

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第4695977号
(P4695977)

(45) 発行日 平成23年6月8日(2011.6.8)

(24) 登録日 平成23年3月4日(2011.3.4)

(51) Int.Cl.		F I		
GO 1 N 35/00	(2006.01)	GO 1 N 35/00		B
GO 1 N 37/00	(2006.01)	GO 1 N 37/00	1 0 1	
BO 1 J 19/00	(2006.01)	BO 1 J 19/00	3 2 1	
B 8 1 B 1/00	(2006.01)	B 8 1 B 1/00		

請求項の数 5 (全 8 頁)

(21) 出願番号	特願2005-368372 (P2005-368372)	(73) 特許権者	390005072 東ソー・クォーツ株式会社 山形県山形市立谷川三丁目1435番地
(22) 出願日	平成17年12月21日(2005.12.21)	(74) 代理人	100108327 弁理士 石井 良和
(65) 公開番号	特開2007-170958 (P2007-170958A)	(72) 発明者	本多 啓志 山形県酒田市広野字末広90番26号
(43) 公開日	平成19年7月5日(2007.7.5)	(72) 発明者	碓 貴臣 東京都葛飾区鎌倉1-36-3 コーポ皆 師205
審査請求日	平成20年12月1日(2008.12.1)	審査官	▲高▼見 重雄

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 マイクロチップ及びその製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

溝が形成された石英ガラス基板に石英ガラス製のカバーガラス板が重ねられて流路が形成されたマイクロチップであって、カバーガラス板の流路側の流路に対応する部分の一部もしくは全部に溝が形成されており、この溝に、溝に合致する大きさの黒色石英ガラスが嵌め込まれて加熱融着されているマイクロチップ。

【請求項2】

請求項1において、黒色石英ガラスがNbまたはSiCを着色源とするものであるマイクロチップ。

【請求項3】

請求項1または2において、黒色石英ガラスが流路の片面、もしくは、両面に設けてあるマイクロチップ。

【請求項4】

表面に形成された溝を流路としたガラス基板に、カバーガラス板の流路に対応する部分に溝を形成し、この溝に合致する大きさの黒色石英ガラスを嵌め込んで加熱融着し、このカバーガラス板の黒色石英ガラスが、ガラス基板の溝に合致するように重ね合わせ、ガラス基板とカバーガラス板を熱溶着接合するマイクロチップの製造方法。

【請求項5】

請求項4において、溝の形成方法がウエットエッチング、ドライエッチング、ショットブラスト法、もしくは、研削方法のいずれかであるマイクロチップの製造方法。

10

20

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、DNAマイクロアレイ、バイオチップ、電気泳動チップやマイクロリアクター等のマイクロチップに関する。

更に詳しくは、ガラス基板上に形成した流路を局所的に加熱することができるようにしたマイクロチップに関する。

【背景技術】

【0002】

マイクロチップの流路を流れる試料を加熱するための方法としては、外部から直接熱を加える方法、及び、流路内に金属線等の電熱線を設置し、電氣的に発熱させる方法が採用されており、特許文献1（特開2000-173750）には、石英ガラス体に形成した溝内にカーボンファイバー束を配設して発熱体とすることが開示されている。

【特許文献1】特開2000-173750

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0003】

マイクロチップ内で一定条件での分析をおこなう場合、もしくは、化学反応等を起こすために、流路を限定的に加熱して所定の温度に維持する必要を生じる場合等があるが、小さな部品であるマイクロチップを局所的に加熱することが困難であった。

本発明は、電熱線等の発熱体を流路に設けることなく、マイクロチップ自体が局所的に発熱するようにしたものである。

【課題を解決するための手段】

【0004】

本発明は、赤外線を通すガラス等で形成したマイクロチップの流路の一部を黒色ガラスで形成し、外部から赤外線を照射して黒色部分を発熱させることによってマイクロチップを局所的に加熱できるようにしたものである。

具体的には、マイクロチップの流路部分に黒色ガラスを貼り付け、もしくは、マイクロチップの特定領域を黒色ガラスとして構成して直接黒色ガラスに溝を設けて流路を形成し、赤外線を照射して黒色ガラスを発熱させ、局所的に高熱状態を生成するものである。

【0005】

ガラスの材質は、紫外線、可視光線、赤外線の全域、またはその一部帯域の光透過性を有するホウケイ酸ガラスや石英ガラスなどの透明ガラスが好ましい。特に、マイクロチップの機能として化学反応、物理的観測の必要性から、紫外線から近赤外の広範囲に渡って透過特性に優れ、高純度、かつ、耐熱性、化学的耐久性に優れた石英ガラスとすることが好ましい。

発熱体になる黒色ガラスは赤外線及び遠赤外線を熱に変える黒色物であり、流路を形成するガラスと一体化するものであれば、金属、酸化金属、非金属、酸化非金属等のような物質でも使用できる。

透明石英ガラスは赤外線透過特性に優れており、この透明石英ガラスと熱的特性等が同等なため融着一体化が容易な黒色石英ガラスとを組み合わせる用いるのが好ましい。

【0006】

透明及び黒色石英ガラスは熱伝導率が低いため、黒色部分の熱は他の部分に伝播することが少なく、限定的な発熱体を使用することができる。

黒色石英ガラスは、膨張係数が透明石英ガラスとほぼ同一であり、両者の接着性が良好なので、接合してマイクロチップを形成しても剥離の恐れがなく、また、強固な接合状態が得られ、歪が残存しない。

黒色石英ガラスは赤外域波長の光吸収性が高いため、熱吸収性が高く、また、熱伝播性が低いので熱エネルギーを効率良く蓄熱でき、均一な発熱体として限定した流路内を加熱することが可能となる。

10

20

30

40

50

黒色石英ガラスは、透明石英ガラスと加工性が変わらず、研削、研磨などの機械加工条件を同一にできるという点で、他の遮光材料と比較して好ましく、更に、化学的安定性が高く、加工、洗浄によって変質することがなく、加工が容易であり、成分の溶出がないので、各種の光学製品に対し影響を及ぼすことがない。

【0007】

マイクロチップの溝の形成方法は、ウエットエッチング、ドライエッチング、ショットブラスト法、もしくは、研削方法のいずれであっても良い。

流路の大きさが比較的大きいものでは、ショットブラスト法、レーザ加工や高精度ダイヤモンド等による研削加工方法が、また、流路の大きさが小さいものではエッチングでの形成方法が一般的には良く用いられている。

ショットブラストは、ガラス表面にマスキングを施し、炭化ケイ素やアルミナなどの硬質の微細砥粒をコンプレッサーから圧縮された圧搾空気と共に、高速でガラス表面に吹きつけ衝突させてガラスを削る方法である。加工速度が速いという利点がある。

【0008】

ウエットエッチングは、ガラス表面にメタル膜などのエッチングマスク材料を成膜し、リソグラフィによりパターンニングを施した後に、UV露光し、フッ化水素酸でエッチングして溝となる流路を形成するものである。複雑な流路の形成等にも適している。

ウエットエッチングはフッ化水素酸溶液を用いたエッチングであるが、ドライエッチングはフッ化炭素などのエッチングガスを用いてエッチングするものである。エッチングガスはプラズマ中でフッ素ラジカルやフッ素炭素イオンとして存在し、石英ガラス表面と反応することでエッチングが進行する。加工時間が長いという課題はあるが高精度な加工が行えるという利点がある。

なお、上述のようにガラス板に溝を形成する以外の方法として、ガラス粉末とバインダーの混練物を表面に流路となる所望形状の溝が形成されるように射出成形し、これを加熱脱脂し、更に焼結して溝を形成したガラス板を直接作成しても良い。簡易な方法によって表面が滑らかなものが得られるという利点がある。

【0009】

この場合、射出成形条件を、粒径が $0.01 \sim 20 \mu\text{m}$ の球状粒子で、粒径分布が $0.1 \sim 0.5 \mu\text{m}$ の小径側と、 $1 \sim 5 \mu\text{m}$ の大径側に極大分布ピークを有し、大径側ピーク粒径/小径側ピーク粒径比が $5 \sim 10$ であるシリカガラス粉末を使用し、焼結温度 $1200 \sim 1400$ で、焼結雰囲気は真空とすることによって流路となる溝が形成された透明石英ガラス板が得られる。

また、 $0.01 \sim 20 \mu\text{m}$ の球状粒子からなり、かつ、 $0.2 \mu\text{m}$ 以下の粒子が全体の $5 \sim 70$ 重量%であるシリカガラス粉末と、有機バインダーを重量比で $70 : 30 \sim 90 : 10$ の割合で混練し、当該混練物を射出成形した後、 $0.1 \sim 5$ 気圧(ゲージ圧)に加圧した非酸化性ガス雰囲気にて加熱脱脂し、次いで温度 $1200 \sim 1400$ で真空焼結することによって、溝が形成された黒色石英ガラス板を得ることができる。

【0010】

接合方法は、透明石英ガラスと黒色石英ガラスの接合面とを予め鏡面加工し、双方の接合面を合わせ、 $900 \sim$ 石英ガラスの軟化点(約 1300)に加熱して溶着して一体接合する。

このとき、両者を加圧すると溶着温度を下げることもできると共に、強固な接合状態を得ることができる。

酸水素火炎や電気加熱による溶接方法では、加熱温度が $1700 \sim 1800$ といった石英ガラスの軟化点以上の温度が必要となるため、接合部は流動変形を起こして面ダレなどを生じ、要求される一体ものの厚さや透明部と黒色部との夫々の厚さの制御、まして 0.5 mm や 1 mm 厚さの薄物を溶着する場合などには、超高寸法精度の制御や、接合部の境界面の制御は不可能である。

【0011】

接合面は、光透過部と光遮蔽部分とに別れる境界面となるので、マイクロ等の光学部品

10

20

30

40

50

を機械・装置にセットするときの位置決め基準面ともすることができる。そして、黒色石英ガラスは、失透性がなく、かつ、ガラスとして均質であり、透明石英ガラスと接合しても透明石英ガラスを失透させるなどの悪影響を与えることがない。

【0012】

黒色石英ガラスは、特許第3112111号公報、及び特許第3156733号公報などに開示されているように、着色源としてTi, Zr, V, Cr, Mo, Co, Fe, Mn, C, Nb, 及びSiCの群から選ばれた少なくとも1種の金属成分を含むものとするのが好ましい。なかでも、黒色化に対して安定性があり、1mm以下の薄い板厚のものでも、遠紫外域から遠赤外域に至る広範囲な領域において遮光性に優れていることから、Nb, SiCを着色源とすることが好ましい。

10

黒色石英ガラスの製造方法は、SiCの場合は、炭化珪素をシリカ微粉末に炭素量換算で0.05~0.3重量%で混合して原料微粉末とし、それを成形、焼結してガラス化させると、色むらがなく耐蝕性に優れた黒色ガラスを得ることができる。

Nbの場合は、ニオブ塩化物をアルコール溶液中に溶解し、この溶液をシリカ粉が湿潤状態となるように混合し、乾燥させて微粉末として還元雰囲気中で高温熱処理した後に、熔融ガラス化することにより、185~25000(nm)の波長域で、1mm厚さでの透過度がほぼ零の遮光性に優れた黒色石英ガラスを得ることができる。

【0013】

マイクロチップ内で、流路の特定箇所を限定して高熱を発生させることができればマイクロチップの応用にも大きく寄与することができる。例えば、マイクロリアクタ領域においても、化学反応の促進のためにはこうした加熱機構は重要である。

20

特に石英ガラスにおいては透明材及び黒色石英ガラス材共に耐熱性に優れているため、数百度の連続加熱においても何十年という保証期間を設けられていたとしても十分に信頼に依えられるものであり、他の材質の流路形成材と比較しても最大加熱温度を安定的に達成することが可能となる。

なお、透明石英ガラス領域を光導波路として使用して赤外光を光導波路を通して黒色石英ガラス領域へ導き、黒色石英ガラス中に蓄熱して流路内を限定領域のみ均一に加熱させて、反応を促進させる構成としても構わない。

【発明の効果】

【0014】

30

マイクロチップの流路部を黒色ガラスで覆い、外部から赤外線照射して黒色ガラスを発熱させて局所的に高熱状態とするものであり、マイクロチップ内の特定の光加熱された領域で化学反応等を起こすことができ、マイクロチップの応用に大きく寄与することとなる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0015】

実施例1

図1に示すように、厚さ0.9mmの透明石英ガラス板を研磨した基板1にウエットエッチングにより幅200μm、深さ40μm、長さ30mmの直線の溝2を形成した。溝2の両端部には流路の出入口となる穴3を機械加工によって形成した。

40

厚さ0.9mmの透明石英ガラス板を溝2の幅及び長さにあわせて板厚さの半分くらいまで座繰りを入れて溝を形成し、この溝の大きさに合致するSiCを含有する黒色石英ガラスの細板20を嵌め込み、電気炉で融着してカバー4を形成した。基板1にカバー4の黒色石英ガラスが基板1の溝の上となるようにあわせて熱溶着接合して外形寸法50×30×1.8(mm)の流路を有するマイクロチップ10を作製した。この実施例は、溝2の全長に渡って黒色石英ガラスが流路を覆った状態となっている。

【0016】

このマイクロチップ10の流路に穴3を介して室温の水を毎秒10mmの流速で流しながら、75Wのスポットタイプハロゲンランプによりマイクロチップ10の黒色石英ガラスの細板20に光を照射した。水温を流路の出口で測定したところ、水温は80に上昇

50

して定常状態となった。

図3に示すように黒色ガラス20を流路一部だけ覆うようにしたり、また、図4に示すように、カバー4のガラス板をくりぬき、板厚と同じ厚さの黒色ガラスをくりぬいた部分に嵌め込むようにしてもよい。

【0017】

実施例2

Nbを含有する黒色石英ガラスの厚み1.0mm研磨基板にショットブラストにより幅500 μ m、深さ500 μ m、長さ50mmの直線溝を形成した。透明石英ガラスの厚さ0.7mm研磨基板に、前記、黒色石英ガラス研磨基板に形成された溝両端に穴を形成し、直線溝形成基板と熱溶着して、流路形状が500 \times 500 \times 長さ50000(μ m)、外形寸法70 \times 30 \times 1.7(mm)のマイクロチップ10を作製した。

このマイクロチップ10の流路に穴3から窒素ガスを2cc/m流しながら、2000Wハロゲンランプヒーターを黒色石英ガラスに照射し、入口と出口において窒素ガスの温度を測定してその差を求めたところ、800の上昇が認められた。

【0018】

実施例1では溝を覆う蓋の部分となる領域を黒色石英ガラスとしたものであり、実施例2は逆に蓋となる部分は透明石英ガラスとし、溝となる部分の3方向が黒色石英ガラスで形成された流路を示したが、構成の一部を例示しただけであり、これに限られるわけではない。

また、透明石英ガラス上に流路と同じ位置上に同じ大きさの黒色石英ガラスを貼り付けても良いし、透明石英ガラスに特定の流路領域と同じ大きさのざぐりを入れて黒色石英ガラスを埋め込んで良いし、透明石英ガラスの特定箇所にマスキングを施した後に黒色ガラス部分を蒸着等により被覆したもので構わない。

また、透明石英ガラスと黒色石英ガラスとの接着は、両者の接着面をオプチカルコンタクトにより電気炉で融着するが、圧着や溶接により一体化させても構わない。

【産業上の利用可能性】

【0019】

このように、マイクロチップ10の流路の少なくとも一部を黒色石英ガラスで覆うことによって、黒色石英ガラスに熱が蓄熱されるため流路の一定領域を均一の温度状態に保つことができる。

石英ガラスの蓄熱性が良いため均一な温度が得られるという利点のほか、黒色石英ガラスは、熱伝導性が低いため、ハロゲンランプの照射によって生成された熱は一定領域内に留まっているので有効に熱を利用できる。また、耐熱性にも優れているため、より高温においても使用でき、不純物が少なく純度が高いため、黒色石英ガラスは発熱体として経時変化を起こすことなく安定して使用できる。

【0020】

黒色石英ガラスは、厚さ1mmでの光直線透過率が波長200~5000nmの範囲で5%以下であるものを使用するが、赤外線放射蓄熱性を高めるためには赤外線波長を含む領域においては透過率が1%以下となるものを使用することが好ましい。

また、石英ガラスの線膨張係数は $5.5 \times 10^{-7} \text{K}^{-1}$ と小さく、熱伝導率は800でも2.2ワット/メートル・ケルビンであり局所発熱体材質として適している。

黒色石英ガラスからなる流路の領域へ赤外線を導入する部分は赤外線透過特性に優れた透明石英ガラスとするが、透過光導入部以外の部分は透明石英ガラスに遮光部を更に形成した構成にすることで、より安定した発熱体となる。

【0021】

赤外線源としては、赤外線ヒーターや赤外線ランプ、またはハロゲンランプ等の赤外線発生装置を利用する。また、こうした赤外線ランプ等の赤外線照射での光加熱方式によるマイクロチップの黒色石英ガラス流路への導入によって発熱体を形成するほかに、マイクロ波をも利用することが可能であり、マイクロ波を照射して黒色石英ガラス内部から発熱させることができる。

10

20

30

40

50

マイクロ波を利用した、黒色石英ガラスからなる流路の加熱においては、成形体自身が直接発熱するものであり、黒色石英ガラスの熱伝導、熱吸収、蓄熱に依存するものでないので、エネルギー効率が高くなる。

加えて、マイクロ波の周波数が高いものでは、光のように集光して電界強度を高めることができ、黒色石英ガラスの内部中心より効率良く加熱することができる。

【0022】

黒色石英ガラスからなる流路の中心部でマイクロ波の電界強度が最大になるように、周波数10～50GHzのマイクロ波で加熱保持して、黒色石英ガラスを発熱させる。黒色石英ガラスは、透明石英ガラスと同等な耐熱特性を有するため高温での利用も可能である。

10

マイクロ波の周波数を10GHz未満とすると、石英ガラスのマイクロ波の吸収が少なくなり、大きなマイクロ波出力を必要とし、効率が悪いので好ましくない。また、50GHzを超える周波数では、マイクロ波発生装置が複雑、高価になり好ましくない。

【0023】

以上のように、本発明の流路の一部に黒色ガラスを使用して発熱体として利用したマイクロチップは、赤外線を効率良く蓄熱して、赤外線を照射した部分の流路内だけで熱を発生して、黒色部分で発熱した熱は石英ガラスの熱伝導率の悪さから他の部分への伝播が少ないため、限定的な発熱体として使用することができる。

また、特定領域の流路を覆った黒色石英ガラス部位の中心部をマイクロ波加熱することで、黒色石英ガラスが直接発熱するため熱伝導に依存せず、エネルギー効率が低い。加えて、マイクロ波周波数が高くなると、光のように集光して電界強度を高めることができ、マイクロチップの特定流路を局所的に、効率良く発熱させることが可能となる。

20

このように流路内に電熱線等の金属を配設することなしに、光加熱方式により流路を限定的に加熱してマイクロチップを局所的に発熱させることが可能となる。

【図面の簡単な説明】

【0024】

【図1】マイクロチップの組み立て手順を示す斜視図。

【図2】マイクロチップの断面図。

【図3】流路の一部を黒色ガラスで覆ったマイクロチップの断面図。

【図4】カバーの板厚マイクロチップの断面図。

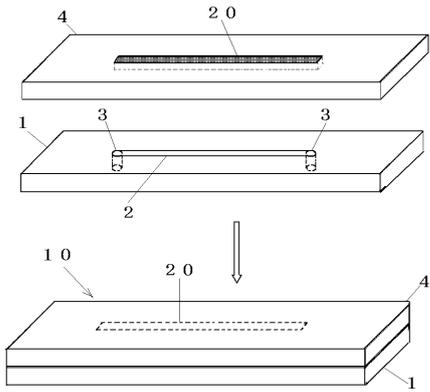
30

【符号の説明】

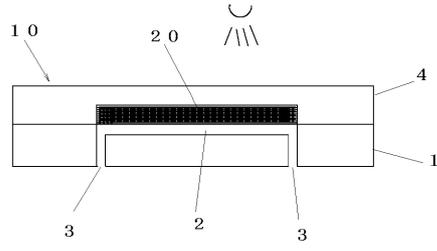
【0025】

- 1 ガラス基板
- 2 溝
- 3 穴
- 4 カバー
- 10 マイクロチップ

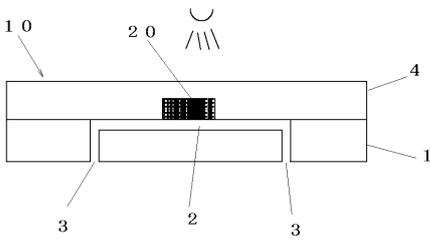
【図1】



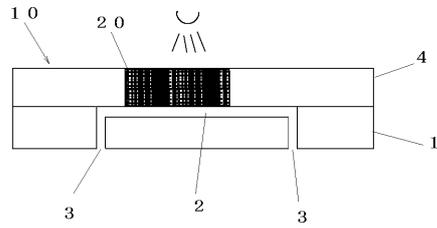
【図2】



【図3】



【図4】



フロントページの続き

- (56)参考文献 特表2004-513779(JP,A)
特開2001-180964(JP,A)
特開2005-300333(JP,A)
特表2004-525339(JP,A)
特開2004-053345(JP,A)
特開平01-166723(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

G01N 35/00 - 37/00
B01J 19/00
B81B 1/00