

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第4009683号

(P4009683)

(45) 発行日 平成19年11月21日(2007.11.21)

(24) 登録日 平成19年9月14日(2007.9.14)

(51) Int. Cl. F I
GO 1 N 35/08 (2006.01) GO 1 N 35/08
GO 1 N 37/00 (2006.01) GO 1 N 37/00 1 O 1

請求項の数 6 (全 9 頁)

(21) 出願番号	特願2002-281102 (P2002-281102)	(73) 特許権者	000141897
(22) 出願日	平成14年9月26日(2002.9.26)		アークレイ株式会社
(65) 公開番号	特開2004-117179 (P2004-117179A)		京都府京都市南区東九条西明田町57番地
(43) 公開日	平成16年4月15日(2004.4.15)	(74) 代理人	100086380
審査請求日	平成17年9月22日(2005.9.22)		弁理士 吉田 稔
		(74) 代理人	100103078
			弁理士 田中 達也
		(74) 代理人	100105832
			弁理士 福元 義和
		(74) 代理人	100117167
			弁理士 塩谷 隆嗣
		(74) 代理人	100117178
			弁理士 古澤 寛

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 分析用具の製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

試料液を移動させるための凹部が形成され、かつ高分子材料により構成された基板と、上記凹部を覆うように上記基板に積層されたカバーと、を備えた分析用具を製造する方法であって、

上記凹部の内面に対して親水処理を施す工程を含む製造方法において、

上記親水処理は、上記カバーを積層する以前の上記基板にフッ素ガスおよび酸素ガスからなる改質ガスを接触させて上記凹部の内面の性状を第1次的に改質する第1次改質作業と、この第1次改質作業の後、上記カバーを積層する以前の上記基板に水または水蒸気を接触させて上記凹部の内面の性状を第2次的に改質する第2次改質作業と、を含んでいることを特徴とする、分析用具の製造方法。

10

【請求項2】

上記フッ素ガスと上記酸素ガスの混合比は、容積を基準として、1:1～1000である、請求項1に記載の分析用具の製造方法。

【請求項3】

上記第1次改質作業は、改質ガスの分圧が10～2000hPa、温度が0～100℃の環境下において、1～60分間行われる、請求項1または2に記載の分析用具の製造方法。

【請求項4】

上記親水処理は、上記凹部の内面における純水に対する接触角が、0～80度となるよ

20

うに行われる、請求項 1 ないし 3 のいずれかに記載の分析用具の製造方法。

【請求項 5】

上記分析用具は、毛細管現象を利用して試料液を移動させるように構成されている、請求項 1 ないし 4 のいずれかに記載の分析用具の製造方法。

【請求項 6】

上記凹部の主断面は、幅寸法 a が $10 \sim 500 \mu\text{m}$ 、深さ寸法 b が $5 \sim 500 \mu\text{m}$ であり、かつ $b/a \geq 0.5$ である矩形断面とされている、請求項 5 に記載の分析用具の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

10

【発明の属する技術分野】

本発明は、試料液の分析を行うために使用され、かつ試料液を測定部に移動させてから分析を行うように構成された分析用具を製造する技術に関する。

【0002】

【従来の技術】

分析用具としては、試料液の移動を毛細管力により行うものがある。このような分析用具は、毛細管力を発生させるためのキャピラリを備えたものとして構成される。その一方で、試料液に対して適切な毛細管力を作用させるべく、キャピラリの内面に親水処理を施すことが行われている。たとえば、図 9 に示したように、基板 90 に凹部 91 を形成するとともに、この凹部 91 をカバー 92 により覆うことによりキャピラリ 93 が形成される構成では、凹部 91 の底面 91a とカバー 92 の片面 92a に対して親水処理が施される。キャピラリ 93 の内面に親水処理を施す代表的な方法としては、たとえば紫外線を照射する方法、界面活性剤を付着させる方法、グロー放電やコロナ放電などのプラズマ放電を利用する方法などが挙げられる（たとえば特許文献 1 および 2 参照）。

20

【0003】

【特許文献 1】

特開 2001-159618 号公報（第 4 頁）

【特許文献 2】

特開 2002-168821 号公報（第 4 頁）

【0004】

30

【発明が解決しようとする課題】

近年においては、試料液の微量化および分析用具の小型化の要請から、キャピラリ 93 の断面積が小さくなる傾向にある。とくに、1 つの分析用具において複数の項目を分析するように構成された分析用具においては、個々のキャピラリ 93 の断面積を小さくする必要性が高い。分析用具は、その厚み寸法が元々小さいために、分析用具の小型化を達成するためには、分析用具の平面視寸法を小さくするのが効果的である。この場合、分析用具の小型化を達成しつつ、キャピラリ 93 の断面積を小さくしようとするれば、図 10 に示したようにキャピラリ 93 の幅寸法が相対的に小さくなってくる。そのため、従来のように、凹部 91 の底面 91a とカバー 92 の片面 92a に親水処理を施す方法では、キャピラリ 93 の断面積が小さくなることにともなって、親水処理が施された面が占める割合が小さくなってしまふ。その結果、凹部 91 の側面 91b に対しても親水処理を施さなければ、キャピラリ 93 内において試料液を適切に移動させることができなくなる。

40

【0005】

しかしながら、界面活性剤を付着させる方法あるいは紫外線を照射する方法では、凹部 91 の側面 91b に対して適切に親水処理を施すのが困難である。たとえば、紫外線を照射する方法では、紫外線などの光が直進性を示すために、図 11 (a) に示したように微細な流路（凹部）91 の側面 91b に対しては、紫外線を照射するのが困難である。また、界面活性剤を付着させる方法は、界面活性剤を含む材料液を凹部 91 内に供給した後に、材料液を乾燥させることにより行われる。そのため、凹部 91 の側面 91b に対して界面活性剤を付着させるためには、図 11 (b) に示したように、凹部 91 の全体を埋めるよ

50

うにして材料液を供給し、材料液を乾燥させる必要がある。したがって、界面活性剤を付着させる方法では、側面91bに界面活性剤を付着させるためには、凹部91が界面活性剤により埋まってしまい、目的とする断面積を有する流路を構築するのが困難となる。一方、プラズマ放電を利用する方法では、プラズマ放電を起こさせるための設備が必要となるために設備コストひいては製造コストが高くなってしまう上、放電加工では凹部91の側面91bに対して十分な親水化処理を行うのが困難である。

【0006】

本発明は、このような事情のもとに考えだされたものであって、流路がたとえ微細であったとしても、コスト的に有利に、しかも適切に親水処理を施せるようにすることを課題としている。

【0007】

【発明の開示】

本発明では、上記した課題を解決するために、次の技術的手段を講じている。すなわち、本発明により提供される分析用具の製造方法は、試料液を移動させるための凹部が形成され、かつ高分子材料により構成された基板と、上記凹部を覆うように上記基板に積層されたカバーと、を備えた分析用具を製造する方法であって、上記凹部の内面に対して親水処理を施す工程を含む製造方法において、上記親水処理は、上記カバーを積層する以前の上記基板にフッ素ガスおよび酸素ガスからなる改質ガスを接触させて上記凹部の内面の性状を第1次的に改質する第1次改質作業と、この第1次改質作業の後、上記カバーを積層する以前の上記基板に水または水蒸気を接触させて上記凹部の内面の性状を第2次的に改質する第2次改質作業と、を含んでいることを特徴としている。

【0008】

親水処理においては、第1次および第2次改質作業を行うことにより、たとえば基板における表層に存在する高分子鎖に親水基であるカルボキシル基が導入される。これにより、凹部の内面が親水化される。親水化の程度は、たとえば凹部の内面における純水に対する接触角が0～80度、より好ましくは0～60度となる範囲とされる。

【0010】

第1次改質作業は、たとえば改質ガスの分圧が10～2000hPa、温度が0～100℃の環境下において、より好ましくは改質ガスの分圧が100～1100hPa、温度が0～40℃の環境下において、1～60分間行われる。第1次改質作業においては、改質ガスとして、たとえばフッ素ガスおよび酸素ガスを含むものが好ましく使用される。この場合、フッ素ガスと酸素ガスの混合比は、容積を基準として、1：1～1000とするのが好ましい。

【0011】

一方、第2次改質作業は、カバーを積層する以前の基板に対して、水または水蒸気を接触させることにより行われる。基板に対する水や水蒸気の接触は、たとえば基板に対して水や水蒸気を噴霧することにより行ってもよいし、水槽内に基板を浸漬することにより行ってもよい。もちろん、基板を大気と接触させることによって、大気中の水分によって凹部の内面を第2次的に改質してもよい。

【0012】

本発明は、毛細管現象を利用して試料液を移動させるように構成された分析用具において、その流路の内面を親水化するための技術として適用することができる。とくに、マイクロデバイスのように微細化された流路を有する分析用具に対して好適に採用することができる。マイクロデバイスとしては、たとえば流路の主断面（本発明でいう基板の凹部の主断面に相当）が、たとえば幅寸法aが10～500μm、深さ寸法bが5～500μmであり、かつ $b/a \geq 0.5$ である矩形断面とされたものが挙げられる。ここで、本発明でいう「主断面」とは、試料液の進行方向に直交する縦断面をさし、断面形状が一様でない場合においては、試料液の進行させることを主目的とした部分の縦断面をさすものとする。

【0013】

本発明では、第1次改質作業が改質ガス（気体）を用いて行われ、第2次改質作業がたとえば水蒸気や水といった気体や液体を用いて行われる。これらの物質は紫外線のように直進性はないため、基板の凹部の内面に対しては、改質ガスや水蒸気などを適切に接触させることができる。その結果、凹部の内面の全体に対して適切に親水処理を施すことができるようになる。このような効果は、微細流路（凹部の断面積が小さい）を備えた分析用具を製造する場合においても得ることができる。また、改質ガスあるいは水や水蒸気を接触させるための設備は、簡易な構成により安価に構築することができるため、製造コスト的にも有利なものとなる。

【0014】

【発明の実施の形態】

以下、本発明の好ましい実施の形態について、図面を参照して具体的に説明する。

【0015】

本発明は、分析装置に装着して使用する分析用具の製造方法に関するものである。分析装置では、たとえば光学的手法や電気化学的手法により、分析用具に供給された試料液が分析される。

【0016】

製造対象となる分析用具としては、たとえば図1ないし図4に示したものを例示することができる。これらの図に示した分析用具1は、いわゆるマイクロデバイスとして構成され、光学的手法により試料の分析を行うように構成されたものである。このマイクロデバイス1は、反応場を提供するものであり、凹部20が形成された基板2上に、接合シート4を介して、凹部20を覆うようにしてカバー3が積層された形態を有している。

【0017】

凹部20は、図1および図4に良く表れているように、試料導入路21、試薬導入路22および反应用流路23を有している。試料導入路21と試薬導入路22とは、反应用流路23の端部23aにつながっている。反应用流路23は、全体が蛇腹状に曲線状に形成されており、流路長が大きくなるように工夫されている。そして、反应用流路23の端部23bは、測定用光源からの光が照射される測定部を構成している。

【0018】

凹部20の主断面は、図2に示したように幅寸法aが10～500 μm 、深さ寸法bが5～500 μm であり、かつ $b/a \geq 0.5$ である矩形断面とされている。凹部20の内面には、親水処理が施されている。凹部20の内面における純水に対する接触角は、たとえば0～80度とされている。

【0019】

これに対してカバー3は、図1ないし図3に示したように試料導入口30、試薬導入口31および空気抜き穴32を有している。試料導入口30は試料導入路21の端部21aに、試薬導入口31は試薬導入路22の端部22aに、空気抜き穴32は反应用流路23の端部23bに、それぞれ対応した部位に形成されている。

【0020】

試料の分析時には、マイクロデバイス（分析用具）1に対して、試料導入口30から試料が、試薬導入口31から試薬がそれぞれ導入される。これらの試料および試薬は、毛細管現象により試料導入路21および試薬導入路22をそれぞれ移動し、反应用流路23において合流する。これにより、試料と試薬が反応を開始する。試料および試薬は、さらに反応を進行しつつも、毛細管現象により空気抜き穴32に向けて反应用流路23を移動し、最終的には測定部（端部）23bに到達する。測定部23bにおいては試料と試薬との反応生成物が上述したように分析装置において分析される。

【0021】

次に、マイクロデバイス1の製造方法について説明する。ただし、以下においては、1つの分析用具を個別に製造する場合を例にとって説明する。

【0022】

マイクロデバイス1は、カバー形成工程、基板形成工程、親水処理工程、および接合工程

10

20

30

40

50

を経て製造される。

【0023】

カバー形成工程は、たとえば透明な樹脂フィルムに対して打ち抜き加工を施した後、樹脂フィルムを目的とする大きさに切断することにより行われる（図3参照）。打ち抜き加工においては、試料導入口30、試薬導入口31および空気抜き穴32となるべき貫通孔が形成される。もちろん、樹脂フィルムを切断した後に打ち抜き加工を施してカバー3を形成してもよい。カバー3の片面に対しては、紫外線照射や界面活性剤を塗布するなどして、親水処理を施してもよい。樹脂フィルムを形成するための材料（カバー3を形成するための材料）としては、たとえばポリジメチルシロキサン（PDMS）、ポリメチルメタクリレート（PMMA）、ポリスチレン（PS）、ポリカーボネイト（PC）、ポリエチレンテレフタレート（PET）などの高分子材料を例示することができる。樹脂フィルム（カバー3）は、高分子材料を2種以上組み合わせて形成することもできる。たとえば、例示した高分子材料のうちの2種以上をブレンドした材料を用いて樹脂フィルム（カバー3）を成形してもよいし、異なる高分子材料により形成されたフィルムまたはシートを張り合わせて樹脂フィルム（カバー3）としてもよい。

10

【0024】

基板形成工程は、たとえば熱可塑性樹脂を用いた射出成形により行われる。射出成形においては、金型の形状を工夫することにより、基板2に対して凹部20を造り込むことができる。凹部20は、レーザ加工やエッチング処理などを施すことにより形成することもできる。基板材料として、たとえばポリメチルメタクリレート（PMMA）、ポリスチレン（PS）、ポリカーボネイト（PC）、ポリエチレンテレフタレート（PET）などの高分子材料を例示することができる。などの高分子材料を例示することができる。

20

【0025】

親水処理工程は、凹部20の内面に対して改質ガスを接触させて凹部20の内面の性状を第1次的に改質する第1次改質作業と、凹部20の内面の性状を第2次的に改質する第2次改質作業と、を含んでいる。

【0026】

第1次改質作業は、たとえば図5に示したように、チャンバ5内に複数の基板2を収容した状態で行われる。チャンバ5内には、改質ガスをチャンバ5内に供給するための改質ガス供給用配管50、およびチャンバ5内の気体を排出するためのパージ用配管51が接続されている。

30

【0027】

改質ガスとしては、たとえばフッ素ガスおよび酸素ガスを含んだものが使用される。この場合、フッ素ガスと酸素ガスの混合比は、たとえば容積を基準として、1：10～20とされる。第1次改質作業においては、チャンバ5内は、たとえば改質ガスの分圧が10～2000hPa、温度が0～100℃、より好ましくは改質ガスの分圧が100～1100hPa、温度が0～40℃に維持される。このような環境下において、基板2は、たとえば1～60分間改質ガスと接触させられる。これにより、基板2を構成する高分子鎖においては、側鎖や末端基に対してケトン基に結合した状態でフッ素原子が導入される。

【0028】

一方、第2次改質作業は、たとえば凹部20の内面に対して、水または水蒸気を接触させることにより行われる。これにより、先に導入されたフッ素原子が水酸基に置換されて高分子鎖にカルボキシル基が導入される結果、凹部20の内面が親水化される。

40

【0029】

凹部20の内面と水または水蒸気との接触は、たとえば図6に示したようにチャンバ6内に基板2を収容した状態で、チャンバ6内に水や水蒸気を供給することにより行うことができる。もちろん、開放系において基板2に対して水や水蒸気を接触させてもよい。凹部20の内面に対する水との接触は、図7に示したように、たとえば水70を収容した容器7内に、基板2を浸漬することにより行ってもよい。また、第2次改質作業は、チャンバ5内の混合ガスと、空気とを置換することによって、空気中の水分を凹部20の内面に

50

接触させることにより行ってもよい。この場合の空気は、積極的に水分を含ませたものであっても、あるいは室内中の空気であってもよい。

【0030】

接合工程は、たとえば図8に示したように基板2とカバー3との間に接合シート4を介在させ、接合シート4に対して押圧力を作用させることにより行われる。接合シート4としては、両面に接着性を有し、かつ基板2における試料導入口30、試薬導入口31および空気抜き穴32に対応する部分に開口40、42が形成されたものが使用される。

【0031】

本実施の形態の親水処理では、第1次改質作業が改質ガス（気体）を用いて行われ、第2次改質作業がたとえば水蒸気や水といった気体や液体を用いて行われる。これらの物質は、紫外線のように直進性はないため、凹部20の内面に対して改質ガスや水蒸気などを適切に接触させることができる。その結果、凹部20の内面の全体に対して適切に親水処理を施すことができるようになる。このような効果は、微細流路（凹部20の断面積が小さい）を備えたマイクロデバイス1を製造する場合においても得ることができる。また、改質ガスあるいは水や水蒸気を供給する装置は、簡易な構成によって安価に構築することができるため、製造コスト的にも有利なものとなる。

【0032】

もちろん、本発明は上述した実施の形態には限定されず、種々に設計変更が可能である。

【0033】

本発明の適用対象となるマイクロデバイスとしては、3液以上を混合するもの、複数の反応系を構築できるように複数の流路が形成されたもの、あるいは流路内に予め試薬を仕込んでおき、試料液のみを流路内に供給するように構成されたものを例示することができる。もちろん、光学的手法により試料の分析を行うように構成された分析用具に限らず、電気化学的手法により試料の分析を行うように構成された分析用具についても本発明を適用することができる。

【0034】

複数の分析用具を同時的に製造する場合においても、本発明を適用することができる。たとえば、基板となるべき複数の要素が形成された板材を樹脂成形した後、この板材に対して親水処理を施すようにしてもよい。この場合には、板材に対して、カバーとなるべき複数の要素が形成された板材を接合した後、この接合体を切断することによって、複数の分析用具が同時的に製造される。

【0035】

基板に対しては、予め貫通孔を形成した接合シートおよびカバーを積層していたが、貫通孔を形成していない接合シートおよびカバーを積層した後、カバーおよび接合シートに対して貫通孔を形成するようにしてもよい。

【0036】

基板に対するカバーの接合は、必ずしも接合シートを用いて行う必要は無く、たとえば接着剤を用いて接合を行ってもよいし、熱融着や超音波融着によって接合を行ってもよい。

【0037】

本発明では、凹部の断面形状が矩形の場合に限らず、半円状や三角形などの矩形以外の断面形状を有する凹部に対しても、適切に親水処理を施すことができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】 本発明の製造対象となるマイクロデバイスの一例を示す全体斜視図である。

【図2】 図1のII-II線に沿う断面図およびその要部を拡大した断面図である。

【図3】 マイクロデバイスのカバーを示す全体斜視図である。

【図4】 マイクロデバイスの基板を示す全体斜視図である。

【図5】 親水処理工程における第1次改質作業を説明するための断面図である。

【図6】 親水処理工程における第2次改質作業を説明するための断面図である。

10

20

30

40

50

【図 7】親水処理工程における第 2 次改質作業の他の例を説明するための断面図である。

【図 8】接合工程を説明するための断面図である。

【図 9】従来技術を説明するための分析用具の断面図である。

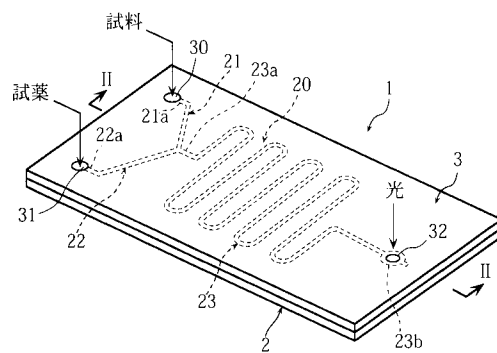
【図 10】従来技術を説明するための分析用具の断面図である。

【図 11】従来技術の親水処理方法を説明するための断面図である。

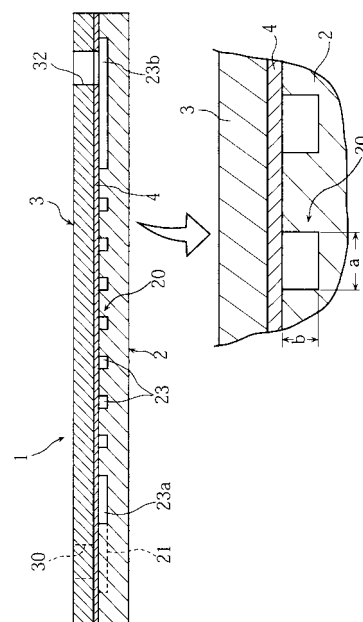
【符号の説明】

- 1 分析用具 (マイクロデバイス)
- 2 基板
- 20 凹部
- 3 カバー

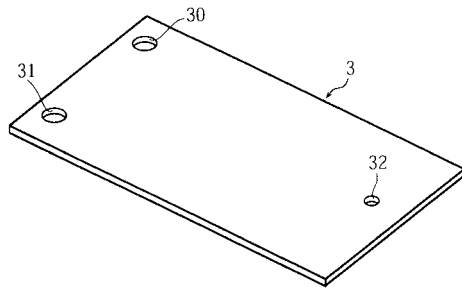
【図 1】



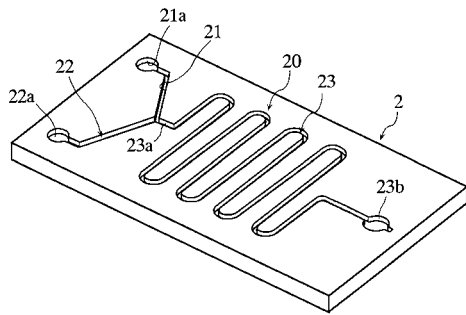
【図 2】



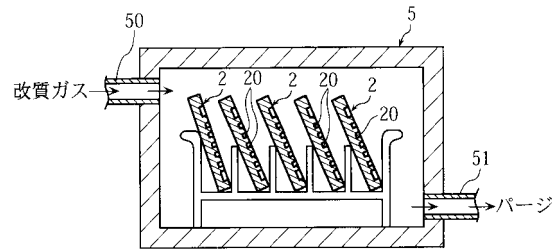
【図 3】



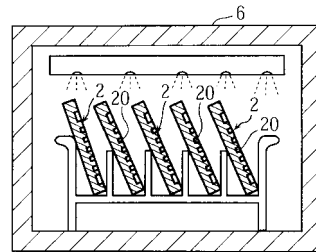
【図 4】



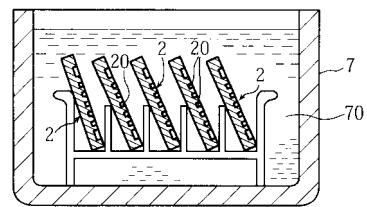
【図 5】



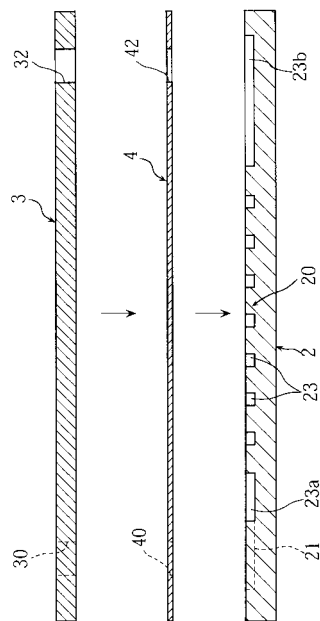
【図 6】



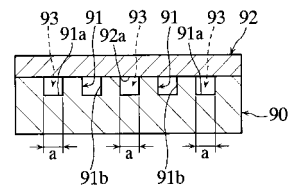
【図 7】



【図 8】

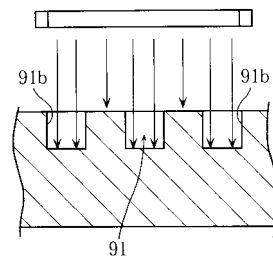


【図 10】

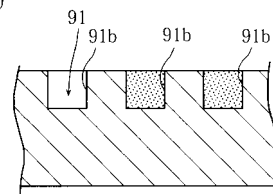


【図 11】

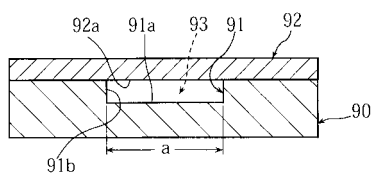
(a)



(b)



【図 9】



フロントページの続き

- (72)発明者 田口 尊之
京都府京都市南区東九条西明田町57 アークレイ株式会社内
- (72)発明者 北村 茂
京都府京都市南区東九条西明田町57 アークレイ株式会社内
- (72)発明者 野田 雄一郎
京都府京都市南区東九条西明田町57 アークレイ株式会社内
- (72)発明者 高間 利夫
京都府京都市南区東九条西明田町57 アークレイ株式会社内

審査官 ▲高▼見 重雄

- (56)参考文献 国際公開第01/036954 (WO, A1)
国際公開第99/064849 (WO, A1)
特開2002-102681 (JP, A)
特開2001-294692 (JP, A)
特開2002-227074 (JP, A)
特開平10-038875 (JP, A)

- (58)調査した分野(Int.Cl., DB名)
G01N 35/00-37/00