100 nm.

- 40 Předmětem vynálezu je rovněž komponenta analytického testovacího zařízení, kterou se kapalný vzorek přenáší z místa pro nanesení kapalného vzorku na místo pro stanovení kapalného vzorku, přičemž ve směru přenosu kapalného vzorku se za místem pro nanesení kapalného vzorku nachází detekční místo kapalného vzorku, jejíž podstata spočívá v tom, že má alespoň jeden povrch, který je tvořen alespoň jedním chemickým prvkem oxidovatelným vodou nebo alespoň jednou slitinou oxidovatelnou vodou a který byl ošetřen působením vroucí vody nebo vodní páry.

- 45 K úpravě vyloučeného povrchového povlaku se používá zejména vroucí voda nebo vodní pára, obzvláště přednostně deionizovaná voda.

- 50 Zvýšení povrchového napětí vyplývá ze zvýšení polarit a odpovídá zvýšené hydrofilnosti uvažovaných povrchů. Hydrofilnost je afinita povrchu k vodě. Hydrofilními povrchy jsou v této souvislosti hygroskopické plochy. Vodné vzorky, mezi nimi také biologické vzorky, jako krev, moč, sliny, pot a od nich odvozené vzorky, jako plazma a sérum, se na takových površích dobře rozvrstvějí do jednomolekulové vrstvy. Takové plochy jsou mezi jiným charakterizovány tím, že na hraniční ploše vytváří kapka vody na nich ostrý úhel dotyku nebo úhel dolehnutí (srov. k tomu například uvedení pod heslem „Benetzung“ (smáčení) v CD Römp Chem Lexion, Version 1.0,

1995). Naproti tomu na hydrofobních, tj. na vodoodpudivých površích, na hraniční ploše mezi kapkou vody a povrchem se vytváří tupý úhel dotyku.

Úhel dotyku jako výsledek povrchových napětí zkušební kapaliny a zkoumaného povrchu je vhodný jako míra pro hydrofilnost povrchu. Voda má například povrchové napětí 72 mN/m. Jestliže hodnota povrchového napětí pozorované plochy je velmi nižší než tato hodnota, tj. více než o 20 mN/m, potom je smáčení špatné a výsledný úhel dotyku je tupý. Taková plocha se označuje jako hydrofobní. Jestliže se povrchové napětí blíží hodnotě, která byla zjištěna pro vodu, potom je smáčení dobré a úhel dotyku je ostrý. Jestliže je naproti tomu povrchové napětí rovné nebo vyšší než hodnota zjištěna pro vodu, potom se kapka rozpustí a uskuteční se úplné rozvrstvení kapaliny na hladině do jednomolekulové vrstvy. Úhel dotyku se potom již nedá měřit. Plochy, které vytvářejí s kapkou vody ostrý úhel dotyku nebo se u nich pozoruje úplné rozvrstvení kapaliny na hladině do jednomolekulové vrstvy, se označují jako hydrofilní.

Podle vynálezu se má povrstvování povrchu uskutečnit vyloučením vrstvy alespoň jednoho prvku, který je možno oxidovat vodou, nebo jedné slitiny, kterou je možno oxidovat vodou, na předmětu. Jako předměty, které se mají povrstvovat, přicházejí v úvahu všechny takové předměty, kterých povrchy v nepovrstvovaném stavu vykazují nižší hydrofilnost než v povrstvovaném, dodatečně upraveném stavu. Uvést by se měly například plasty, kovy, sklo, keramika, papír, netkané textilie, kartón atd., přičemž tvar předmětů může být libovolný, například plochý, trojrozměrný, pórovitý atd.

Pro vylučování vrstvy přicházejí principiálně v úvahu všechny 4 výše uvedené způsoby nanášení, to znamená nanášení z plynného stavu nebo parního stavu, z kapalného, kašovitého nebo pastovitého stavu, z ionizovaného stavu nebo z pevného stavu. Provádí se zejména nanášení z plynného stavu. Obzvláště přednostně se na upravovaný povrch nanáší ve vakuovém napařovacím zařízení vrstva vodou oxidovatelného prvku nebo slitiny. Tento způsob se používá například s hliníkem jako prvkem, který je možno oxidovat vodou, levně na velkých plochách v průmyslu obalových materiálů a v elektrotechnickém průmyslu.

Vrstvy se mohou na povrstvovaný předmět nanášet jako souvislá celoplošná vrstva, ale také ve formě libovolného dvojrozměrného vzoru.

Pro předmět vynálezu je podstatné to, že vyloučená vrstva prvku, který je možno oxidovat vodou, nebo slitiny, kterou je možno oxidovat vodou, se v návaznosti na vlastní proces povrstvování upravuje působením vroucí vody nebo vodní páry. Přitom je postačující nechat vroucí vodu nebo vodní páru působit při normálním tlaku. Přednostně se však pracuje s přehřátou vodní párou, protože se přitom dají doby působení výrazně snížit. Například 30 nm tlustá vrstva hliníku se může během přibližně 45 s úplně oxidovat přehřátou vodní párou.

Při této úpravě se vyloučená vrstva prvku, který je možno oxidovat vodou, nebo slitiny, kterou je možno oxidovat vodou, oxiduje alespoň povrchově. Alespoň povrch vyloučené vrstvy prvku, který je možno oxidovat vodou, nebo slitiny, kterou je možno oxidovat vodou, přitom ztrácí svůj elementární charakter. Pro kovy nebo jejich slitiny to mezi jiným znamená ztrátu lesku a vodivosti. Oxidace povrchu přitom přesahuje popřípadě se vyskytující vrstvu jako přirozenou ochrannou vrstvu. Tenké kovové vrstvy se při úpravě vroucí vodou nebo vodní párou oxidují do takové míry, že úplně ztrácejí svůj kovový vzhled a za jistých okolností se stávají úplně transparentní.

Zpracování vroucí vodou nebo vodní párou se provádí zejména čistou vodou, obzvláště přednostně deionizovanou vodou (například Aqua purificata podle DAB). Přitom získané povrchy nevykazují žádné zatížení chemikáliemi, které je možno zjistit u jiných, zejména oxidačních procesů za mokra, jako je například oxidace oxidujícími kyselinami. Proto odpadají kroky čištění a promývání a proces se stává jednodušší a levnější.

Podle vynálezu je možno k povrstvování použít neušlechtilé prvky, které je možno oxidovat vroucí vodou nebo vodní párou. Přednostními jsou prvky Al, Si, Ti, V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Zn, Ga, Ge, Zr, Nb, Cd, In, Sn, Sb. Obzvláště přednostní jsou Al, Si, Ti, Zr. Zcela obzvláště přednostní je Al.

5

Podle vynálezu je možno rovněž použít neušlechtilé slitiny, které je možno oxidovat vroucí vodou nebo vodní párou. Zejména jsou to slitiny, které obsahují alespoň dvě složky z následující skupiny prvků obsahují alespoň dvě složky z následující skupiny prvků sestávající z Al, Si, Ti, V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Zn, Ga, Ge, Zr, Nb, Cd, In, Sn a Sb. Vhodná je například slitina skládající se z 99 % hmotn. Al a 1 % hmotn. Si.

10

Vhodnými jsou rovněž slitiny, které obsahují alespoň jednu složku z následující první skupiny prvků sestávající z Al, Si, Ti, V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Zn, Ga, Ge, Zr, Nb, Cd, In, Sn a Sb, které jsou legovány alespoň jedním prvkem z následující druhé skupiny prvků sestávající z Mg, Ca, Sr a Ba, jako například slitina skládající se z 95 % hmotn. Al a 5 % hmotn. Mg. Obzvláště přednostní jsou slitiny, které obsahují alespoň jednu složku z následující první skupiny prvků sestávající z Al, Si, Ti a Zr, které jsou legovány alespoň jedním prvkem z následující druhé skupiny prvků sestávající z Mg, Ca, Sr a Ba. Zcela obzvláště přednostní jsou slitiny, které se skládají z Al, který je legován alespoň jedním prvkem z následující skupiny prvků sestávající z Mg, Ca, Sr a Ba.

20

Vyloučená vrstva podle vynálezu vykazuje obzvláště tloušťku 1 nm až 500 nm. Působení vroucí vody nebo vodní páry na vyloučenou vrstvu vede k tvorbě oxidových vrstev, které mají tloušťku přednostně mezi 0,1 nm a 500 nm, obzvláště přednostně mezi 10 nm až 100 nm.

25

Povrchové povlaky vytvořené podle vynálezu představují homogenní, anorganické oxidové vrstvy, které mají vysoké povrchové napětí a vysokou polaritu, které jsou po dlouhou dobu stabilní, a vykazují dobrou přilnavost na povrstvovaném předmětu při současné elasticitě.

30

Charakterizace povrchů s vysokým povrchovým napětím (vysoce energetické povrchy) způsobuje jisté problémy při měření. Při různých způsobech měření, jako je například měření stykového úhlu, se povrchové jevy povrchu, který se má zkoumat, přibližují relativně ke zkušebním kapalinám. Protože zkušební kapaliny s povrchovým napětím, které je výrazně vyšší než hodnota pro vodu (72 mN/m), se stěží dají vytvořit, kladou se extrapovatelnosti nad tuto hodnotu jisté meze. Přitěžujíc k tomu se přidružují kinetické jevy. Kapalina, která smáčí povrch, se v krátké době rozvrství do jednomolekulové vrstvy, typicky za méně než 1,5 s. Pro stanovení povrchové napětí vzhledem ke kapilární aktivitě je však důležité spontánní smáčení. Při dynamickém postupu stykového úhlu se mluví o progresivním úhlu smáčení stále se zvětšující kapky. Avšak pro zde představované hydrofilní povrchové povlaky je dávkování kapky a proměřování kapky pomocí komerčně dostupných měřících automatů pro měření stykového úhlu příliš pomalé k tomu, aby se jednoznačně popsaly povrchové povlaky podle vynálezu. Proto se jako proveditelné ukázalo měření povrchového povlaku podle vynálezu prostřednictvím zjišťování doby plnění pro testovací kapiláru.

35

40

Válcovitá testovací kapilára je zkonstruována ze dvou navzájem paralelně protilehlých fólií, které se udržují pomocí přesně definované rozpěrky ve formě oboustranně lepicí pásky, která určuje rozměry kapiláry, délku, šířku a výšku, v definované vzájemné vzdálenosti. Protilehlé povrchy obou fólií jsou opatřeny povlakem, který se má testovat. Rozměry kapiláry jsou: výška 0,1 mm, šířka 2 mm a délka 15 mm, přičemž délka kapaliny odpovídá použitelné dráze přenosu kapaliny a výška kapiláry je tím rozměrem, který způsobuje kapilaritu. Kapilára má otvor sloužící pro příjem kapaliny s průřezovou plochou 0,1 mm x 2 mm, která odpovídá podstavě válcovité kapiláry. Na protilehlém konci kapiláry je umístěn odvodušňovací otvor, který slouží k unikání vytlačeného vzduchu v kapiláře při nasávání zkušební kapaliny. Zkušební kapalinou je přednostně destilovaná voda, například Aqua purificata podle DAB, možné jsou však jiné zkušební kapaliny podle oblasti použití, například krev nebo jiné tělní tekutiny. Doby plnění pro zkušební kapaliny se

55

měří při polovičním (dráha přenosu 7,5 mm) a úplném naplnění (dráha přenosu 15 mm). Srovnávací výsledky jsou popsány v příkladu 1.

Obzvláště přednostní je použití povrchových povlaků podle vynálezu v analytických testovacích prvcích pro zvýšení hydrofilnosti. Předmětem vynálezu je proto také analytický testovací prvek, například testovací proužek, při kterém se kapalný vzorek přenáší z místa pro podávání vzorku na místo určení, přičemž ve směru přenosu po proudu od místa pro podávání vzorku leží místo detekce. Podstatné přitom je, že analytický testovací prvek vykazuje alespoň jeden povrch, který se skládá alespoň z jednoho prvku, který je možno oxidovat vodou, nebo jedné slitiny, kterou je možno oxidovat vodou, který byl upraven nebo která byla upravena působením vroucí vody nebo vodní páry. Jako prvky a slitiny přicházejí v úvahu výše popsané látky.

Zejména pro takzvané testovací prvky s kapilární štěrbinou jsou hydrofilně upravené povrchy nezbytné. Testovací prvky s kapilární štěrbinou jsou testovací prvky, při kterých se kapalný vzorek pohybuje z místa pro podávání vzorku k místu pro detekci vzorku, vzdáleného od něj, pomocí kapilární síly v přenosovém kanálku (kapilární kanálek, kapilární štěrbina), aby tam došlo k důkazové reakci.

Schopnost kapiláry nasávat kapalinu souvisí se smáčivostí povrchu kapilárního kanálku kapalinou. Pro vodné vzorky to znamená, že kapilára by měla být zhotovena z takového materiálu, kterého povrchové napětí dosahuje přibližně 72 mN/m nebo tuto hodnotu překračuje.

Dostatečně hydrofilními materiály pro konstrukci kapiláry, která rychle nasává vodné vzorky, jsou například sklo, kovy nebo keramika. Pro použití v testovacích nosičích však tyto materiály vykazují některé nevýhody, například nebezpečí zlomení při skle nebo keramice. Proto se obvykle ke zhotovení testovacích prvků používají plastové fólie nebo výlisky z plastu. Použité plasty téměř přitom nepřekračují zpravidla povrchové napětí 45 mN/m. Dokonce pomocí nejvíce hydrofilních plastických látek, relativně hodnoceno, jako například polymethylmethakrylátu (PMMA) nebo polyamidu (PA), se dají – pokud vůbec – konstruovat jen velmi pomalu nasávající kapiláry. Kapiláry z hydrofobních plastů, jako je například polystyren (PS), polypropylen (PP) nebo polyethylen (PE), v podstatě nenasávají žádné vodné vzorky. Z toho vyplývá nutnost hydrofilně upravit plasty pro použití jako konstrukční materiál pro testovací prvky s kapilárně aktivními materiály, to znamená hydrofilizovat.

V analytických testovacích prvcích s kapilárními štěrbinami je proto zejména hydrofilizována alespoň jedna, lépe však dvě, zcela obzvláště přednostně dvě navzájem protilehlé plochy z ploch vytvářejících vnitřní povrch kanálku uzpůsobeného ke kapilárnímu přenosu kapaliny. Jestliže se hydrofilizuje více než jedna plocha, potom se mohou plochy hydrofilizovat stejnými nebo různými metodami. Hydrofilizace je nezbytná především tehdy, když materiály, které tvoří kapilárně aktivní kanálek, jsou samy hydrofobní nebo jen velmi málo hydrofilní, například protože sestávají z nepolárních plastů. Nepolární plasty, jako například polystyren (PS), polyethylen (PE), polyethylentereftalát (PET) nebo polyvinylchlorid (PVC), jsou výhodně jako podkladové materiály, protože neabsorbují zkoumané kapaliny, a tím se může objem vzorku efektivně využít pro důkazovou reakci. Hydrofilizací povrchu kapilárního kanálku se dosahuje toho, že polární, přednostně vodná zkoušená kapalina ochotně vstupuje do kapilárního kanálku a tam se rychle přenáší na místo testovacího prvku, na kterém se uskutečňuje detekce.

Zcela obzvláště přednostně se dosahuje hydrofilizace použitím tenkých vrstev oxidovaného hliníku. Tyto vrstvy se nanášejí přímo na žádoucí konstrukční prvky testovacího prvku, například vakuovou metalizací zpracovávaných předmětů kovovým hliníkem a následnou oxidací kovu, nebo se používají ve formě kovových folií nebo plastových folií potažených kovem pro konstrukci testovacího podkladu, které se musí k dosažení žádoucí hydrofilnosti rovněž existovat. Přitom jsou postačující tloušťky kovových vrstev 1 až 500 nm. Vrstva kovu se následně oxiduje pro tvorbu oxidované formy, přičemž se podle vynálezu jako obzvláště vhodná metoda projevila především oxidace v přítomnosti vodní páry nebo oxidace varem ve vodě. Takto získané oxidové

vrstvy mají tloušťku podle metody mezi 0,1 až 500 nm, přednostně mezi 10 a 100 nm. Větší tloušťky povlaků z vrstvy kovu a také oxidové vrstvy se sice dají principiálně prakticky realizovat, neukazují však žádné další výhodné účinky.

5 Další formy použití povrchových povlaků podle vynálezu jsou

- hydrofilní, bezdetergentová úprava polymerových fólií, tkanin, rouna nebo trojrozměrných tvarovaných těles pro zlepšení adhezních vlastností pro lakované, lepené nebo plastové vrstvy,
- 10 – adsorpční spojování polárních molekul nebo látek, zejména pro adsorpci biologicky aktivních molekul, jako například proteinů, enzymů, protilátek, nukleových kyselin atd. (srov. k tomu například Chem. Pharm. Bull. 41 (1993) 1055), protože zvýšené povrchové napětí vystupuje spolu se zvýšením polaritu povrchu,
- 15 – výroba povrchových vzorů („pattern“), například přihrádek pro přenos polárních kapalin, k vymezení ohraničení polárních a nepolárních oblastí, přičemž tyto vzory se mohou vytvářet pomocí struktury vyloučeného materiálu samotného nebo dodatečně pomocí selektivního pokrytí jistých oblastí vyloučené vrstvy materiálu, například voskem, při úpravě vroucí vodou nebo vodní párou.
- 20

Vynález se blíže objasňuje pomocí následujícího příkladu.

25 Příklady provedení vynálezu

Příklad 1

30 Srovnání dob plnění pro zkušební kapiláru

Válcovitá testovací kapilára se zkonstruovala ze dvou navzájem paralelně protilehlých fólií, které se udržovaly pomocí přesně definované rozpěrky ve formě oboustranně lepicí pásky, která určovala rozměry kapiláry, délku, šířku a výšku, v definované vzájemné vzdálenosti. Protilehlé povrchy obou fólií se opatřily povlakem, který se má testovat. Použitými fóliemi byly polyesterové fólie (Melinex[®], ICI), které byly rozličně modifikovány takto:

1. fólie, která se povrstvila fotoreaktivně upraveným, hydrofilním polymerem (BSI),
- 40 2. fólie, která se podrobila zpracování korónovou plazmou (Antec),
3. fólie, na kterou se nanasla vrstva obsahující smáčedlo (A.R.),
4. fólie, na kterou se nanasly anorganicko-organické nanokompozity pomocí technologie sol-gel (INM),
- 45 5. fólie, na kterou se napařil oxid hlinitý, která však nebyla následně upravena vroucí vodou nebo vodní párou (Alu-Ox),
- 50 6. fólie, na kterou se nejdříve napařila vrstva hliníku o tloušťce 30 nm, která se následně během 45 s úplně oxidovala vodní párou (Alu-Ox/H₂O).

Rozměry kapiláry byly: výška 0,1 mm, šířka 2 mm a délka 15 mm, přičemž délka odpovídala dráze přenosu kapaliny a výška kapiláry byla tím rozměrem, který způsoboval kapilaritu. Kapilára měla otvor sloužící pro příjem kapaliny s průřezovou plochou 0,1 mm x 2 mm, která odpovídá

la postavě válcovité kapiláry. Na protilehlém konci kapiláry byl umístěn odvětrávací otvor, který sloužil k unikání vzduchu vytlačeného v kapiláře při nasávání zkušební kapaliny. Zkušební kapalinou byla jednou destilovaná voda Aqua purificata podle DAB a jednou lidská krev (s EDTA jako antikoagulanciem, hemokrit 44 %). Doby plnění pro zkušební kapaliny se měřily při polovičním (dráha přenosu 7,5 mm) a úplném naplnění (dráha přenosu 15 mm). Kapilára se udržovala při plnění svisle, takže zkušební kapalina musela urazit proti tíhové síle dráhu plnění 15 mm. Srovnávací výsledky jsou zachyceny v tabulce 1.

Tabulka 1

Povlak	Doba plnění pro krev [s]		Doba plnění pro vodu [s] po 15 mm
	po 7,5 mm	po 15 mm	
BSI	0,5 - 0,6	2,1 - 2,7	0,6 - 0,9
Antec	1,4 - 2,3	4,7 - 8,4	4,0 - 7,0
A.R.	0,4 - 0,5	1,8 - 2,1	0,4 - 0,5
INM		1,0 - 3,0	
Alu-Ox	-	1,2	-
Alu-Ox/H ₂ O	0,2 - 0,3	0,7	< 0,2

Povlak podle vynálezu (Alu-Ox/H₂O) je nejvíce smáčivý ze všech zkoušených vrstev. Povlak (Alu-Ox/H₂O) podle vynálezu, vyrobený po nanesení kovu působením vodní páry vykazuje výrazně zlepšenou hydrofilnost ve srovnání s povrchem (Alu-Ox) potaženým přímo oxidem hliní-
 nitým, avšak neoxidovaným působením vodní páry. Výrobní způsob podle vynálezu je poměrně jednoduchý, dobře ovládatelný a vede k stabilním povlakům s časově konstantním vysokým povrchovým napětím.

PATENTOVÉ NÁROKY

1. Způsob výroby povrchového povlaku za účelem zvýšení povrchového napětí povrchu komponenty analytického testovacího zařízení, kterou se kapalným vzorkem přenáší z místa pro nanesení kapalného vzorku na místo pro stanovení kapalného vzorku, přičemž ve směru přenosu kapalného vzorku se za místem nanesení kapalného vzorku nachází detekční místo kapalného vzorku, **v y z n a ě n ý t í m**, že se na povrchu komponenty analytického testovacího zařízení vyloučí vrstva alespoň jednoho chemického prvku oxidovatelného vodou nebo vrstva alespoň jedné slitiny oxidovatelné vodou, načež se na vyloučenou vrstvu působí vroucí vodou nebo vodní párou k dosažení alespoň povrchové oxidace vyloučené vrstvy.
2. Způsob podle nároku 1, **v y z n a ě n ý t í m**, že se na vyloučenou vrstvu působí přehřátou vodní párou.
3. Použití povrchového povlaku, získaného vyloučením na povrchu podkladu vrstvy alespoň jednoho chemického prvku oxidovatelného vodou nebo vrstvy alespoň jedné slitiny oxidovatelné vodou a následným působením vroucí vody nebo vodní páry na vyloučenou vrstvu k dosažení

alespoň povrchové oxidace vyloučené vrstvy, pro zvýšení povrchového napětí povrchu komponenty analytického testovacího zařízení, kterou se kapalný vzorek přenáší z místa pro nanesení kapalného vzorku na místo pro stanovení kapalného vzorku, přičemž ve směru přenosu kapalného vzorku se za místem pro nanesení vzorku nachází detekční místo kapalného vzorku.

4. Použití podle nároku 3, přičemž při získání povrchového povlaku se na vyloučenou vrstvu působí přehřátou vodní párou.

5. Použití podle nároku 3 nebo 4, při kterém je vyloučeným chemickým prvkem chemický prvek zvolený ze souboru zahrnujícího Al, Si, Ti, V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Zn, Ga, Ge, Zr, Nb, Cd, In, Sn a Sb.

6. Použití podle nároku 5, při kterém je vyloučeným chemickým prvkem chemický prvek zvolený ze souboru zahrnujícího Al, Si, Ti, Zr.

7. Použití podle nároku 5, při kterém je vyloučeným chemickým prvkem Al.

8. Použití podle nároku 3 nebo 4, při kterém je vyloučenou slitinou slitina obsahující alespoň dva chemické prvky ze souboru zahrnujícího Al, Si, Ti, V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Zn, Ga, Ge, Zr, Nb, Cd, In, Sn a Sb.

9. Použití podle nároku 3 nebo 4, při kterém je vyloučenou slitinou slitina obsahující alespoň jeden chemický prvek ze skupiny zahrnující Al, Si, Ti, V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Zn, Ga, Ge, Zr, Nb, Cd, In, Sn a Sb, který je legován alespoň jedním chemickým prvkem ze skupiny zahrnující Mg, Ca, Sr a Ba.

10. Použití podle nároku 9, při kterém je vyloučenou slitinou slitina obsahující alespoň jeden chemický prvek ze skupiny zahrnující Al, Si, Ti a Zr, který je legován alespoň jedním chemickým prvkem ze skupiny zahrnující Mg, Ca, Sr a Ba.

11. Použití podle nároku 10, při kterém je vyloučenou slitinou slitina tvořena Al, který je legován alespoň jedním chemickým prvkem ze skupiny zahrnující Mg, Ca, Sr, Ba.

12. Použití podle některého z nároků 3 až 11, při kterém je tloušťka vyloučené vrstvy rovna 1 nm až 500 nm.

13. Použití podle některého z nároků 3 až 11, při kterém je tloušťka vyloučené vrstvy oxidu vyloučeného chemického prvku nebo oxidů vyloučené slitiny chemických prvků rovna 0,1 nm až 500 nm.

14. Použití podle nároku 13, při kterém je tloušťka povrchové vrstvy oxidu vyloučeného chemického prvku nebo oxidů vyloučené slitiny chemických prvků rovna 10 nm až 100 nm.

15. Komponenta analytického testovacího zařízení, kterou se kapalný vzorek přenáší z místa pro nanesení kapalného vzorku na místo pro stanovení kapalného vzorku, přičemž ve směru přenosu kapalného vzorku se za místem pro nanesení kapalného vzorku nachází detekční místo kapalného vzorku, **v y z n a ě n á t ě m**, že má alespoň jeden povrch, který je tvořen alespoň jedním chemickým prvkem oxidovatelným vodou nebo alespoň jednou slitinou oxidovatelnou vodou a který byl ošetřen působením vroucí vody nebo vodní páry.

Konec dokumentu
