

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2006-225198

(P2006-225198A)

(43) 公開日 平成18年8月31日(2006.8.31)

(51) Int. Cl.	F I	テーマコード (参考)
CO3C 15/00 (2006.01)	CO3C 15/00 D	4G059
CO3B 23/203 (2006.01)	CO3B 23/203	
GO1N 37/00 (2006.01)	GO1N 37/00 I O I	

審査請求 未請求 請求項の数 5 O L (全 13 頁)

(21) 出願番号 特願2005-40177 (P2005-40177)
 (22) 出願日 平成17年2月17日 (2005.2.17)

(71) 出願人 000004008
 日本板硝子株式会社
 東京都港区海岸二丁目1番7号
 (74) 代理人 100128152
 弁理士 伊藤 俊哉
 (72) 発明者 山口 英利
 東京都港区海岸二丁目1番7号 日本板硝子株式会社内
 Fターム(参考) 4G059 AA08 AB01 AB06 AB07 AB09
 AB11 AC01 BB14

(54) 【発明の名称】 溝付きガラス基板の製造方法およびそれを用いて得られるマイクロ化学チップ

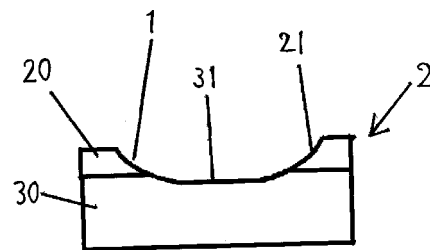
(57) 【要約】

【課題】

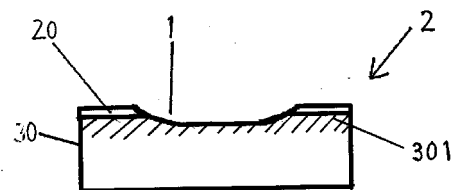
フッ酸をエッチング液とする化学(湿式)エッチングでガラス表面に溝を形成すると、溝の断面形状は曲面からなる半円形状になり、底面がフラットな形状を有する溝を形成することができなかった。

【解決手段】

第1のガラス板と第2のガラス板を融着により接合し、フッ酸による湿式エッチングにより溝を形成する溝付きガラス基板の製造方法であって、第2のガラス板の第1のガラス板との接合面およびその近傍の酸に対する可溶性を、第1のガラス板の酸に対する可溶性より小さくし、第1のガラス板表面から第2のガラス板の接合面に至るまでフッ酸のエッチングにより溝を形成する。第1のガラス板と第2のガラス板は組成を異なるようにしてもよく、第1のガラス板と第2のガラス板を同一組成とし、第2のガラス板の接合面となるガラス表面及びその近傍に圧縮応力層(比容が内部より小さい層)を形成してもよい。



(a)



(b)

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

酸に対する可溶性に差がある第 1 のガラス板と第 2 のガラス板を融着により接合し、前記酸に対する可溶性が相対的に大きい第 1 のガラス板の表面から第 2 のガラス板との接合面に至るまで、前記酸によるエッチングで溝を形成することを特徴とする溝付きガラス基板の製造方法。

【請求項 2】

第 1 のガラス板の前記酸に対する可溶性が、第 2 のガラス板のそれより組成差により相対的に大きいことを特徴とする請求項 1 に記載の溝付きガラス基板の製造方法。

【請求項 3】

第 2 のガラス板の前記第 1 のガラス板との接合面およびその近傍に圧縮応力層が形成され、第 1 のガラス板の酸に対する可溶性が前記圧縮応力層の酸に対する可溶性より大きいことを特徴とする請求項 1 または 2 に記載の溝付きガラス基板の製造方法。

【請求項 4】

請求項 1 ~ 3 のいずれかに記載の溝付きガラス基板の製造方法により得られる側壁部が曲面であり底面部が略平坦面の溝を有する溝付きガラス基板。

【請求項 5】

請求項 4 に記載された溝付きガラス基板と第 2 のガラス基板とを接合して形成される微小流路を内蔵するマイクロ化学チップ。

10

20

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、微小流路を内蔵するマイクロ化学チップを製造するのに好適な溝付きガラス基板の製造方法に関する。さらに詳述すると化学分析などの分野において、微少量の液体中の試料を混合、分離、反応等を行うマイクロ化学チップおよびそれに用いられる溝付きガラス基板の製造方法に関する。

【背景技術】

【0002】

マイクロ化学チップは、溝が形成されたガラス基板上に、その溝に対応する位置に試料液の注入孔及び排出孔が配置された第 2 のガラス基板を接合したものをいい、接合後その溝の部分に微小流路が形成されたものである。

【0003】

マイクロ化学チップを構成する 2 枚のガラス基板の一方のガラス基板に、微小流路となる所定形状の溝を形成する方法が、シーエムシー出版「インテグレートッド ケミストリー」- マイクロ化学チップが拓く科学と技術 - の第 4 章マイクロ加工技術の 4.2.2 項チップ作製工程（書籍番号 ISBN 4-88231-436-3）に開示されている。すなわち、パイレックス（登録商標）ガラス板を平均粗さ 50 nm 程度に研磨し、その後ガラス表面近傍に存在する残留応力を除去するために、ガラスの徐冷点近傍で熱処理する。そしてこのガラス板主表面に Cr と Au の金属積層膜をマスキング膜として被覆し、フッ化水素酸（フッ酸）を用いる化学エッチングにより溝を形成する方法が記載されている。

30

40

【0004】

【非特許文献 1】シーエムシー出版「インテグレートッド ケミストリー」- マイクロ化学チップが拓く科学と技術 - の第 4 章マイクロ加工技術の 4.2.2 項チップ作製工程（書籍番号 ISBN 4-88231-436-3）

【0005】

また、特開 2001-261372 号公報には、ガラス基板の表面にマイクロチャンネル

50

をフッ酸を用いるウエットエッチングで形成するのに、異方性様のエッチング形状を実現する方法が開示されている。

【0006】

【特許文献1】特開2001-261372

【0007】

この方法によれば、従来の等方性のウエットエッチングで得られる溝よりも、底面の曲率が大きい溝が形成できることが記載されている。

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0008】

微小流路を内蔵するマイクロ化学チップは、微小流路内に試料溶液を注入しながら試料溶液内の溶質の定性分析や定量分析を行うのに用いられる。このとき溶質が発する蛍光を微小流路内から取り出して検出する蛍光分析や、試料溶液中に熱レンズを形成し、熱レンズのなかを通過させ微小流路外に取り出した検出光を測定、計測する光熱変換分光分析法（熱レンズ分析法）等の方法が用いられる。

【0009】

微小流路内から微小流路外に出射した光を検出、計測するとき、微小流路の光出射面の形状が影響する。すなわち、微小流路の光の出射側の壁面が光の進行方向に対して垂直な平面であれば、その壁面で光は屈折などにより光路が曲げられることなく、したがって再現性よく確実に所定位置にセットされた光検出器に導かれ、精度よく光量を計測できる。しかし微小流路の壁面が曲面であると、光が微小流路から出る位置により光路が曲がり、光量測定が再現性よく行えないという問題があった。

【0010】

非特許文献1に記載されているガラスにフッ酸を用いる化学（湿式）エッチング法で形成される溝は、断面形状が略半円形であり、溝の底部も曲率を有するものである。このような公知の化学エッチングにより形成された溝を利用して作製した微小流路を内蔵するマイクロ化学チップは、光熱変換分光分析（熱レンズ分析法）で光量を測定する場合、検出光を再現性よく計測するには、熱レンズを微小流路の幅方向の位置について正確に形成しなければならないという問題があった。

【0011】

特許文献1には、溝壁面が曲面に形成されるという化学エッチング法が固有する等方性のエッチングを抑制する方法が記載されている。この方法は、フッ酸でガラスをエッチングするときのマスク膜をクロム薄膜層とレジスト薄膜層の積層体からなるマスクとし、微量のクロム膜がガラス側壁に移行してガラス壁を保護する役割を持たせるようにして等方性のエッチングを抑制し、異方性様のエッチングを行おうとするものである。

【0012】

しかしながら、クロム膜のガラス壁の保護作用は安定せず、また異方性を確保するには十分でなく、底面がフラット（実質的に曲率を有さない）形状の溝を形成することは困難であった。

【0013】

本発明は、上記の方法で溝を形成して得られるガラス基板を用いて得られるマイクロ化学チップが有する微小流路の断面形状（半円形状であること）に基づく問題点を解決するためになされたものである。すなわち、ウエットエッチング（湿式エッチング）法により底面が略フラット（平坦）な形状を有する溝付きガラス基板を製造する方法を提供することを目的とする。

【課題を解決するための手段】

【0014】

本発明の請求項1は、酸に対する可溶性に差がある第1のガラス板と第2のガラス板を融着により接合し、前記酸に対する可溶性が相対的に大きい第1のガラス板の表面から第2のガラス板の接合面に至るまで、前記酸によるエッチングで溝を形成することを特徴とす

10

20

30

40

50

る。

【0015】

ガラス板の表面に所定の開口形状を有するマスキング膜を形成して、その露出部を酸により溶解する化学（湿式）エッチング法により溝を形成すると、化学エッチング法が固有する等方的溶解作用により、溝の断面は半円形状になる。しかしながら、本発明においては、酸に対する可溶性が相対的に大きい（酸による溶解速度が相対的に大きい）第1のガラス板のみにエッチングが行われている間は、等方的エッチングが行われる。エッチングの進行にともない、酸に対して相対的に溶解性が小さい第2のガラス板表面に達した時点から、エッチングは酸に対する溶解性が異なるガラスに対して同時に行われる。ガラス表面と垂直方向と水平方向とでエッチレートが異なるエッチングが行われる。

10

【0016】

エッチング速度が相対的に大きい第1のガラス板のエッチングとエッチング速度が相対的に小さい第2のガラス板のエッチングが同時に進行する過程では、全体的な溝形成のエッチングプロセスとして異方性のエッチングが進行する。

【0017】

エッチング面が第2のガラス板の表面（融着接合面）に最初に達した後は、第1のガラス表面と平行な方向（ガラス表面から比較的浅く溝の側壁部となる部分）はよりエッチング速度が速く、第1のガラス表面と垂直な方向（第1のガラス表面から遠く離れた溝の底面となる部分）はエッチング速度が遅くなる。これにより見かけ上の異方性のエッチングが行われる。

20

【0018】

本発明においては、エッチングの前段は等方性のエッチングが行われ、後段は見かけ上異方性のエッチングが行われる。これにより溝の底面部は、側壁部より遅いエッチング速度で除去されるので、底面は側壁部より大きな曲率を有する面またはフラットに近い面（平坦面）に近づく。溝の深さに対する溝の幅（幅/深さ比）をより大きく調整するには、エッチング終了第1のガラス板の表面を研磨により除去することにより調整することができる。

【0019】

請求項2は、請求項1において、第1のガラス板の前記酸に対する可溶性が、第2のガラス板のそれより組成差により相対的に大きいことを特徴とする。

30

【0020】

2つのガラス板のエッチング液を構成する酸（フッ酸を主成分とする酸）に対する可溶性を組成の差により相異なるようにすることにより、第2のガラス板がエッチングされる段階以降から見かけ上異方性のエッチングモードになる。

【0021】

請求項3は、請求項1または2において、第2のガラス板の第1のガラス板との接合面およびその近傍に圧縮応力層が形成され、第1のガラス板の酸に対する可溶性が前記圧縮応力層の酸に対する可溶性がより大きいことを特徴とする。

【0022】

本発明の第2のガラス板は、第1のガラス板との接合面またはその近傍について、酸に対する可溶性が相対的に第1のガラス板より小さくなるように改質されたガラスであってもよい。すなわち第2のガラス板の少なくとも一方の表面（接合する面）を酸可溶性が第1のガラス板よりも小さくなるように改質した面であればよい。この場合、第1のガラス板と第2のガラス板とは同一組成であってもよく、相異なる組成であってもよい。

40

【0023】

第2のガラス板の表面近傍の酸に対する可溶性をその内部よりも小さくし、もって第1のガラス板の酸可溶性よりも小さくするガラス表面の改質法としては、ガラス表面に外部から加重を加えて、ガラス表面近傍に比容の小さな層（ガラス内部よりも高密度の層）を形成する方法が見出された。このような層は圧縮歪みを有する層である。圧縮歪み層のエッチング速度がそれ以外の部分よりも酸可溶性が小さく、したがってその酸に対するエッチ

50

ング速度が遅くなる理由は明確ではないが、ガラスの密度が大きいことに関係するものと考えられる。

【0024】

本発明では、このガラス表面層の改質（酸可溶性の減少）を、酸化セリウムや酸化アルミニウムなどの微粒を研磨砥粒として懸濁させた研磨液と研磨パッドを用い、研磨砥粒をガラス表面に押圧しながら移動させることにより行うことができる。この方法により、第2のガラス板の表面を平滑化するとともにエッチング速度が小さい表面層を第2のガラス板に形成することができる。融着により接合してマイクロ化学チップとするのに、融着を接合面の全面で行う上で、上記の表面改質法は、同時にガラス板の表面が平滑化されるので好都合である。

10

【0025】

請求項4は、請求項1～3のいずれかに記載の溝付きガラス基板の製造方法により得られる溝の側壁部が曲面であり底面部が略平坦面の断面形状を有する溝付きガラス基板である。

【0026】

請求項5は、請求項4に記載された溝付きガラス基板と第2のガラス基板とを接合して形成される微小流路を内蔵するマイクロ化学チップである。

【0027】

マイクロ化学チップに内蔵する微小流路は、溝付きガラス基板に形成された溝と第2のガラス基板の貼り合わせ面に囲まれて形成され、貼り合わせ面に対向する溝の底面部は略フラット（平坦）で、曲面を実質的に有さないため、微小流路内部から外部へ出射する光は微小流路の壁面で屈折して出射方向が変わるのが抑制される。これによりマイクロ化学チップから出射した光強度を再現性よく正確に検出することができる。

20

【発明の効果】

【0028】

本発明によれば、溝を形成するガラス基板を酸に対する可溶性が相対的に異なる2枚のガラス板を融着により接合したものとし、酸可溶性が相対的に大きい第1のガラス板表面から酸可溶性が相対的に小さい第2のガラス板に達するまでエッチングして溝を形成するので、エッチングされる領域が第1のガラス基板内のみであるときは等方性のエッチングが行われ、その後第1のガラス基板と第2のガラス基板の両者が同時にエッチングされるときは、第1と第2のガラス基板のエッチング速度の差により、溝の幅方向中央部のエッチング速度が溝の側壁部より小さくなる。すなわち溝全体として見かけ上異方性のエッチングになる。これにより溝の側壁部に比較して底部がより平坦な断面形状を有する溝を湿式エッチング法で形成することができる。溝の形成後、ガラス基板表面を研磨することにより、溝断面の縦横比をより大きく調整することができる。

30

【0029】

また、酸可溶性が相対的に小さい第2のガラス板を第1のガラス板と同一組成であり、第1のガラス板との接合面に圧縮歪み層を形成したガラス板とすることにより、加熱融着により接合するガラス板の熱膨張係数を同じにすることができる。これにより接合して得られるマイクロ化学チップに反りが生じない。

40

【0030】

本発明により得られるマイクロ化学チップの微小流路内に入射した光は、微小流路の平坦な底部から出射するので、光強度を再現性よく安定して検出することができる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0031】

以下に本発明にかかる溝付きガラス基板およびマイクロ化学チップについて説明する。図1は、本発明に係る溝付きガラス基板とそれを用いて製造されるマイクロ化学チップの概略構成図である。図1(a)は、本発明の溝付きガラス基板2の一実施例の見取り図とマイクロ化学チップ100の分解斜視図を兼ねた図である。図1(b)はマイクロ化学チップ100の平面図である。図1(c)は図1(b)の線A-A'における断面図である。

50

図 1 (d) は、図 1 (b) の線 B - B ' における断面図である。

【 0 0 3 2 】

図 1 において、本発明のマイクロ化学チップ 1 0 0 は、接合面 8 に両端がそれぞれ二股に分岐した約 0 . 2 mm 幅で、深さが約 0 . 1 mm の底面が平坦化された溝 1 が形成された溝付きガラス基板 2 (ベースプレート) と、溝付きガラス基板 2 の接合面に接合される第 2 のガラス基板 4 (カバープレート) を備える。第 2 のガラス基板 4 は、溝 1 に対応する位置に試料の注入・排出用の貫通孔 3 を有する (図 1 (a)) 。溝 1 は、これら 2 枚のガラス基板が貼り合わされてマイクロ化学チップ 1 0 0 の微小流路 5 を構成する。

【 0 0 3 3 】

マイクロ化学チップ 1 0 0 を構成する溝付きガラス基板 2 や第 2 のガラス基板 4 の材料としては、蛋白質、血液、DNA などの生態試料の分析や環境分析用に用いるマイクロ化学チップを考慮すると、化学耐久性がある (耐酸性、耐アルカリ性が高い) ガラスが好ましく、硼珪酸ガラス、アルミノ硼珪酸ガラス、無アルカリガラス、石英ガラス、ソーダ石灰珪酸ガラス等がよい。

【 0 0 3 4 】

次に本発明の溝付きガラス基板 2 を、図 2 を参照しながら説明する。図 2 (a) は、本発明の溝付きガラス基板の一実施例の断面模式図である。図 2 (a) において、本発明の溝付きガラス基板 2 は、酸可溶性が相対的に大きいガラス板 2 0 と酸可溶性が相対的に小さいガラス板 3 0 が熱融着により接合され、ガラス板 2 0 の非接合面に溝 1 が所定形状にフォトリソグラフィパターンニング法を用いて形成されている。ガラス板の接合面は通常、酸化セリウムや酸化アルミニウムの微粒子を研磨砥粒として含む研磨液と研磨パッドとを用いる研磨により平滑化される。

【 0 0 3 5 】

溝 1 の壁面は、等方性の化学エッチングにより形成された曲面からなる側壁部 2 1 と側壁部 2 1 より曲率が大きいあるいは略平坦面からなる底部 3 1 からなる。ガラス板 2 0 およびガラス板 3 0 は、ガラス成分あるいは組成が異なるものを用いることにより酸可溶性が相対的に異なるものとすることができる。たとえばガラス板 2 0 としてアルミノ硼珪酸ガラス系のガラスとし、ガラス板 3 0 として石英ガラス板を用いることができる。

【 0 0 3 6 】

図 2 (b) で示す溝付きガラス基板 2 は、本発明の他の実施例の断面模式図である。ガラス板 2 0 とガラス板 3 0 を同一組成のガラスとし、ガラス板 3 0 は、ガラス板 2 0 との接合面およびその近傍 (内部深さ方向に) に外部から加圧して圧縮歪み層 3 0 1 を形成させたものである。この圧縮歪み層 3 0 1 は、ガラスの比容がガラス板 3 0 の内部より小さい (密度が大きい) 層である。圧縮応力層 3 0 1 のフッ酸を主成分とするエッチング液によりエッチング速度は、そのガラス内部より小さくかつ第 1 のガラス板のエッチング速度より小さい。

【 0 0 3 7 】

すなわち、圧縮歪み層 3 0 1 はガラス板 2 0 より酸に対するエッチング速度が小さくなるように改質されており、このためガラス板 2 0 とガラス板 3 0 が同時に酸によりエッチングされるとき、エッチング液は溝 1 全体として異方性の化学エッチング (エッチング速度が方向により異なるエッチング) の作用を奏する。これにより底面が側面より曲率が大きい、あるいはより平坦性を帯びた形状を有する溝を化学 (湿式) エッチング法で形成することができる。ガラスをエッチングする液として、フッ酸を主成分とする液を用いる。室温のまたは加温したフッ酸含有液が用いられる。

【 0 0 3 8 】

図 2 (b) の溝付きガラス基板 2 の溝 1 を、エッチングにより形成後、ガラス板 2 0 の厚みを研磨により薄くすることにより、縦横比がより小さい (溝幅寸法が溝深さ寸法に対してより大きい) 微小流路にすることができる。たとえば (深さ寸法 / 幅寸法) 比が 0 . 5 以下の断面形状でかつ底部が平坦化された微小流路とすることができる。

【 0 0 3 9 】

10

20

30

40

50

ガラス板 30 の表面に圧縮応力層 301 を形成する方法としては、ガラス板の全面を融着接合し得る程度に研磨による平滑化処理と同時に行うのが好ましい。たとえば、酸化セリウムあるいは酸化アルミニウムのようなガラスよりも硬い微粒子を研磨砥粒として懸濁させた研磨液と研磨パッドを用い、研磨砥粒をガラス表面に加圧しながらガラス表面上を移動させる。

【0040】

酸化セリウムの研磨砥粒をガラス面に押しつけながら移動させて形成する圧縮応力層は、たとえば平均粒径 D50 が $0.4 \sim 1.4 \mu\text{m}$ の研磨砥粒を懸濁させた研磨液をガラス面に供給して、研磨砥粒をウレタン製等の研磨パッドによりガラス面に圧力数十 gf/cm^2 以上の圧力で押しつけながら移動することにより形成できる。ガラス表面を研磨により平滑化すると同時に圧縮応力層を形成することができる。また、研磨砥粒としてコロイダルシリカの微粒子を用いることができる。圧縮応力層の歪みの大きさやガラス表面からの深さは、用いる研磨砥粒の種類、大きさ、研磨圧力（外部から加える力の大きさ）等を調整して定められる。圧縮応力層の形成には、公知のたとえばオスカー式両面研磨装置を用いることができる。また、鋭利な金属針をガラス表面に隙間なく押し込むことにより圧縮応力層を形成することができる。

10

【0041】

次に、本発明にかかる溝付きガラス基板 2 の溝形成およびその基板を用いるマイクロ化学チップの製造方法について説明する。図 2 は本発明の溝付きガラス基板およびマイクロ化学チップの製造方法を説明する図である。カバープレートは所定形状に切断され、端面が面取りされたガラス板 6 の所定位置にドリルにより注入孔および排出孔となる貫通孔 3 をあけて作製される（図 3（a）の工程）。

20

【0042】

ベースプレート（溝付きガラス基板 2）となるガラス板 7（第 1 のガラス板と第 2 のガラス板の融着接合体）の表面にクロム膜と金膜の積層膜からなる金属マスキング膜 11 をスパッタリング薄膜形成法により被覆し、さらにフォトレジスト層 12 を塗布する。マスキングパターン 13 でマスキングされていない部分のフォトレジスト層を、紫外光を照射して変質、溶解、除去し、露出した金属マスキング膜を硝酸第二セリウムアンモニウム水溶液で除去する。露出したベースガラスの表面をフッ酸を含有する酸系のエッチング液でエッチングする。エッチングは、たとえば加温または室温の 49% フッ酸を用い、2 ~ 5 分間程度のエッチング時間で行うことができる。以上により溝がガラス表面に形成された溝付きガラス基板 2 が作製される（図 3（b））。

30

【0043】

溝付きガラス基板 2 と第 2 のガラス基板とを融着接合するには、一組のガラス基板を位置合わせして重ね、たとえば表面を平滑にしたアルミナ製基台上に載せ、ガラス基板の上に加重（重し）として表面を平滑にしたアルミナ製重し板を載せる。かくして接合面を外部から圧接した状態で電気炉中にいれ、所定の温度まで加熱して融着接合する。徐冷後ガラス基板接合体を取り出す。加熱温度はガラスの軟化点付近またはそれ以上の温度とする。複数組のガラス基板の間にアルミナ製加重体を介在させて、複数のガラス接合体を同時に融着接合してもよい。ベースプレートとカバープレートを融着により接合し、内部に注入孔、微小流路、排出孔が連通するマイクロ化学チップを得る（図 3（c）の工程）。

40

【0044】

マイクロ化学チップ 100 の微小流路 5 内に、貫通孔 3 から試料溶液を注入して、電気泳動法、光熱変換分光分析方法（熱レンズ分析法）、蛍光分析方法などの公知の分析方法により、微小流路中で液中の試料の定性分析、定量分析、混合、反応、抽出、分離等が行われる。

【0045】

次に本発明のマイクロ化学チップを用いて、光熱変換分光分析を実施する場合の利点について説明する。図 4 は、光熱変換分光分析システムの概略構成図である。光熱変換分光分析システムは、マイクロ化学チップ 100 の微小流路 5 内の液中試料に励起光と検出光を

50

照射する照射部 101 と、マイクロ化学チップの微小流路 5 を通過した検出光を受光する受光部 102 とからなる。

【0046】

照射部 101 は、試料液中に熱レンズを形成するための励起光を出力する励起光用光源 105 と、励起光用光源 105 が出力する励起光を変調する音響光学素子 107 と、音響光学素子 107 によるブラック回折によって回折された励起光を 0 次光と 1 次光に分離するプリズム 111 と、検出光を出力する検出光用光源 106 と、対物レンズ 130 と、プリズム 111 からの 1 次光及び検出光用光源 106 からの検出光を同軸に対物レンズ 130 を介してマイクロ化学チップ 100 の微小流路 5 に照射させるダイクロイックミラー 108 とからなる。

10

【0047】

受光部 102 は、マイクロ化学チップ 100 の微小流路 5 を通過した励起光を遮蔽し、検出光のみを選択的に濾波する波長フィルタ 403 と、濾破された検出光を検出する光電変換器 401 と、光電変換器 401 からの信号を音響光学変調器 107 と同期させるロックインアンプ 404 と、この信号をデータ解析するコンピュータ 405 とからなる。検出光の一部のみを選択的に透過させるため、マイクロ化学チップ 100 と光電変換器 401 間にピンホールが配置される。

【0048】

励起光用光源 105 から出射された励起光は、音響光学変調器 107、プリズム 111、ダイクロイックミラー 108 を介して対物レンズ 130 に入射する。一方、検出光用光源 106 から出射された検出光は、ダイクロイックミラー 108 を介して対物レンズ 130 に入射する。

20

【0049】

この対物レンズ 130 に入射した励起光及び検出光は、マイクロ化学チップ 100 が内蔵する微小流路 5 内を流れる試料に集光するようにマイクロ化学チップ 100 に垂直に入射する。

【0050】

照射された励起光により生成した試料中の熱レンズのなかを屈折し透過した検出光が、波長フィルタ 403 で選択的に透過した後、光電変換器 401 で電気信号に変換される。この電気信号に変換された検出光は、ロックインアンプ 404 で音響光学変調器 107 と同期し、コンピュータ 405 で解析されることで光熱変換分光分析が行われる。

30

【0051】

したがって、マイクロ化学チップ 100 の励起光および検出光が通過する微小流路 5 の入射側壁面および出射側壁面（溝付きガラス基板に形成された溝の底部）は、入射光の散乱が生じない程度に平滑であり、また微小流路の壁面で入射方向から屈折により変化しないことが重要である。

【0052】

マイクロ化学チップ 100 を図 4 の光熱変換分光分析システム内にセットするに際して、微小流路の幅方向の中央に励起光および検出光が入射するようにマイクロ化学チップをセットすることが重要である。すなわち、検出光の強度を再現性よく正確に測定するには、マイクロ化学チップの位置決め精度を高くすることが重要である。マイクロ化学チップの位置ずれにより、検出光の強度が影響を受けるからである。

40

【0053】

図 5 は、検出光の強度の微小流路の幅方向依存性を説明する図である。本発明のマイクロ化学チップの微小流路断面形状は底部が平坦化されているので、出射光の強度の微小流路の幅方向の位置に対する依存性は、図 5 (a) に示されるように、幅方向で台形あるいは矩形（強度分布が台形あるいは矩形に近似）をしており、光強度が略一定値（最高レベルの値）を有する幅方向の距離が長い。すなわち、マイクロ化学チップの光熱変換分光分析システム内のチップ台上のセット位置のバラツキ許容寸法が大きいことが分かる。これにより安定かつ再現性よく、検出光の強度を測定することができる。

50

【0054】

図6に、従来技術により形成される溝の断面形状を示す。溝付きガラス基板2の表面に形成される溝1の断面形状は、半円状の曲面21を有している。溝の側壁部および底部がともに曲面からなっている。これは等質媒体に対する化学エッチング（湿式エッチング）が等方的エッチングであるという固有の性質に依存するからである。

【0055】

図6で示される従来技術により作製されたマイクロ化学チップの微小流路の底面部は曲率を有しているので、出射光の強度の微小流路の幅方向の位置に対する依存性は、図5(b)に示されるように略放物線状の曲線で示され、光強度が流路幅方向の中央部の狭い部分でのみ一定の値が得られるにすぎない。すなわち、このようなマイクロ化学チップは、検出光の強度がマイクロ化学チップのセット位置に大きく影響を受け、位置決め精度を厳しく制御することが必要である。

10

以下に本発明を実施例と比較例により説明する。

【実施例1】

【0056】

溝付きガラス基板を構成する酸可溶性が相対的に小さい（エッチング速度が相対的に小さい）第2のガラス板として石英ガラス板を用いた。縦70mm横30mmの石英ガラス板（厚み1.1mm）を20枚アルミナ砥粒を用いてラッピング（研削）し、厚みを約0.75mmにした。ラッピング後のガラス板を研磨した。研磨は砥粒の平均粒度D50が0.8μmである酸化セリウムの遊離砥粒を水に懸濁させた研磨液とローデス社製研磨パッドLP66を用いて、厚みを0.71mm（取り代片面で20μm）になるまで研磨した。

20

【0057】

一方、溝付きガラス基板を構成する酸可溶性が相対的に大きい第1のガラス板として硼珪酸ガラス系のパイレックス（登録商標）ガラスを用いた。縦70mm横30mmのパイレックス（登録商標）ガラス板（厚み1.1mm）を20枚アルミナ砥粒を用いてラッピング（研削）し、厚みを約0.71mmにした。ラッピングしたガラス板を砥粒の平均粒度D50が0.8μmである遊離砥粒を水に懸濁させた研磨液とローデス社製研磨パッドLP66を用いて、両面研磨装置により厚みが0.70mmになるまで研磨した。

【0058】

研磨により平滑化した2枚のガラス板を重ね合わせて、表面を研磨したアルミナ焼結セラミックス基台に載せ、電気炉内でパイレックス（登録商標）ガラスの軟化点より高温かつ石英ガラスの軟化点より低い温度に加熱してガラス板を融着接合し、ガラス板貼り合わせ体を作製した。

30

【0059】

次にガラス板貼り合わせ体を洗浄して第1のガラス板の表面にクロム膜と金膜の積層膜をスパッタリング薄膜形成法で被覆し、所定形状にパターンニングしてマスク膜（開口幅10μm）とした。室温の49%フッ酸をエッチング液としてガラスの露出部分をエッチングし、第1のガラス板および第2のガラス板をエッチングし、深さ0.17mm、幅が約0.3mmの溝を湿式化学エッチングに溝を形成した。このガラスのフッ酸によるエッチング速度は10μm/分で、石英ガラスのフッ酸によるエッチング速度1.2μm/分の約8.3倍であった。溝の断面形状を走査型電子顕微鏡で観察したところ、底面が平坦である断面形状をしていた。

40

【実施例2】

【0060】

第1のガラス板は実施例1と同じようにして作製し、第2のガラス板は第1のガラス表面に圧縮歪み層を形成したものをを用いた。大きな圧縮歪み層をガラス表面に形成するために、より粗い砥粒をより大きな圧力でガラスの表面を加圧研磨した。用いた砥粒の平均粒度D50が1.4μmである酸化セリウムの遊離砥粒を水に懸濁させた研磨液とローデス社製研磨パッドLP66を用いて、研磨圧力100gf/cm²で両面研磨装置により厚みが0.71mm（取り代片面で20μm）になるまで研磨した。

50

【0061】

実施例1と同じようにしてガラス板貼り合わせ体を作製し、49%フッ酸液によるエッチングで第1のガラス板の表面に溝を形成し、溝付きガラス基板のサンプルを得た。この溝は深さが約0.10mm、幅が約0.2mmであった。この溝の断面形状を走査型電子顕微鏡で観察したところ、底面が平坦である断面形状をしていた。

【0062】

比較例

第1のガラス板のみからなる溝付きガラス基板を作製した。すなわち第1のガラス板の表面にフッ酸をエッチング液とするエッチングにより溝を形成した。形成した溝の断面形状は、図6に示すような半円形状の曲面で、(最大深さ) : (最大幅) は約1 : 2であった。

10

【0063】

上記の実施例1で組成が異なるガラス組成を用いる場合、二つのガラスのエッチング速度の差は5倍以上の差があるのが好ましく、さらに8倍以上の差があるのが一層好ましい。すなわち、第1のガラス板のフッ酸に対するエッチング速度が第2のガラス板のフッ酸に対するエッチング速度の5倍以上になるように、1組のガラス板を選ぶのが好ましい。

【0064】

第2のガラス板の表面およびその近傍に形成する圧縮応力層は、上記の実施例に示した研磨砥粒を用いるガラス表面の平滑化と同時に行う他に、鋭利な針状の硬質金属片あるいはダイヤモンド圧子を隙間なくガラス表面に押圧して形成することができる。圧縮応力層を形成する第2のガラス板の組成を第1のガラス板の組成と同じにすることにより、ガラス板の膨張係数が同じになるので接合体に反りが生じない利点が生じる。

20

【産業上の利用可能性】

【0065】

本発明の方法により、底部が平坦化された形状を有する溝を化学エッチング法により形成することができる。この溝付きガラス基板はマイクロ化学チップの製造に用いられる。

【図面の簡単な説明】

【0066】

【図1】図1は、本発明の溝付きガラス基板およびマイクロ化学チップを説明する図である。

30

【図2】図2は、本発明の溝付きガラス基板の断面模式図である。

【図3】図3は、本発明の溝付きガラス基板の製造方法を説明する図である。

【図4】図4は、光熱変換分光分析システムの概略構成図である。

【図5】図5は、検出光の強度の微小流路幅方向依存性を説明する図である。

【図6】図6は、従来技術の化学(湿式)エッチングにより得られる溝の断面形状を説明する図である。

【符号の説明】

【0067】

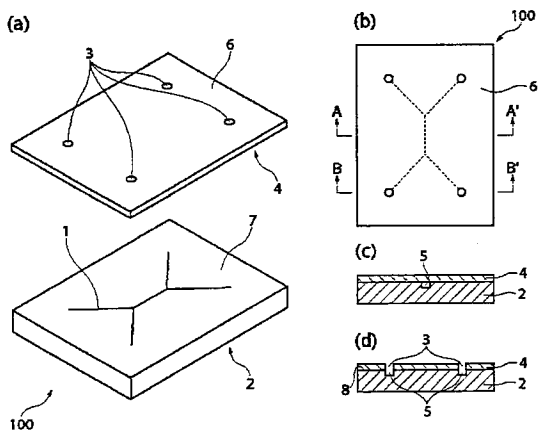
- 1 : 溝
- 2 : 溝付きガラス基板 (ベースプレート)
- 3 : 貫通孔 (注入孔、排出孔)
- 4 : 第2のガラス基板 (カバープレート)
- 5 : 微小流路
- 6、7 : ガラス板
- 8 : 貼り合わせ面 (接合面)
- 11 : クロムと金の積層膜
- 12 : フォトレジスト層
- 13 : マスキングパターン
- 20 : 酸可溶性が相対的に大きい第1のガラス板
- 21 : 溝側壁部

40

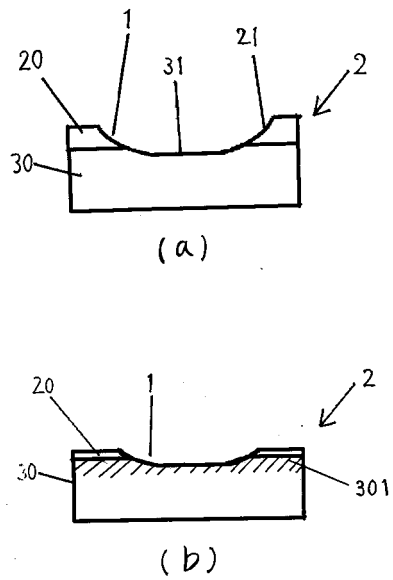
50

- 30 : 酸可溶性が相対的に小さい第2のガラス板
- 31 : 溝底部
- 100 : マイクロ化学チップ
- 101 : 照射部
- 102 : 受光部
- 301 : 圧縮応力層

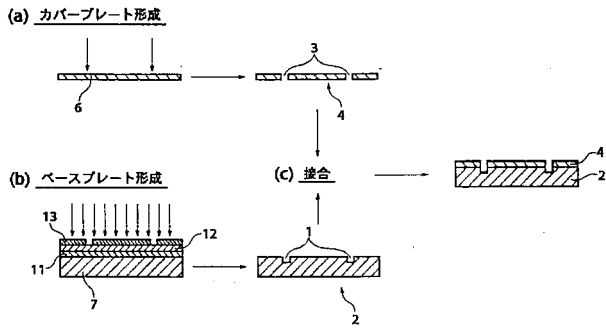
【図1】



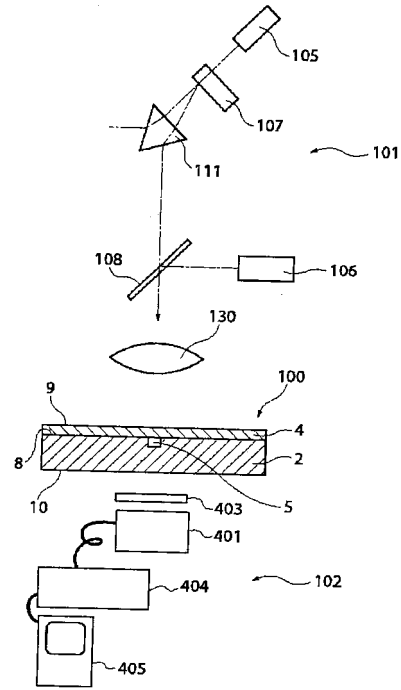
【図2】



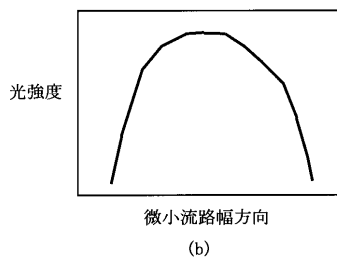
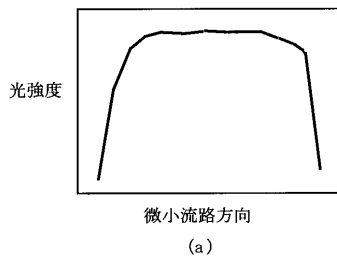
【 図 3 】



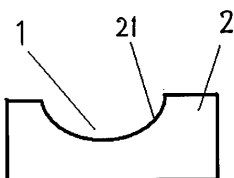
【 図 4 】



【 図 5 】



【 図 6 】



フロントページの続き

【要約の続き】

【選択図】 図2