

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公表特許公報(A)

(11) 特許出願公表番号

特表2015-530483

(P2015-530483A)

(43) 公表日 平成27年10月15日(2015. 10. 15)

(51) Int. Cl.		F I		テーマコード (参考)
C 2 3 C 24/00	(2006. 01)	C 2 3 C	24/00	4 F 1 0 0
B 3 2 B 9/00	(2006. 01)	B 3 2 B	9/00	A 4 K O 4 4

審査請求 未請求 予備審査請求 未請求 (全 20 頁)

(21) 出願番号	特願2015-533115 (P2015-533115)	(71) 出願人	505005049
(86) (22) 出願日	平成25年9月12日 (2013. 9. 12)		スリーエム イノベイティブ プロパティ
(85) 翻訳文提出日	平成27年5月22日 (2015. 5. 22)		ズ カンパニー
(86) 国際出願番号	PCT/US2013/059395		アメリカ合衆国, ミネソタ州 5 5 1 3 3
(87) 国際公開番号	W02014/046955		- 3 4 2 7, セント ポール, ポスト オ
(87) 国際公開日	平成26年3月27日 (2014. 3. 27)		フィス ボックス 3 3 4 2 7, スリーエ
(31) 優先権主張番号	201210362882.7		ム センター
(32) 優先日	平成24年9月24日 (2012. 9. 24)	(74) 代理人	100088155
(33) 優先権主張国	中国 (CN)		弁理士 長谷川 芳樹
		(74) 代理人	100107456
			弁理士 池田 成人
		(74) 代理人	100128381
			弁理士 清水 義憲
		(74) 代理人	100162352
			弁理士 酒巻 順一郎

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 親水性フィルム、調製方法、及びその応用

(57) 【要約】

本発明によって、液体を単一方向に急速に拡散させる親水性フィルムが提供される。親水性フィルムは、平行な凹凸パターンのテクスチャを有する基材と、二酸化ケイ素粒子のコーティングを含む親水性コーティングと、を含んでいる。また本発明によって、親水性フィルムを調製するための方法が提供される。本方法は、二酸化ケイ素粒子の水性分散液を調製する工程であって、二酸化ケイ素粒子の平均径が1～60nmであり、二酸化ケイ素粒子の濃度が0.05重量%～15重量%である、工程と、二酸化ケイ素粒子の水性分散液を平行な凹凸パターンのテクスチャを有する基材上にコーティングする工程と、二酸化ケイ素粒子の水性分散液でコーティングされた基材を乾燥させる工程と、を含む。

【選択図】なし

【特許請求の範囲】**【請求項 1】**

親水性フィルムであって、
平行な凹凸パターンのテクスチャを有する基材と、
二酸化ケイ素粒子のコーティングを含む親水性コーティングと、を含む、親水性フィルム。

【請求項 2】

前記二酸化ケイ素粒子のコーティングが、1 ~ 60 nm の平均径の二酸化ケイ素粒子を用いて形成される、請求項 1 に記載の親水性フィルム。

【請求項 3】

前記二酸化ケイ素粒子のコーティングが、二酸化ケイ素粒子の水性分散液をコーティングすることによって形成され、前記二酸化ケイ素粒子の水性分散液の濃度が 0.05 重量% ~ 15 重量% である、請求項 1 又は 2 に記載の親水性フィルム。

【請求項 4】

前記二酸化ケイ素粒子の水性分散液中の前記二酸化ケイ素粒子が、第 1 の二酸化ケイ素粒子群、第 2 の二酸化ケイ素粒子群、第 3 の二酸化ケイ素粒子群、及びそれらの組み合わせからなる群から選択され、前記第 1 の二酸化ケイ素粒子群の平均径が 6 nm 以下であり、前記第 2 の二酸化ケイ素粒子群の平均径が前記第 1 の二酸化ケイ素粒子群よりも大きく 25 nm 以下であり、前記第 3 の二酸化ケイ素粒子群の平均径が前記第 2 の二酸化ケイ素粒子群よりも大きく 60 nm 以下である、請求項 3 に記載の親水性フィルム。

【請求項 5】

前記二酸化ケイ素粒子のコーティング中の前記二酸化ケイ素粒子が、第 1 の二酸化ケイ素粒子群、第 2 の二酸化ケイ素粒子群、第 3 の二酸化ケイ素粒子群、及びそれらの組み合わせからなる群から選択され、前記二酸化ケイ素粒子の水性分散液の濃度が 0.5 重量% 以下である、請求項 4 に記載の親水性フィルム。

【請求項 6】

前記二酸化ケイ素粒子のコーティング中の前記二酸化ケイ素粒子が、第 1 の二酸化ケイ素粒子群、第 2 の二酸化ケイ素粒子群、及びそれらの組み合わせからなる群から選択され、前記二酸化ケイ素粒子の水性分散液の濃度は 0.5 重量% ~ 10 重量% である、請求項 4 に記載の親水性フィルム。

【請求項 7】

前記二酸化ケイ素粒子のコーティング中の前記二酸化ケイ素粒子が第 1 の二酸化ケイ素粒子群から選択され、前記二酸化ケイ素粒子の水性分散液の濃度が 10 重量% ~ 15 重量% である、請求項 4 に記載の親水性フィルム。

【請求項 8】

前記基材の材料が、ポリエステル、ポリエーテル、ポリアミド、ポリオレフィン、ポリアクリル酸、及びガラスからなる群から選択され、前記基材が前記材料から形成された単層又は二重層構造である、請求項 1 ~ 7 のいずれか一項に記載の親水性フィルム。

【請求項 9】

前記平行な凹凸パターンのテクスチャの深さが、隣接する 2 つの最高点間又は最低点間の間隔の半分である、請求項 1 ~ 8 のいずれか一項に記載の親水性フィルム。

【請求項 10】

親水性フィルムを調製するための方法であって、
二酸化ケイ素粒子の水性分散液を調製する工程であって、前記二酸化ケイ素粒子の平均径が 1 ~ 60 nm であり、前記二酸化ケイ素粒子の濃度が 0.05 重量% ~ 15 重量% である、工程と、
前記二酸化ケイ素粒子の水性分散液を平行な凹凸パターンのテクスチャを有する基材上にコーティングする工程と、
前記二酸化ケイ素粒子の水性分散液でコーティングされた前記基材を乾燥させる工程と、を含む、方法。

10

20

30

40

50

【請求項 1 1】

前記二酸化ケイ素粒子の水性分散液の pH 値を、酸を用いて 2 ~ 5 に調整する工程を更に含む、請求項 1 0 に記載の方法。

【請求項 1 2】

前記二酸化ケイ素粒子の水性分散液が、樹脂を更に含む、請求項 1 0 又は 1 1 に記載の方法。

【請求項 1 3】

前記樹脂の濃度が、0 . 1 ~ 2 0 重量%である、請求項 1 2 に記載の方法。

【請求項 1 4】

前記二酸化ケイ素粒子の水性分散液が、界面活性剤を更に含む、請求項 1 0 又は 1 1 に記載の方法。

10

【請求項 1 5】

前記基材の材料が、ポリエステル、ポリエーテル、ポリアミド、ポリオレフィン、ポリアクリル酸、及びガラスからなる群から選択され、前記基材が、前記材料から形成された単層又は二重層構造である、請求項 1 0 又は 1 1 に記載の方法。

【請求項 1 6】

請求項 1 ~ 9 のいずれか一項に記載の親水性フィルムの使用であって、前記親水性フィルムが流体を試験するためのテストストリップとして用いられる、使用。

【発明の詳細な説明】**【技術分野】**

20

【0 0 0 1】

(関連出願の相互参照)

本出願は、中国特許出願第 2 0 1 2 1 0 3 6 2 8 8 2 . 7 (2 0 1 2 年 9 月 2 4 日に出願) の利益を主張する。なおこの文献の開示内容は、本明細書において参照により全体として取り入れられている。

【0 0 0 2】

(発明の分野)

本発明は、親水性フィルムに関し、特に液体を特定の方向に拡散させる親水性フィルムに関する。また本発明は、親水性フィルムを調製するための方法、及び親水性フィルムの応用に関する。

30

【背景技術】**【0 0 0 3】**

親水性フィルムは種々の分野において応用がある。親水性フィルムを作る 1 つの方法は、基材フィルムを親水性コーティング層を用いて改質することである。従来技術で報告されていたのは、ナノメートル二酸化ケイ素のコーティングを基材上に付与して親水性を向上させることによって、液体流量及び防曇特性を向上させることであった。しかし、従来技術の親水性フィルムについて言えば、親水性表面上で液体拡散の方向を制御することができず、したがって、液体の拡散速度は異なる方向でも同じである。

【0 0 0 4】

いくつかの分野の応用例では、液体を特定の方向に拡散させる必要がある。例えば、最新の医療診断では、種々のタイプの分析テストストリップを用いる必要がある。これらのテストストリップを用いて、血液及び尿中のブドウ糖、コレステロール、タンパク質、及び他の物質のレベルを試験する。糖尿病患者の血糖レベルをモニタするためには、血糖値計及びテストストリップを用いて複数の試験を毎日行なう必要がある。現在のテストストリップ上での液体フローは指向性ではないため、試験中に集めたかなりの量の血液サンプルが利用されない。血液サンプルの利用率を増加させて、各試験で用いる血液の量を減らすためには、血液サンプルをテストストリップ上で特定の方向に急速に流すことが望ましい。

40

【発明の概要】**【発明が解決しようとする課題】**

50

【0005】

したがって、液体が特定の方向に急速に拡散することができる親水性フィルムを開発する必要がある。

【0006】

本発明の目的は、親水性フィルム及びその調製方法を提供することである。

【課題を解決するための手段】

【0007】

本発明の一態様によれば、液体を単一方向に急速に拡散させる親水性フィルムが提供される。親水性フィルムは、平行な凹凸パターンのテクスチャを有する基材と、二酸化ケイ素粒子のコーティングを含む親水性コーティングと、を含んでいる。

10

【0008】

本発明の別の態様によれば、親水性フィルムを調製するための方法であって、二酸化ケイ素粒子の水性分散液を調製する工程であって、二酸化ケイ素粒子の平均径が1~60nmであり、二酸化ケイ素粒子の濃度が0.05重量%~15重量%である、工程と、二酸化ケイ素粒子の水性分散液を平行な凹凸パターンのテクスチャを有する基材上にコーティングする工程と、二酸化ケイ素粒子の水性分散液でコーティングされた基材を乾燥させる工程と、を含む方法が提供される。

【図面の簡単な説明】

【0009】

【図1(A)】従来技術の平坦なPETフィルムの概略断面図並びに親水化処理をする前及び後の液体拡散効果の比較を示す図である。

20

【図1(B)】本発明の実施例による親水性フィルムの概略断面図並びに親水化処理をする前及び後の液体拡散効果の比較を示す図である。

【図2(A)】比較例の液体拡散試験結果、及び2つの本発明の実施例を示す図である。

【図2(B)】比較例の液体拡散試験結果、及び2つの本発明の実施例を示す図である。

【図2(C)】比較例の液体拡散試験結果、及び2つの本発明の実施例を示す図である。

【図3】本発明の実施例の液体拡散試験結果を示す図である。

【図4】比較例及び本発明の実施例の液体拡散試験結果を左側及び右側にそれぞれ示す図である。

【図5(A)】本発明の親水性フィルム実施例の結合強度試験結果を示す図である。

30

【図5(B)】本発明の親水性フィルム実施例の結合強度試験結果を示す図である。

【図5(C)】本発明の親水性フィルム実施例の結合強度試験結果を示す図である。

【図5(D)】本発明の親水性フィルム実施例の結合強度試験結果を示す図である。

【図5(E)】本発明の親水性フィルム実施例の結合強度試験結果を示す図である。

【図5(F)】本発明の親水性フィルム実施例の結合強度試験結果を示す図である。

【図5(G)】本発明の親水性フィルム実施例の結合強度試験結果を示す図である。

【図6(A)】親水化処理による改質がなされていないBEFフィルムのSEM写真である。

【図6(B)】本発明の実施例による二酸化ケイ素ナノ粒子のコーティングを有するBEFフィルムのSEM写真である。

40

【図7】本発明の実施例の液体拡散試験結果を示す図である。

【発明を実施するための形態】

【0010】

本発明の一態様によれば、液体を単一方向に急速に拡散させる親水性フィルムが提供される。親水性フィルムは、平行な凹凸パターンのテクスチャを有する基材と、二酸化ケイ素粒子のコーティングを含む親水性コーティングと、を含んでいる。

【0011】

基材材料に対する特定の制約はなく、例えば、熱可塑性材料である。このような基材材料は、ポリエステル、ポリエーテル、ポリアミド、ポリオレフィン、ポリアクリル酸、及びガラスからなる群から選択することができる。特定の例としては、ポリエチレンテレフ

50

タレート (PET)、ポリ塩化ビニル (PVC)、又はポリアクリル酸 (PAA) が挙げられる。

【0012】

本発明の基材は、前述した材料から構成された単層構造であっても良いし又は二重層構造であっても良い。本明細書で説明したような単層構造を有する基材とは、単一材料から作られた基材を指し、一方で、二重層構造をする基材とは、ある母材上に別の材料を形成したのから作られた基材を指す。

【0013】

例えば、本発明に対して用いることができる基材の例は、3M (商標) Brightness Enhancement Film (BEF) である。BEFは、二重層構造であってても良い。すなわち、母材としてのPET材料の基材の表面にPAA材料をコーティングし、マイクロ複製技術を用いてエンボス加工した後に、固化してPAAマイクロ複製角柱構造を形成し、マイクロ複製角柱構造を用いて規則的な平行な凹凸パターンのテクスチャを形成したものである。一例では、BEF基材の凹凸パターンのテクスチャの寸法は、2つの隣接した角柱の頂点間の距離D1が約50 μ mであり、一方で、角柱の頂点と底部との間の距離D2が約25 μ mとなるようなものである (図1 (B) に示す)。しかし当然のことながら、本発明による基材の凹凸パターンのテクスチャの寸法及び形状に対しては実質的に何ら制約はない。例えば、他の実施例では、寸法がミクロンのオーダーの基材の凹凸パターンの他のテクスチャを、基材として選んでも良く、例えば、マイクロ複製角柱構造であって、平行な凹凸パターンのテクスチャにおける2つの隣接する最高点間又は最低点間の距離が、1 μ m ~ 500 μ m、又は2 μ m ~ 300 μ m、又は5 μ m ~ 150 μ mの範囲であり、一方で、平行な凹凸パターンのテクスチャにおける隣接する最高点と最低点との間の垂直距離が0.5 μ m ~ 250 μ m、又は1 μ m ~ 150 μ m、又は2.5 μ m ~ 75 μ mの範囲であるマイクロ複製角柱構造か、又は複数の形状のBEF基材であって、平行な凹凸パターンのテクスチャにおける2つの隣接する最高点間又は最低点間の距離D1が62 μ m、50 μ m、24 μ m、又は17 μ mである一方で、深さD2が31 μ m、25 μ m、12 μ m、又は8.5 μ mである複数の形状のBEF基材である。したがって、基材の凹凸パターンのテクスチャの寸法に対して特定の制約はなく、一方で、平行な凹凸パターンのテクスチャの深さは、平行な凹凸パターンのテクスチャにおける2つの隣接する最高点間又は最低点間の距離の約半分とすることができるということが分かるが、これに限定されるものではない。加えて、基材の凹凸パターンのテクスチャは、四角形又は丸いパターンなどのテクスチャであっても良い。当然のことながら、基材材料はBEFに限定されない。例えば、基材を、母材としてのガラス及びガラス上の熱可塑性材料から作って、凹凸パターンのテクスチャを形成することもできるし、又は2つの熱可塑性材料を互いに結合したのから作ることもできる。基材は二層構造に限定されない。言い換えれば、基材を単層構造 (すなわち、単一材料から作られた凹凸パターンのテクスチャ) とすることが、例えば、マイクロ複製技術によってか又はミリング及び切断処理によって可能である。

【0014】

親水性を基材に付与するために、表面改質が必要である。親水性表面改質は、二酸化ケイ素の層を基材にコーティングすることによって実現することができる。規則的な一方向の凹凸パターンのテクスチャを維持しながら親水性を基材に与えるためには、基材表面上の凹凸パターンのテクスチャが、二酸化ケイ素の粒径が過剰に大きくコーティング層が過剰に厚いためにすっきり覆われることを防ぐ必要がある。したがって、適切な範囲の粒径の二酸化ケイ素粒子を選択し、コーティングプロセス中に用いる二酸化ケイ素溶液の濃度を制御することで、適切な厚さの二酸化ケイ素層が基材表面上の凹凸パターンのテクスチャ上に一様にコーティングされるようにすることが必須である。基材は、二酸化ケイ素ナノ粒子の層でコーティングされた後に親水性になり、表面積は平坦面の基材よりも大きい。また、液体を、二酸化ケイ素ナノ粒子の層でコーティングされた基材上に付与すると、液体は、凹部のマイクロテクスチャに沿って一方向に優先的に流れる。

【0015】

親水性コーティングの形成は、二酸化ケイ素粒子の水性分散液をコーティングすることによって行なうことができる。親水性は、二酸化ケイ素粒子の表面上におけるヒドロキシル基の量に正比例するので、同じ体積又は重量に基づいて比較したときに、平均径の小さい二酸化ケイ素粒子の表面積及びヒドロキシル基の量は、平均径が大きい二酸化ケイ素粒子よりも大きい。したがって、二酸化ケイ素粒子の平均径が小さいほど、二酸化ケイ素粒子によって形成される親水性フィルムの親水効果は良好になる。現在では、二酸化ケイ素粒子の平均径が1nm未満の場合は、ゾルゲルプロセス技術を用いて実験室で合成することができる。本発明の二酸化ケイ素粒子の親水性コーティングに対して用いる二酸化ケイ素粒子の平均径は1~60nm、好ましくは4~60nm、より好ましくは、4~25nm 10
でも良い。二酸化ケイ素粒子の親水性コーティングの形成は、二酸化ケイ素粒子の水性分散液をコーティングすることによって行なうことができる。本発明の親水性フィルムを調製する処理において、二酸化ケイ素ナノ粒子の水性分散液の濃度は、0.05重量%~15重量%、好ましくは0.5重量%~10重量%、より好ましくは1重量%~10重量%でも良い。本発明では、二酸化ケイ素コーティングを調製するための二酸化ケイ素粒子の水性分散液に対して、二酸化ケイ素粒子を、第1の二酸化ケイ素粒子群、第2の二酸化ケイ素粒子群、第3の二酸化ケイ素粒子群、及びそれらの組み合わせからなる群から選択することができ、第1の二酸化ケイ素粒子群の平均径は6nmよりは大きくはなく、第2の二酸化ケイ素粒子群の平均径は第1の二酸化ケイ素粒子群よりも大きく、25nmよりは大きくはなく、第3の二酸化ケイ素粒子群の平均径は第2の二酸化ケイ素 20
粒子群よりも大きく、60nmよりは大きくはない。

【0016】

本発明の親水性フィルムを調製する処理において、二酸化ケイ素粒子の水性分散液の濃度が0.5重量%を超えないときは、二酸化ケイ素粒子の水性分散液中の二酸化ケイ素粒子は、第1の二酸化ケイ素粒子群、第2の二酸化ケイ素粒子群、第3の二酸化ケイ素粒子群、及びそれらの組み合わせからなる群から選択することができ；二酸化ケイ素ナノ粒子の水性分散液の濃度が0.5重量%~10重量%であるときは、二酸化ケイ素粒子の水性分散液中の二酸化ケイ素粒子は好ましくは、第1の二酸化ケイ素粒子群、第2の二酸化ケイ素粒子群、及びそれらの組み合わせからなる群から選択され；二酸化ケイ素ナノ粒子の水性分散液の濃度が10重量%~15重量%であるときは、二酸化ケイ素粒子の水性分散 30
液中の二酸化ケイ素粒子は好ましくは、第1の二酸化ケイ素粒子群から選択される。

【0017】

図1に示すのは、従来技術の親水性フィルム(図1(A))と本発明の親水性フィルム(図1(B))との間の液体拡散効果の比較である。従来技術では、化学的に処理された平坦なPETフィルムを基材として用いているが、本発明では3M(商標)BEFを基材として用いている。

【0018】

図1の最上部にある概略断面図から、本発明の基材は小型の角柱が繰り返されたテクスチャを有していることが分かる。図1(A)から分かることは、従来技術のPETフィルムに関しては、液滴によってPETフィルムを濡らすことは親水化処理前ではできず、したがって液滴が拡散することは難しいということである。これを図1(A)の左側に示す。これを図1(A)の右側に示すように、親水化処理後、液滴は容易に拡散することができるが、その拡散速度は異なる方向で同じであり、そのため、領域が広がった丸い液滴が形成される。図1(B)から分かることは、これを図1(B)の左側に示すように、本発明で用いるBEF基材に関しては、たとえ凹凸パターンのテクスチャがあっても、液滴によってフィルムを濡らすことは親水化処理前ではできず、したがって液滴が拡散することは難しいということである。これを図1(B)の右側に示すように、親水化処理後は、液滴は容易に拡散することができ、液滴は一方向に優先的に拡散する。なぜならば、小型の角柱が繰り返されたテクスチャがあるために、著しく延伸された液滴が形成されるからである。 40

10

20

30

40

50

【0019】

本発明の別の態様によれば、親水性フィルムを調製するための方法であって、二酸化ケイ素粒子の水性分散液を調製する工程であって、二酸化ケイ素粒子の平均径が1～60nmであり、二酸化ケイ素粒子の濃度が0.05重量%～15重量%である、工程と、二酸化ケイ素粒子の水性分散液を平行な凹凸パターンのテクスチャを有する基材上にコーティングする工程と、二酸化ケイ素粒子の水性分散液でコーティングされた基材を乾燥させる工程と、を含む方法が提供される。

【0020】

本発明の親水性フィルムを調製するための方法において、親水性の効果を高めるために、二酸化ケイ素コーティング溶液のpH値を更に任意的に、2～5及び好ましくは2～3に制御しても良い。その結果、二酸化ケイ素コーティング溶液中のヒドロキシル基(-OH)の量を酸性化によって増加させることができ、親水性の効果をそれに応じて高めることができる。コーティングプロセス中の基材上における湿潤性を増加させるために、特定の量の樹脂を任意的に接着剤として二酸化ケイ素ナノ粒子のコーティング溶液に添加しても良い。樹脂の例としては、アクリル樹脂又はポリウレタン樹脂が挙げられる。望ましい接着効果が得られるのであれば、そのように用いる樹脂の量に対しては何ら制約はない。通常は、20重量%未満、例えば、0.1～20重量%、好ましくは1～12%、より好ましくは1～6重量%である。

10

【0021】

二酸化ケイ素コーティング水溶液はまた任意的に、他の構成成分、例えば二酸化ケイ素コーティング水溶液のコーティング効果を高めるための界面活性剤を含んでも良い。いくつかの実施形態では、陽イオン界面活性剤を界面活性剤として選択しても良い。例えば、ドデシルスルホン酸ナトリウム(DS-10)又はポリビニルアルコール(PVA)などである。

20

【0022】

pH値を調整するための酸のタイプに対しては何ら制約はない。無機酸であっても良いし又は有機酸であっても良い。酸の例としては、これらに限定されないが、塩酸、硫酸、ギ酸、酢酸などが挙げられる。

【0023】

当該技術分野で用いられる複数の従来のコーティング方法を、二酸化ケイ素ナノ粒子の水性分散液を基材上にコーティングするために用いても良い。このような方法としては、これらに限定されないが、含浸、スクリーン印刷コーティング、ブレードコーティング、又はスプレーコーティングなどが挙げられる。

30

【0024】

コーティング後に、当該技術分野で用いられる従来のコーティング方法を用いてコーティングを乾燥させても良い。例えば、コーティングした基材を85℃に15分間放置しても良い。しかし、乾燥方法に対しては何ら制約はない。基材表面上にコーティングされた二酸化ケイ素溶液に損傷を与えない任意の方法(例えば、周囲温度の空気による自然乾燥など)を、本発明に対して用いても良い。

【実施例】

40

【0025】

以下の実施例を、本発明を更に例示するために示すが、本発明の範囲を限定するものではない。

【0026】

I. これらの実施例で用いる未処理材料を、以下のようにまとめる。

A. 二酸化ケイ素ナノ粒子

ST-XS(粒径:4～6nm)、ST-50(粒径:20～25nm)、及びST-XL(粒径:40～60nm)、購入元は、Nissan Chemical Industries, Ltd.、日本。

B. 水性樹脂: NeoCryl A-1127、購入元は、DSM Company

50

、米国；及び TEGO Varipplus DS 50、購入元は、Evonik Degussa Taiwan Ltd.、台湾。

C. 塩酸 (HCl、35%)、購入元は、Shimakyu's Pure Chemicals、日本。

D. 基材：

3M (商標) Brightness Enhancement Film II NH (BEF2-T-155n)。これは、PAAマイクロ複製角柱構造がPET基材上に形成された輝度上昇フィルムである。

PT069によって処理された4ミルPETフィルム(コロナ/化学処理されたPETフィルム)、購入元は、KJ Applied Materials Co., Ltd.

E. 保護接着テープ

3M (商標) Scotch 1T01L、ポリエステルテープにアクリル系接着剤(粘着性が低く、ATS(鋼鉄に対する接着性)が10~30gf/in(4~12N/m))を設けたものである。

F. 水酸化ナトリウム(NaOH、水酸化ナトリウムの45%溶液)、購入元は、Yee Fong Chemical & Industrial Co., Ltd.(台湾)。

【0027】

本発明では、pH値の測定をpHメーター(購入元はMETTLER TOLEDO)によって行なう。

【0028】

本明細書で用いる濃度はすべて、特に指示がない限り、重量である、

【0029】

II. 親水性フィルムの調製方法

1. コーティング溶液の調製

二酸化ケイ素ナノ粒子の水性分散液は、複数の粒径の二酸化ケイ素ナノ粒子と脱イオン水とから調整される。二酸化ケイ素ナノ粒子の水性分散液をHCl(35%)を用いて酸性化して、pH値3.0~2.0にする。樹脂を、1~20重量%の量で、任意的に接着剤として二酸化ケイ素ナノ粒子の酸性化分散液に添加しても良い。

【0030】

2. 親水性フィルムのコーティング

前述のセクション1に従って調製した分散液を、基材上に巻線ロッドを用いて一様にコーティングする。ウェットコーティングは約50.3μm厚であり、周囲温度の空气中で乾燥させ、更に85℃で15分間乾燥させた。

【0031】

(実施例1~17)

【0032】

10

20

30

【表 1】

表 1：コーティング溶液の組成

実施例番号	二酸化ケイ素部分番号	二酸化ケイ素濃度 (wt%)	溶液のpH	樹脂添加
実施例 1	ST-50	0.05	2.5±0.5	無
実施例 2	ST-XL	0.05	2.5±0.5	無
実施例 3	ST-50	0.1	2.5±0.5	無
実施例 4	ST-XL	0.5	2.5±0.5	無
実施例 5	ST-XS	1	2.5±0.5	無
実施例 6	ST-XS	3	2.5±0.5	無
実施例 7	ST-XS	5	2.5±0.5	無
実施例 8	ST-XS	10	2.5±0.5	無
実施例 9	ST-XS	15	2.5±0.5	無
実施例 10	ST-50	1	2.5±0.5	無
実施例 11	ST-50	3	2.5±0.5	無
実施例 12	ST-50	10	2.5±0.5	無
実施例 13	ST-50	15	2.5±0.5	無
実施例 14	ST-XL	1	2.5±0.5	無
実施例 15	ST-XL	3	2.5±0.5	無
実施例 16	ST-XL	10	2.5±0.5	無
実施例 17	ST-XL	15	2.5±0.5	無

10

20

【0033】

3M(商標) Brightness Enhancement Film IINH (BEF2-T-155n) を基材として用いて、表 1 に示すようなコーティング溶液でコーティングした。

【0034】

比較例 1

表面にはいかなる種類の親水化処理も施していない、PT069 を用いて処理した PET フィルム。

【0035】

比較例 2

PT069 によって処理した PET フィルムを基材として用いる。これは、平坦な PET フィルムに、ST-XS 二酸化ケイ素粒子 (粒径: 4 ~ 6 nm) の 3% 水性分散液 (pH 値は 2.5 ± 0.5) をコーティングした後に、乾燥させたものである。コーティング厚さは、濡れ時に約 50.3 μm である。

30

【0036】

比較例 3

表面にはいかなる種類の親水化処理も施していない、3M(商標) Brightness Enhancement Film IINH (BEF2-T-155n)。

【0037】

III. キャラクターゼーション方法

1. 親水性試験

1-1. 液滴拡散試験

比較例 1 及び 2 の等方性の親水性フィルムに関しては、液滴拡散試験の方法は、液体拡散又は濡れによってフィルム上に形成された丸い領域を測定することである。基材に複数の同一円を印刷したものを平坦面上に配置し、試験フィルムを基材上に配置する。そして、染料溶液の 3 μL 滴を試験フィルム上の各円内にマイクロシリンジを用いて落としながら、フィルム表面が溶液と接触するようにするが、マイクロシリンジの先端とは接触させない。液滴を空気中で少なくとも 10 分間乾燥させ、滴の直径を視覚的に観察する。

40

【0038】

50

図1(A)の左側の比較例1と右側の比較例2とから分かることは、比較例2の親水性コーティングを有するフィルムを比較例1の親水性コーティングがないフィルムと比較したときに、水滴拡散によって形成された円形領域の直径は、親水性コーティングがないフィルム上で0.2cmであり、一方で、水滴拡散によって形成された円形領域の直径は、親水性コーティングを有するフィルム上で0.7cmであり、液滴直径の著しい増加が見られることである。言い換えれば、親水性のコーティングによって液体拡散が助けられる。

【0039】

1-2. 拡散距離試験

拡散距離試験の方法は、試験液が試験フィルム上で一方向に拡散する距離を測定することである。試験は時間に依存する。最初に、試験フィルムを平坦面上に配置して、定規を試験フィルム上に拡散方向と平行に配置する。次に、染料溶液の3 μ L滴を各試験フィルム上にマイクロシリンジを用いて落としながら、フィルム表面が溶液と接触するようにするが、マイクロシリンジの先端とは接触させない。拡散距離の進行を10分毎に記録して、染料滴の拡散が指向性であるか否かを判定する。

【0040】

実施例及び比較例の試験結果を表2に示す。

【0041】

【表2】

表2：実施例及び比較例の指向性拡散試験結果

グループ	指向性拡散
比較例2	無
実施例1	有
実施例2	有
実施例3	有
実施例4	有
実施例5	有
実施例6	有
実施例7	有
実施例8	有
実施例9	有
実施例10	有
実施例11	有
実施例12	有
実施例13	有
実施例14	有
実施例15	有
実施例16	有
実施例17	有

【0042】

実施例の指向性拡散を示す実際の写真を図1(B)の右側に示す。図1(B)の右側の写真が示すのは実施例7の試験結果である。この写真を、図1(A)(図1(A)の左側は比較例1の結果、図1(A)の右側は比較例2の結果)及び図1(B)の左側(比較例3)と比べて分かることは、実施例7によって、試験液は比較例1~3と比べてより指向

性の拡散を実現できるということである。左から右に、図2(A)~(C)に示すのは、それぞれ、比較例3、実施例3、及び実施例1の試験結果である、図3に示すのは実施例4の試験結果である。図4の左側及び右側に示すのは、それぞれ、比較例3及び実施例2の試験結果である。図2~図4から分かるのは、これらの実施例においても液体が指向性を持って拡散できるということである。他の実施例も、比較例1~3と比べて同じ結果を有している。図中の矢印は、染料経路の箇所を示すために用いている。2つの矢印を同じ写真内で用いている場合、それらは各染料経路の2つの端部の箇所をそれぞれ示している。

【0043】

図5(A)~図5(G)における白色柱は、連続して、実施例5~8及び実施例10~12の拡散距離試験の結果にそれぞれ対応する。ここで、図5(A)は実施例5に対応し、図5(B)は実施例6に対応し、図5(C)は実施例7に対応し、図5(D)は実施例8に対応し、図5(E)は実施例10に対応し、図5(F)は実施例11に対応し、図5(G)は実施例12に対応する。図5(A)~図5(G)から分かることは、本発明による平行な凹凸パターンのテクスチャを有するBEF基材上に二酸化ケイ素水溶液をコーティングすることによって、液体は一方向に10秒以内に約1~2cm拡散することができ、一方で、液体は、凹凸パターンのテクスチャがないPET基材上では10分で0.5~0.7cmのみ拡散することができるということである。実施例9で得られた二酸化ケイ素コーティング溶液は、1週間の放置後に凝固する。しかし、基材上へのコーティングを二酸化ケイ素コーティング溶液の凝固前に行なえば、液体の一方拡散に影響することは起こりそうもない。実施例13~17については、これらの実施例で得られた二酸化ケイ素コーティング溶液の接着強度は、他の実施例グループで得られたものほど良くはないが、やはり乾燥すると液体が単一方向に拡散する。したがって、二酸化ケイ素水溶液でコーティングされた親水性フィルムを、流体を試験するためのテストストリップ、例えば体液を試験するためのテストストリップ(例えば、血液テストストリップ、尿テストストリップなど)上で使用できることが分かる。二酸化ケイ素溶液でコーティングされた親水性フィルムを、これらの流体テストストリップ上で用いると、ストリップによって試験流体は試験反応ゾーンに向かって急速に流れて、反応を促進することができる。当然のことながら、本発明の親水性フィルムは、体液を試験する使用法に限定されない。流体を試験又はガイドするために用いるいかなるテストストリップも本発明を利用することができる。

10

20

30

【0044】

2. 表面形状の測定

走査型電子顕微鏡(SEM)(JOEL JSM5610-LV)を用いて、フィルム表面の像の観察を図った。図6に示すのは、親水化処理による改質がなされていないBEFフィルム(A)のSEM写真、及び実施例7によって調製された二酸化ケイ素ナノ粒子のコーティングを有するBEFフィルム(B)のSEM写真である。写真では、矢印を用いてマイクロ複製角柱構造の頂点を示す。図6(B)から明らかに分かることは、親水性フィルムでコーティングされた基材は多くの極めて小さい二酸化ケイ素ナノ粒子を有し、ナノ粒子は基材上の凹凸パターンのテクスチャの寸法よりもはるかに小さいため、基材の凹凸パターンのテクスチャが極めて小さい二酸化ケイ素ナノ粒子によって充填されることはないが、当初のテクスチャを保つことによって流体の移動方向をガイドするというものである。

40

【0045】

3. 結合強度試験

結合強度試験を行なって親水性コーティングの堅さをチェックする。保護テープに、実施例に従って調製された二酸化ケイ素ナノ粒子がコーティングされたBEFフィルムを積層して、テープを剥がすことを、積層物を室温に24時間放置した後に行なう。テープを剥がした後に、保持された親水性を拡散距離試験によって判定する。本発明では、3M 1T01Lを標準的な保護テープとして用いる。

【0046】

50

実施例 5 ~ 8 及び実施例 10 ~ 12 に対する結合強度試験の結果を、図 5 (A) ~ 図 5 (G) に連続して示す。ここで、保護テープを積層する前及び保護テープを剥がした後の試験フィルム上の拡散距離を、それぞれ白色柱及び灰色柱で表わす。値は 3 回の試験結果の平均値である。

【 0 0 4 7 】

試験結果が示すところによれば、本発明の実施例による親水性フィルムは、保護テープを積層する前及び剥がした後に、液体を特定の方向に拡散させるための良好な親水性を保持している。平坦面フィルムと比較して、B E F フィルムは凹凸パターンのテクスチャを有する。それが、凹部領域内にコーティングされた二酸化ケイ素水性分散液を保護するとともに、コーティングの堅さに対して有益な効果を有することもでき、また凹部領域内にコーティングされた二酸化ケイ素水溶液が剥離することが保護テープを剥がしたときに生じることも防止することができ、そのため、良好な親水性を親水性フィルムに対して保持することができる。

10

【 0 0 4 8 】

4 . 樹脂添加による試験

コーティングプロセス中の基材上における本発明の二酸化ケイ素水溶液の濡れ性能を向上させるために、樹脂を任意的に溶液に添加することができる。

【 0 0 4 9 】

表 3 に示す結果は、2 ~ 20 % T E G O V a r i P l u s D S 50 樹脂を実施例 5 及び実施例 11 に添加し、また 2 ~ 20 % N e o C r y l A - 1 1 2 7 樹脂を実施例 11 に添加して、溶液を放置した後に、綿状沈殿物の生成が起きるかどうかを示している。表中で「無」と表示されているのは、綿状沈殿物が生成されない場合である。

20

【 0 0 5 0 】

【表 3】

表 3 : 樹脂添加による試験結果

放置時間	実施例 5 + T E G O V a r i P l u s D S 50 樹脂 (複数濃度)				
	2 %	4 %	6 %	10 %	20 %
0 時間	無	無	無	無	無
24 時間	無	無	無	無	無
48 時間	無	無	無	無	無
	実施例 11 + T E G O V a r i P l u s D S 50 樹脂 (複数濃度)				
	2 %	4 %	6 %	10 %	20 %
0 時間	無	無	無	無	無
24 時間	無	無	無	無	無
48 時間	無	無	無	無	無
	実施例 11 + N e o C r y l A - 1 1 2 7 樹脂 (複数濃度)				
	2 %	4 %	6 %	10 %	20 %
0 時間	無	無	無	無	無
24 時間	無	無	無	無	無
48 時間	無	無	無	無	無

30

40

【 0 0 5 1 】

表 3 の結果から分かることは、2 ~ 20 % の樹脂 (例えば、ポリウレタン樹脂) を二酸化ケイ素水溶液に添加しても、綿状沈殿物が生じないということである。したがって、添加しても親水性フィルムの拡散効果には影響しないが、コーティングプロセス中の基材に対する二酸化ケイ素コーティング溶液の濡れ性能を向上させることに役立つ。したがって、樹脂の添加を、特に実施例 13 ~ 17 に対して、基材に対する二酸化ケイ素コーティング溶液の接着を向上させるのを助ける接着剤として行なうことができる。

【 0 0 5 2 】

5 . 二酸化ケイ素ナノ粒子の水性分散液に対する p H 影響の試験

二酸化ケイ素ナノ粒子の 3 % 水性分散液を、S T - X S 二酸化ケイ素ナノ粒子及び脱イ

50

オン水から調製する。分散液のpH値は9.27である。これをその後に45% NaOH水溶液を用いて調整して、二酸化ケイ素ナノ粒子の水性分散液に対するpH影響を評価する。結果を表4に示す。

【0053】

【表4】

表4：二酸化ケイ素ナノ粒子の水性分散液に対するpH影響

pH値	二酸化ケイ素ナノ粒子の水性分散液の状態
9.27	明澄
10.04	明澄
11.40	明澄
12.31	明澄

10

【0054】

図7に示すのは、pH値が12.31のときの二酸化ケイ素ナノ粒子の水性分散液をコーティングすることによって得られる二酸化ケイ素粒子のコーティング上での液体拡散の試験結果である。表4及び図7から分かることは、二酸化ケイ素の水性分散液ナノ粒子を基材上にコーティングして乾燥させる工程によって得られる二酸化ケイ素粒子のコーティングによって、やはり液体を単一方向に拡散させる効果が、たとえ二酸化ケイ素ナノ粒子の水性分散液のpH値を12.31に上げても得られるということである。したがって、pH値は実質的に、二酸化ケイ素ナノ粒子の水性分散液に対して何ら著しい影響は及ぼさない。しかし当然のことながら、酸性化によって二酸化ケイ素コーティング溶液中のヒドロキシル基(-OH)の量を増加させることで親水効果を高めることができ、したがって、一方向液体拡散のより良好な効果を得るために、二酸化ケイ素ナノ粒子の水性分散液のpH値は好ましくは弱酸性である(前述の実施例1~17で示した通り)。

20

【 図 1 (A) 】

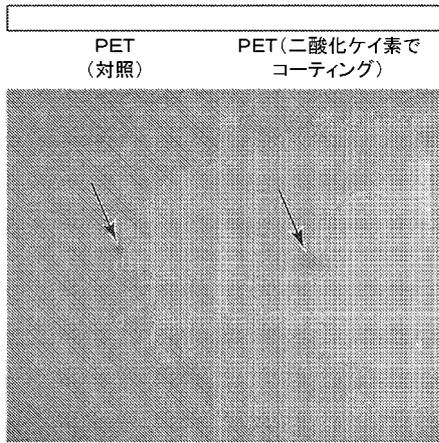


Figure 1 (A)

【 図 1 (B) 】

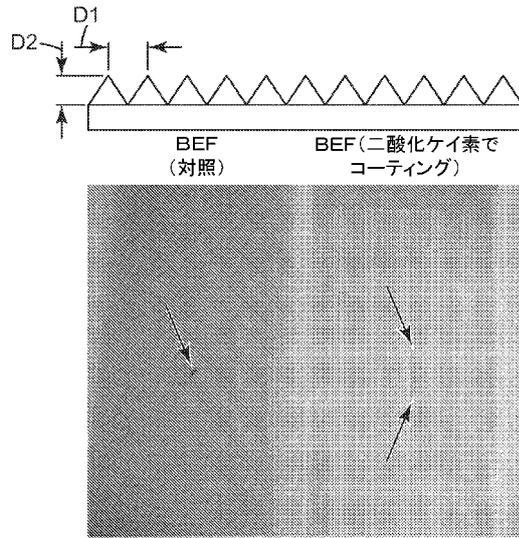


Figure 1 (B)

【 図 2 (A) 】

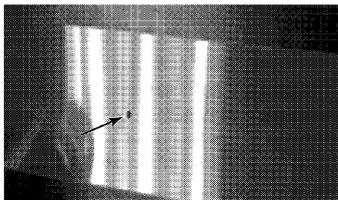


Figure 2 (A)

【 図 2 (B) 】

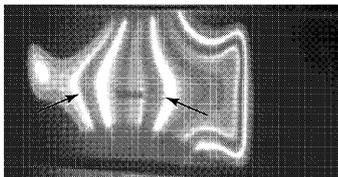


Figure 2 (B)

【 図 2 (C) 】

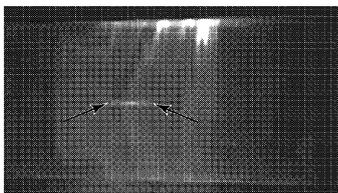


Figure 2 (C)

【 図 3 】

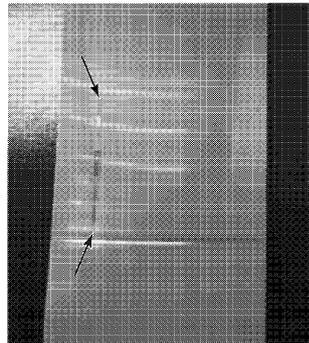


Figure 3

【 図 4 】

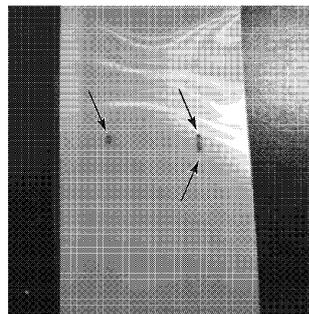


Figure 4

【 図 5 (A) 】

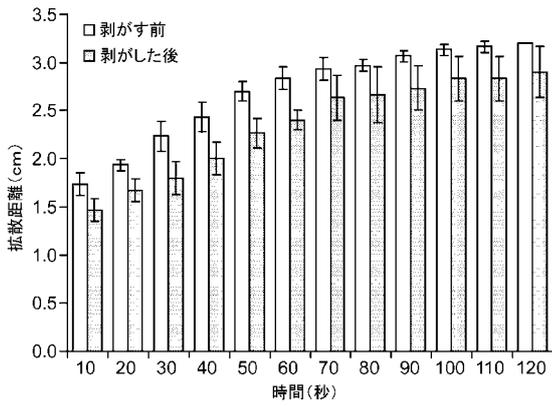


Figure 5 (A)

【 図 5 (B) 】

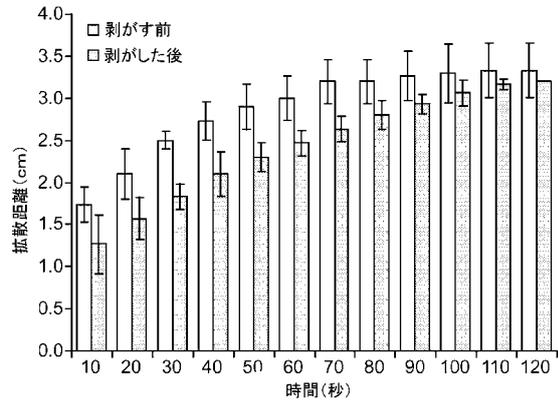


Figure 5 (B)

【 図 5 (C) 】

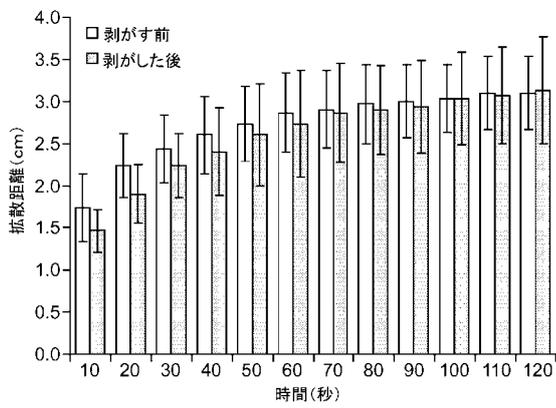


Figure 5 (C)

【 図 5 (D) 】

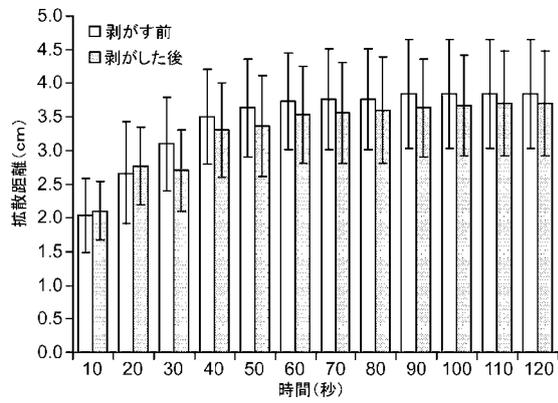


Figure 5 (D)

【 図 5 (E) 】

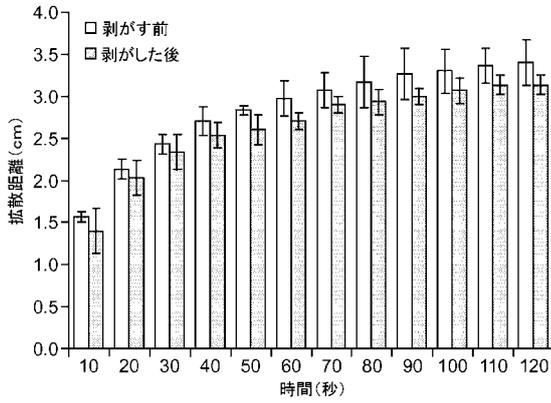


Figure 5 (E)

【 図 5 (F) 】

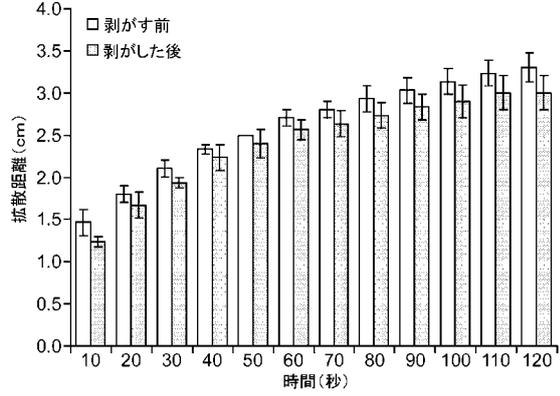


Figure 5 (F)

【 図 5 (G) 】

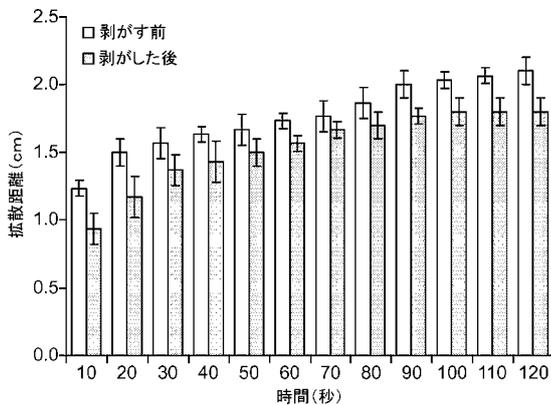
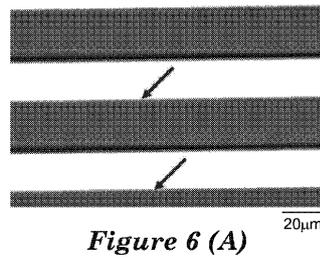
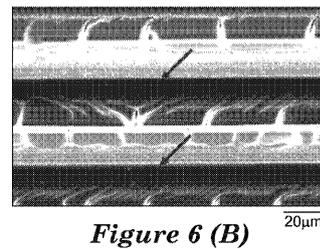


Figure 5 (G)

【 図 6 (A) 】



【 図 6 (B) 】



【 図 7 】

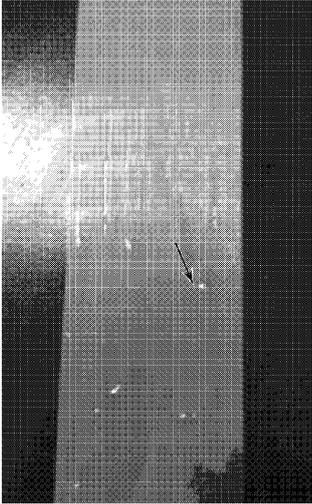


Figure 7

【 国際調査報告 】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No PCT/US2013/059395

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER INV. C23C18/12 ADD.		
According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
B. FIELDS SEARCHED Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) C23C		
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched		
Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used) EPO-Internal, WPI Data		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	EP 1 760 120 A2 (ASAHI GLASS CO LTD [JP]) 7 March 2007 (2007-03-07) the whole document -----	1-16
A	EP 1 385 002 A1 (SENSLAB GES ZUR ENTWICKLUNG UN [DE]) 28 January 2004 (2004-01-28) the whole document -----	1-16
A	WO 97/30344 A1 (SELFCARE INC [US]) 21 August 1997 (1997-08-21) the whole document -----	1-16
<input type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C. <input checked="" type="checkbox"/> See patent family annex.		
* Special categories of cited documents : "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "E" earlier application or patent but published on or after the international filing date "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art "&" document member of the same patent family		
Date of the actual completion of the international search		Date of mailing of the international search report
4 March 2014		11/03/2014
Name and mailing address of the ISA/ European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Fax: (+31-70) 340-3016		Authorized officer
		Ramos Flores, Cruz

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No

PCT/US2013/059395

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date	
EP 1760120	A2	07-03-2007	EP 1760120 A2 JP 2007063477 A	07-03-2007 15-03-2007
EP 1385002	A1	28-01-2004	DE 10234564 A1 EP 1385002 A1	12-02-2004 28-01-2004
WO 9730344	A1	21-08-1997	AT 257595 T AU 715340 B2 AU 2269297 A CA 2245941 A1 DE 69727128 D1 DE 69727128 T2 DK 0880692 T3 EP 0880692 A1 ES 2212077 T3 PT 880692 E US 5708247 A US 5951836 A WO 9730344 A1	15-01-2004 20-01-2000 02-09-1997 21-08-1997 12-02-2004 11-11-2004 17-05-2004 02-12-1998 16-07-2004 31-05-2004 13-01-1998 14-09-1999 21-08-1997

フロントページの続き

(81)指定国 AP(BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), EA(AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), EP(AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OA(BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG), AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ

(72)発明者 チェン, ダ ウエイ
台湾, 10682 タイペイ, セクション 2, トウンホワ サウス ロード ナンバー
95, 6階

(72)発明者 ハン, ファン チン
台湾, 10682 タイペイ, セクション 2, トウンホワ サウス ロード ナンバー
95, 6階

(72)発明者 ジン, ナイヨン
アメリカ合衆国, ミネソタ州, セント ポール, ポスト オフィス ボックス 33427
, スリーエム センター

Fターム(参考) 4F100 AA20B AK01B AK42 AT00A BA02 CA18B DD01A DE01B YY00B
4K044 AA12 AA16 AB02 BA12 BA14 BA20 BA21 BB01 BB14 BC00
CA27 CA29 CA53