

明 細 書

発明の名称：

ポリカーボネート樹脂組成物およびポリカーボネート樹脂組成物を用いた
蛍光検出分析基板

技術分野

[0001] 本発明は、蛍光検出分析基板用のポリカーボネート樹脂組成物、およびそれを用いた蛍光検出分析基板に関する。

背景技術

[0002] 従来から、標的生体分子であるDNAに蛍光物質を標識して、これにレーザー光等を照射し蛍光物質を励起させて、発生する蛍光を読み取って遺伝子を解析できることが知られている。この標識した蛍光物質の蛍光は非常に微弱である。このため、上記のような遺伝子解析に用いられる蛍光検出分析基板の基材としては、自家蛍光性の低いガラスやシリコンがよく用いられている。

[0003] また、蛍光検出分析基板の基材としては、上記自家蛍光性が低いことの他に、透明であること、加工性に優れること、耐薬品性に優れること、耐熱性に優れること、低コストで生産が可能であること等が求められている。蛍光検出分析基板の基材としてガラスを用いた場合には、加工性が必ずしも良好でないことや、生産コストが高い等の問題があり、シリコンを用いた場合には、エッチング技術、フォトリソグラフィー技術のため加工が容易になるが透明性が悪いという点で問題がある。

[0004] 蛍光検出用の基板（支持体）に使用するプラスチックとしては、検出感度の点からも一般的には透明であることが好まれ、例えば芳香族ポリカーボネート樹脂、ポリスチレン樹脂、飽和環状オレフィン系樹脂、アクリル樹脂などが検討されている。また上述した様な蛍光検出方式においては、基板に由来する蛍光（自家蛍光）が大きいと、検出時に基板のバックグラウンドが高くなり、S/N比の低下により検出精度が低下するので、蛍光検出分析基板

の材料としては、自家蛍光の小さい材料を使用することが重要となる。

[0005] 芳香族ポリカーボネート樹脂は、その優れた透明性、耐熱性、転写性などの特性を有することから、コンパクトディスクや液晶の導光板や光拡散板など様々な分野において使用されている。このため、芳香族ポリカーボネートを蛍光検出分析基板として使用する試みがなされている（例えば特許文献1参照）。

[0006] 一方で、芳香族ポリカーボネートは芳香環を有している為に、他の透明樹脂に比べて潜在的に自家蛍光が大きいという特徴がある。つまり、一般的に蛍光検出分析基板の材料としては、可視光領域波長（400nm～750nm）における自家蛍光の小さい（バックグラウンドの低い）ものが求められているのに対し、芳香族ポリカーボネート樹脂は、この可視光領域波長に自家蛍光を有している為にバックグラウンドが高くなり、使用に適していないという問題があった。

[0007] そこで蛍光検出分析基板として利用することが困難な芳香族ポリカーボネート樹脂以外の、他の樹脂を用いた検討がなされている。具体的には例えば、透明で比較的自家蛍光の小さい蛍光検出分析基板として、飽和環状オレフィン系樹脂からなる基板が提案されている（例えば特許文献2参照）。

[0008] また、脂環式ジカルボン酸と脂環式ジオールを主成分として含むポリエステルからなる蛍光検出分析基板も提案されている（例えば特許文献3参照）。なお、特許文献4については後述する。

[0009] 特許文献1：特開2002-14100号公報

特許文献2：特開2001-231556号公報

特許文献3：特開2005-179410公報

特許文献4：特許第4903518号

発明の開示

発明が解決しようとする課題

[0010] 通常、バイオチップはその取り扱われる過程において、高温で処理されることがあり、基板に使用する樹脂の耐熱性が求められる。例えば、蛍光検出

分析基板において、PCR (Polymerase chain reaction) 処理を行う場合には、95℃で処理される。またオートクレーブ滅菌を行う場合には、約120℃もの高温で処理される場合がある。

[0011] このため、上述の飽和環状オレフィン系樹脂や、脂環式ジカルボン酸と脂環式ジオールを主成分として含むポリエステル樹脂などでは、未だ満足できる耐熱性を有していないという問題があった。

[0012] そこで、耐熱性、および透明性の優れる芳香族ポリカーボネートを蛍光検出分析基板に応用するため、添加剤等により芳香族ポリカーボネートの自家蛍光強度を低下させる工夫をした分析基板も開発されている。例えば、特許文献4に記載されているものであり、芳香族ポリカーボネート樹脂に紫外線吸収剤やフェノール系安定剤を含有させ蛍光強度の低下を実現している。しかしながらこの方法では、紫外線吸収剤などにて吸収しきれなかった光で基板が励起され発光し、蛍光検出分析基板としての性能が満たされていなかった。

[0013] 先述の通り、芳香族ポリカーボネートは優れた透明性、耐熱性、転写性などの特性を有する反面、潜在的な自家蛍光が大きいという問題があり、有効な自家蛍光の低減方法は未だ見出されておらず、透明性、耐熱性、転写性などの特性に優れ、且つ自家蛍光の小さな、蛍光検出分析基板に適した材料の開発が切望されていた。

[0014] 本発明の目的は、上述したような実情に鑑みたものであり、自家蛍光が著しく低減され、且つ耐熱性、透明性に優れた、蛍光検出分析基板用の芳香族ポリカーボネート樹脂組成物、およびこれを溶融成形してなる蛍光検出分析基板を提供することにある。

課題を解決するための手段

[0015] そこで本発明者らは、芳香族ポリカーボネート樹脂の有する自家蛍光について、その由来構造の特定、発生・増加のメカニズムの点から鋭意検討した。その結果、芳香族ポリカーボネート樹脂の発する自家蛍光の原因が、成形加工などの過程において与える熱によって生じた種々の分岐構造であること

を見出し、その分岐構造の量（自家蛍光の量）は、使用する添加剤や、芳香族ポリカーボネート樹脂の種類に大きく影響されることを見出した。

本発明では、界面重合法により得られたポリカーボネート樹脂の粉粒体から微粉を取り除くことにより、詳細を後述する化合物の含有量を低く抑えることができ、その結果、ポリカーボネート樹脂選別粒体中の分岐構造の量を低減できることを見出した。この選別粒体を例えば射出成形することによって得られた透明成形体は、蛍光波長 310 nm 付近のポリカーボネート樹脂に特徴的な自家蛍光が強いものの、その自家蛍光発光の波長範囲は極めて狭く、400 nm～700 nm の可視光域における自家蛍光が著しく低いことを見出した。

[0016] 即ち、本発明は以下の通りである。

(I) 界面重合法にて合成されたポリカーボネート樹脂を含有し、波長 290 nm の光で励起した場合の蛍光発光において、波長 310 nm、400 nm、450 nm の蛍光発光強度をそれぞれ $F(310)$ 、 $F(400)$ 、 $F(450)$ とした時、下記式 (1) を満たすポリカーボネート樹脂組成物。

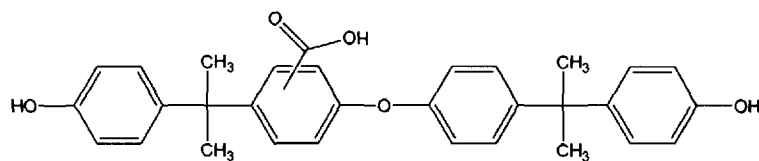
$$\left| \{F(310) - F(450)\} / \{F(400) - F(450)\} \right| \geq 40$$

式 (1)

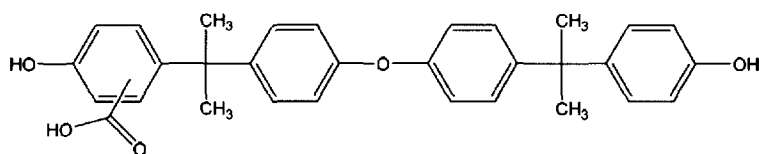
(II) 上記 (I) に記載の前記ポリカーボネート樹脂組成物を含むポリカーボネート樹脂製蛍光検出分析基板。

(III) 前記蛍光検出分析基板をアルカリ加水分解した後の分解物中の下記式 (A) で表される化合物および下記式 (B) の合計含有量が 5 重量 ppm 以下である、上記 (II) に記載のポリカーボネート樹脂製蛍光検出分析基板。

[化1]



式 (A)



式 (B)

(ⅠⅤ) 前記蛍光検出分析基板をアルカリ加水分解した後の分解物中の前記式 (A) および前記式 (B) で表される化合物の合計含有量が 3 重量 ppm 以下である、上記 (ⅠⅠⅠ) に記載のポリカーボネート樹脂製蛍光検出分析基板。

(Ⅴ) 界面重合法により得られたポリカーボネート樹脂が粉粒体であり、前記粉粒体の溶融成形工程により製造されたことを特徴とする、上記 (ⅠⅠ) から (ⅠⅤ) のいずれかに記載のポリカーボネート樹脂製蛍光検出分析基板。

(ⅤⅠ) 前記粉粒体から微粉を取り除く粒体選別工程により得られた、 $500\mu\text{m}$ 以上の粒径を有する粒体の含有量が 90 重量%以上である選別粒体を用いて製造された、上記 (Ⅴ) に記載のポリカーボネート樹脂製蛍光検出分析基板。

(ⅤⅠⅠ) 前記粒体選別工程において、風力を利用して前記粉粒体から得られた前記選別粒体を用いて製造された、上記 (ⅤⅠ) に記載のポリカーボネート樹脂製蛍光検出分析基板。

(ⅤⅠⅠⅠ) 送風手段を利用して浮遊させた前記微粉を除去して得られた前記選別粒体を用いて製造された、上記 (ⅤⅠ) または (ⅤⅠⅠ) に記載のポリカーボネート樹脂製蛍光検出分析基板。

(ⅠⅩ) 前記粒体選別工程において、ふるいを用いて前記粉粒体から得られた前記選別粒体を用いて製造された、上記 (ⅤⅠ) に記載のポリカーボネー

ト樹脂製蛍光検出分析基板。

(X) 前記粒体選別工程において、さらにふるいを用いて前記粉粒体から得られた前記選別粒体を用いて製造された、上記(VII)または(VIII)に記載のポリカーボネート樹脂製蛍光検出分析基板。

(XI) 前記ふるいを振動させている状態で前記微粉を除去して得られた前記選別粒体を用いて製造された、上記(IX)または(X)に記載のポリカーボネート樹脂製蛍光検出分析基板。

(XII) 溶液YI値が1.30以下である前記選別粒体を用いて製造された、上記(IX)から(XI)のいずれかに記載のポリカーボネート樹脂製蛍光検出分析基板。

(XIII) 溶融成形前に乾燥させて含水率を200ppm以下とした前記ポリカーボネート粉粒体により製造された、上記(V)から(XII)のいずれかに記載のポリカーボネート樹脂製蛍光検出分析基板。

(XIV) 前記溶融成形工程において、不活性ガスの添加および／または減圧により酸素濃度を10000ppm以下とした雰囲気下で前記選別粒体を溶融成形して製造された、上記(V)から(XIII)のいずれかに記載のポリカーボネート樹脂製蛍光検出分析基板。

(XV) 前記溶融成形工程が射出成形工程である、上記(V)から(XIV)のいずれかに記載のポリカーボネート樹脂製蛍光検出分析基板。

発明の効果

[0017] 可視光の波長領域において蛍光を持つという致命的欠陥のため、従来、蛍光検出分析基板用樹脂として使用することが避けられていた芳香族ポリカーボネート樹脂の可視光域の自家蛍光を、本発明によって著しく低減することができる。このため、本発明によれば、自家蛍光が少なく、バックグラウンドの低い、しかも耐熱性、透明性に優れた蛍光検出分析基板用の芳香族ポリカーボネート樹脂組成物および蛍光検出分析基板を提供することができる。

[0018] 本発明の蛍光検出分析基板用の芳香族ポリカーボネート樹脂組成物、および蛍光検出分析基板は、生化学、医療診断、創薬、微生物検査、食品、環境

、ヘルスケアなどの分野における、蛍光検出分析基板（DNAマイクロアレイ）、タンパク質チップ（プロテインチップ、プロテインアレイ）、酵素チップ、抗原チップ、抗体チップ、細胞チップ、微生物チップなどのバイオチップ、およびナノテクノロジーを応用した微細加工技術により流路、反応場、検出部などを小型集積化した、Lab-on-a-chipやMEMS（Micro Electro Mechanical Systems）などを利用した反応チップなどの用途に広く利用することができる。

発明を実施するための最良の形態

[0019] 本発明において、界面重合法により得られたポリカーボネート樹脂の粉粒体から、微粉を取り除いた選別粒体を得て（粒体選別工程）、選別粒体を射出成形して射出成形品を製造する（射出成形工程）ことなどにより、前記射出成形品などの成形品においては可視光領域の波長における自家蛍光が非常に小さいものになる。また、アルカリ加水分解した後の分解物中の上記式（A）および（B）で表される化合物の合計含有量が5重量ppm以下である、ポリカーボネート樹脂の射出成形品を製造することができる。

図面の簡単な説明

[0020] [図1] 蛍光スペクトル測定の概略を示す図である。
[図2] 溶液YI値の測定方法の概略を示す図である。
[図3] 射出成形品の製造に用いられる射出成形機を示す図である。
[図4] 射出成形時に使用する金型の概略を示す図である。
[図5] ポリカーボネート樹脂製成形品の蛍光スペクトルである。

発明を実施するための形態

[0021] 1. ポリカーボネート樹脂の粉粒体

本発明におけるポリカーボネート樹脂の粉粒体は、界面重合法により生成される。

具体的には、ポリカーボネート樹脂は、芳香族ジヒドロキシ化合物又はこれと少量のポリヒドロキシ化合物と、一般にホスゲンとして知られている塩化カルボニル、又は、ジメチルカーボネートやジフェニルカーボネートに代

表される炭酸ジエステル、一酸化炭素や二酸化炭素と云ったカルボニル系化合物とを、反応させることによって得られる。本発明におけるポリカーボネート樹脂は、直鎖状、又は本発明の効果が失われない範囲で分岐していても良い熱可塑性芳香族ポリカーボネートの重合体、又は共重合体である。

[0022] 原料の芳香族ジヒドロキシ化合物としては、例えば、2, 2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)プロパン [=ビスフェノールA]、2, 2-ビス(4-ヒドロキシ-3, 5-ジメチルフェニル)プロパン、2, 2-ビス(4-ヒドロキシ-3, 5-ジエチルフェニル)プロパン、2, 2-ビス(4-ヒドロキシ-(3, 5-ジフェニル)フェニル)プロパン、2, 2-ビス(4-ヒドロキシ-3, 5-ジブromoフェニル)プロパン、2, 2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)ペンタン、2, 4'-ジヒドロキシジフェニルメタン、ビス-(4-ヒドロキシフェニル)メタン、ビス-(4-ヒドロキシ-5-ニトロフェニル)メタン、1, 1-ビス(4-ヒドロキシフェニル)エタン、3, 3-ビス(4-ヒドロキシフェニル)ペンタン、1, 1-ビス(4-ヒドロキシフェニル)シクロヘキサン、ビス(4-ヒドロキシフェニル)スルホン、2, 4'-ジヒドロキシジフェニルスルホン、ビス(4-ヒドロキシフェニル)スルフィド、4, 4'-ジヒドロキシジフェニルエーテル、4, 4'-ジヒドロキシ-3, 3'-ジクロロジフェニルエーテル、4, 4'-ジヒドロキシ-2, 5-ジエトキシジフェニルエーテル、1-フェニル-1, 1-ビス(4-ヒドロキシフェニル)エタン、1, 1-ビス(4-ヒドロキシ-3-メチルフェニル)シクロヘキサン、1-フェニル-1, 1-ビス(4-ヒドロキシ-3-メチルフェニル)エタン等を挙げることができるが、好ましくは、ビス(4-ヒドロキシフェニル)アルカン類であり、特に好ましくは、2, 2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)プロパン [ビスフェノールAと呼ばれる] である。これらの芳香族ジヒドロキシ化合物は、単独で、又は、2種以上を混合して使用することができる。

[0023] 界面重合法による反応においては、反応に不活性な有機溶媒、アルカリ水

溶液の存在下で、通常 pH を 10 以上に保ち、芳香族ジヒドロキシ化合物及び分子量調整剤（末端停止剤）、必要に応じて芳香族ジヒドロキシ化合物の酸化防止のための酸化防止剤等を用いる。そして芳香族ジヒドロキシ化合物等をホスゲンと反応させた後、第三級アミン若しくは第四級アンモニウム塩等の重合触媒を添加し、界面重合を行うことによってポリカーボネート樹脂が生成される。分子量調整剤の添加のタイミングは、ホスゲン化時から重合反応開始時までの間であれば、特に限定されない。尚、反応温度は例えば 0 ～ 35℃ であり、反応時間は例えば数分～数時間である。

[0024] 反応に不活性な有機溶媒としては、ジクロロメタン、1, 2-ジクロロエタン、クロロホルム、モノクロロベンゼン、ジクロロベンゼン等の塩素化炭化水素類、ベンゼン、トルエン、キシレン等の芳香族炭化水素等を挙げることができる。分子量調整剤あるいは末端停止剤として、一価のフェノール性水酸基を有する化合物を挙げることができ、具体的には、*m*-メチルフェノール、*p*-メチルフェノール、*m*-プロピルフェノール、*p*-プロピルフェノール、*p*-tert-ブチルフェノール、*p*-長鎖アルキル置換フェノール等を挙げることができる。重合触媒として、トリメチルアミン、トリエチルアミン、トリブチルアミン、トリプロピルアミン、トリヘキシルアミン、ピリジン等の第三級アミン類；トリメチルベンジルアンモニウムクロライド、テトラメチルアンモニウムクロライド、トリエチルベンジルアンモニウムクロライド等の第四級アンモニウム塩等を挙げることができる。

[0025] ポリカーボネート樹脂の粉粒体（フレーク）は、例えば、以下の方法により生成される。界面重合法により得られたポリカーボネート樹脂を含むジクロロメタン溶液を、約 45℃ に保った温水に滴下し、溶媒を蒸発除去することにより生成される。あるいは、界面重合法によるポリカーボネート樹脂を含むジクロロメタン溶液をメタノール中に投入し、析出したポリマーを濾過、乾燥させることにより生成される。又、界面重合法によるポリカーボネート樹脂を含むジクロロメタン溶液をニーダーにて攪拌下、約 40℃ に保ちながら攪拌粉碎後、95℃ 以上の熱水で脱溶剤することによっても、ポリカー

ボネート樹脂のフレークを生成することができる。

[0026] こうして生成されたポリカーボネート樹脂の粉粒体は、例えば、平均粒径 $50 \sim 300 \mu\text{m}$ 、 $300 \sim 500 \mu\text{m}$ 、 $500 \sim 700 \mu\text{m}$ 、 $700 \sim 900 \mu\text{m}$ 程度であり、例えば $600 \mu\text{m}$ 、 $800 \mu\text{m}$ 等である。粉粒体の粒度分布は、 $50 \sim 1500 \mu\text{m}$ 、 $100 \sim 1500 \mu\text{m}$ 、 $200 \sim 1500 \mu\text{m}$ 、 $300 \sim 1500 \mu\text{m}$ 等である。

[0027] 2. 粉体選別工程

本発明では、粒体選別工程において、ポリカーボネート樹脂の粉粒体から、微粉、すなわち、粉粒体に含まれる他の粒体よりも粒径の小さい微粉を除去して選別粒体を得る。選別粒体は、所定の基準粒径以上の粒径を有する粒体を所定の基準含有量以上含有しており、例えば、 $200 \mu\text{m}$ 以上の粒径を有する粒体を 90 重量%以上含有する。選別粒体の基準粒径と基準含有量は、使用する粉粒体の粒径分布、および色相等に応じて適宜選択される。例えば、基準粒径は、 $100 \mu\text{m}$ 、 $200 \mu\text{m}$ 、 $500 \mu\text{m}$ 、 $1000 \mu\text{m}$ 等であり、基準含有量は、80 重量%、90 重量%、95 重量%、97 重量%等である。

[0028] 本発明の粒体選別工程においては、所定の大きさの目開きを有するふるい、あるいは送風手段を利用する風力選別機等が使用できる。また、ふるいと風力選別機等を併用しても良い。

[0029] 1) ふるい

所定の大きさの目開きを有するふるいにより粉粒体をふるい、微粉を除去することができる。このようなふるいとして、例えば、金属網または樹脂網の JIS 標準ふるい (JIS Z 8801-1) などが使用できる。ただし、JIS 規格に準じないふるいを使用しても良い。また、ふるい (網) を備えた分級装置を利用しても良い。この場合、ふるいを振動させること等により、粉粒体から効率的に微粉を除去することができる。

[0030] 2) 風力選別機

送風機能を有する風力選別機を用いて、送風により粉粒体を浮遊させた状

態で、微粉を除去しても良い。風力選別機では、例えば、筒の下方に設置した送風機（送風手段）により筒内に上方に向かう風を発生させつつ、粉粒体を浮遊させる。このとき、微粉は風力により飛ばされて筒を通過し、筒に連結された拡散室に達するのに対し、微粉よりも粒径が大きく重い粉体は、一時的に浮遊したとしても重力により筒内を落下する。この結果、微粉と、より粒径の大きい選別粒体とを分離し、選別粒体を得ることができる。

また、風力選別機の構造はこれに限られない。例えば、機内の上方に設置した排風機により系内を減圧させ、微粉を減圧系内に移動させつつ、選別粒体を落下させても良い。また、拡散室を有する送風路に粉粒体を供給し、微粉を浮遊させて拡散室に送るとともに、選別粒体を、粉粒体の供給口付近で落下させても良い。なお、部分的に自然風を活用しても良い。

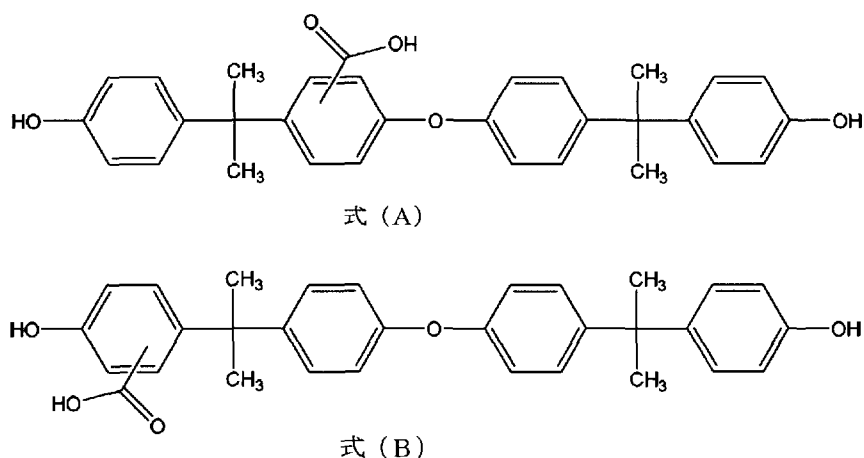
[0031] 本願明細書において、選別粒体の粒径は、JIS Z 8801-1の公称目開き（mm）の値に基づいて決められる。例えば、公称目開きが $200\mu\text{m}$ であるふるいを通過しない粒体を、 $200\mu\text{m}$ 以上の粒径を有する粒体と定める。なお、JIS規格に準じないふるいや風力選別機を使用して選別粒体を得た場合等においては、その後さらに選別粒体を上記JIS規格に準じたふるいにかけることにより、上述の基準粒径および基準含有量を把握することができる。

[0032] 3. 選別粒体

本発明では、選別粒体をアルカリ加水分解した後の分解物中の下記式（A）で表される化合物（以下、「化合物A」と呼ぶ）および下記式（B）で表される化合物（以下、「化合物B」と呼ぶ）の含有量が、それぞれ5ppm以下、好ましくは3重量ppm以下、より好ましくは2重量ppm以下、特に好ましくは1重量ppm以下である。また、選別粒体のアルカリ加水分解物中の化合物Aおよび化合物Bの含有量が、いずれも5重量ppm以下であること、または、化合物Aおよび化合物Bの合計含有量が5重量ppm以下であることがより好ましい。さらにこれらの含有量の値も、好ましくは3重量ppm以下、より好ましくは2重量ppm以下、特に好ましくは1重量p

p m以下である。本発明では、ポリカーボネート樹脂の粉粒体から微粉を取り除くことにより、粉粒体（選別流体）における化合物AおよびBの含有量を低く抑えることができ、その結果、より透明性に優れた基板を製造することができる。なお、粉粒体（選別粒体）をアルカリ加水分解した後の分解物における化合物AおよびBの含有量（濃度）の測定方法は、以下の通りである。

[化2]



[0033] 粉粒体（選別粒体）のアルカリ加水分解後の分解物における化合物AおよびBの含有量（濃度）は、以下のように、LC-MS/MSを用いて測定する。まず、0.1 gの粉粒体のサンプルをジクロロメタン10 mlに溶解させる。このジクロロメタン溶液に、28%ナトリウムメトキシドのメタノール溶液1.8 ml、メタノール8 ml、および水2.6 mlを加え、1時間攪拌する。この溶液に、1 N塩酸水溶液を12 ml加えて10分間攪拌し、系内を酸性化した後に静置する。その後、水層と分離したジクロロメタンの有機層を10 mlに定容し、ジクロロメタン溶液を2 ml採取する。このジクロロメタン溶液を窒素気流下で乾固させ、得られた試料を、内部標準溶液としてのメトキシサリチル酸10 mg/lのアセトニトリル溶液2 mlに溶解させ、LC-MS/MS測定試料とする。この測定試料に対するLC-MS/MS測定により、粉粒体（選別粒体）のアルカリ加水分解物における化合物AおよびBの含有量を算出する。

[0034] ポリカーボネート樹脂の粉粒体のアルカリ加水分解物中の化合物 A および B の含有量は、粉粒体の色相と密接な関係にある。すなわち、化合物 A および B の含有量が少ない粉粒体は、無色に近く色相に優れているのに対し、化合物 A または B の含有量が多い粉粒体は、黄色、あるいは琥珀色に着色されていて、色相に劣る傾向にある。本発明では、上述のように粉粒体から微粉を除いて得られる選別粒体を用いることにより色相が良好なペレットが製造されるのであり、選別粒体のアルカリ加水分解物中の化合物 A および B の含有量は、それぞれ 5 重量 ppm 以下に抑えられる。

[0035] そして本発明においては、選別粒体の溶液 Y I 値が、1.30 以下、より好ましくは 1.20 以下、特に好ましくは 1.00 以下であることが、より無色に近い色相の良好な成形品を製造する観点で好ましい。

[0036] 4. 溶融成形工程（射出成形工程）

本発明では、例えば射出成形工程などの溶融成形工程において、上記の選別粒体を成形する。射出成形工程においては、選別粒体を射出成形し、ポリカーボネート樹脂の射出成形品を製造する。

[0037] 4-1. 溶融（射出）成形品の成分

射出成形工程などの溶融成形工程においては、ポリカーボネート樹脂の選別粒体の他にも、以下の成分を加えることができる。例えば、酸化防止剤、リン系、硫黄系の熱安定剤、ベンゾトリアゾール系、トリアジン系の紫外線吸収剤、カルボン酸エステル、ポリシロキサン化合物、パラフィンワックス（ポリオレフィン系）、ポリカプロラクトン等の離型剤、または光安定剤等の添加剤などが挙げられる。

[0038] 酸化防止剤としては有機イオウ化合物、ホスファイト等の有機リン化合物を挙げることができる。

[0039] 熱安定剤として、分子中の少なくとも 1 つのエステルがフェノール及び／又は炭素数 1～25 のアルキル基を少なくとも 1 つ有するフェノールでエステル化された亜リン酸エステル化合物（a）、亜リン酸（b）及びテトラキス（2,4-ジ-tert-ブチルフェニル）-4,4'-ビフェニレン-

ジーホスホナイト (c) の群から選ばれた少なくとも 1 種を挙げることができる。亜リン酸エステル化合物 (a) の具体例として、トリオクチルホスファイト、トリデシルホスファイト、トリフェニルホスファイト、トリスノニルフェニルホスファイト、トリス (オクチルフェニル) ホスファイト、トリス (2, 4-ジ-tert-ブチルフェニル) ホスファイト、トリデシルホスファイト、ジデシルモノフェニルホスファイト、ジオクチルモノフェニルホスファイト、ジイソプロピルモノフェニルホスファイト、モノブチルジフェニルホスファイト、モノデシルジフェニルホスファイト、モノオクチルジフェニルホスファイト、ジステアシルペンタエリスリトールジホスファイト、ジフェニルペンタエリスリトールジホスファイト、ビス (2, 6-ジ-tert-ブチル-4-メチルフェニル) ペンタエリスリトールジホスファイト、2, 2-メチレンビス (4, 6-ジ-tert-ブチルフェニル) オクチルホスファイト、ビス (ノニルフェニル) ペンタエリスリトールジホスファイト、ビス (2, 4-ジ-tert-ブチルフェニル) ペンタエリスリトールジホスファイト、ビス (2, 6-ジ-tert-ブチル-4-エチルフェニル) ペンタエリスリトールジホスファイト等を挙げることができる。これらは、単独で使用してもよいし、2 種以上を混合して使用してもよい。

[0040] 離型剤として、脂肪族カルボン酸、脂肪族カルボン酸とアルコールとのエステル、数平均分子量 200~15000 の脂肪族炭化水素化合物、ポリシロキサン系シリコンオイルの群から選ばれる少なくとも 1 種の化合物を挙げることができる。脂肪族カルボン酸としては、飽和又は不飽和の脂肪族 1 価、2 価又は 3 価カルボン酸を挙げることができる。ここで、脂肪族カルボン酸とは、脂環式のカルボン酸も包含する。これらの中でも、好ましい脂肪族カルボン酸は、炭素数 6~36 の 1 価又は 2 価カルボン酸であり、炭素数 6~36 の脂肪族飽和 1 価カルボン酸が更に好ましい。脂肪族カルボン酸の具体例として、パルミチン酸、ステアリン酸、カプロン酸、カプリン酸、ラウリン酸、アラキン酸、ベヘン酸、リグノセリン酸、セロチン酸、メリシン酸、テトラリアコンタン酸、モ

ンタン酸、アジピン酸、アゼライン酸等を挙げることができる。脂肪族カルボン酸とアルコールとのエステルにおける脂肪族カルボン酸として、前記脂肪族カルボン酸と同じものが使用できる。一方、アルコールとして、飽和又は不飽和の1価又は多価アルコールを挙げることができる。これらのアルコールは、フッ素原子、アリール基等の置換基を有していてもよい。これらの中では、炭素数30以下の1価又は多価の飽和アルコールが好ましく、炭素数30以下の脂肪族飽和1価アルコール又は多価アルコールが更に好ましい。ここで、脂肪族には脂環式化合物も包含される。アルコールの具体例として、オクタノール、デカノール、ドデカノール、ステアリルアルコール、ベヘニルアルコール、エチレングリコール、ジエチレングリコール、ポリプロピレングリコール、グリセリン、ペンタエリスリトール、2,2-ジヒドロキシペルフルオロプロパノール、ネオペンチレングリコール、ジトリメチロールプロパン、ジペンタエリスリトール等を挙げることができる。尚、上記のエステル化合物は、不純物として脂肪族カルボン酸及び／又はアルコールを含有していてもよく、複数の化合物の混合物であってもよい。脂肪族カルボン酸とアルコールとのエステルの具体例として、蜜ロウ（ミリシルパルミテートを主成分とする混合物）、ステアリン酸ステアリル、ベヘン酸ベヘニル、ベヘン酸ステアリル、グリセリンモノパルミテート、グリセリンモノステアレート、グリセリンジステアレート、グリセリントリスステアレート、ペンタエリスリトールモノパルミテート、ペンタエリスリトールモノステアレート、ペンタエリスリトールジステアレート、ペンタエリスリトールトリステアレート、ペンタエリスリトールテトラステアレート等を挙げることができる。数平均分子量200～15000の脂肪族炭化水素として、流動パラフィン、パラフィンワックス、マイクロワックス、ポリエチレンワックス、フィッシュアトロプシュワックス、炭素数3～12の α -オレフィンオリゴマー等を挙げることができる。ここで、脂肪族炭化水素には脂環式炭化水素も含まれる。また、これらの炭化水素化合物は部分酸化されていてもよい。これらの中では、パラフィンワックス、ポリエチレンワックス又はポリエチ

レンワックスの部分酸化物が好ましく、パラフィンワックス、ポリエチレンワックスが更に好ましい。数平均分子量は、好ましくは200～5000である。これらの脂肪族炭化水素は単一物質であっても、構成成分や分子量が様々なものの混合物であってもよく、主成分が上記の範囲内であればよい。ポリシロキサン系シリコンオイルとして、例えば、ジメチルシリコンオイル、フェニルメチルシリコンオイル、ジフェニルシリコンオイル、フッ素化アルキルシリコン等を挙げることができる。これらの2種類以上を併用してもよい。

[0041] これらの添加剤を、タンブラー、ミキサー等により必要とされる全量を直接混合してポリカーボネート樹脂の選別粒体に加えてもよく、全ての種類の添加剤から成るマスターバッチを形成し、射出成形品などの溶融成形品の製造に使用してもよい。また、一部の種類の添加剤について必要な全量を互いに混合し、他の添加剤についてはマスターバッチを形成してもよい。

[0042] また、選別粒体を射出成形などの溶融成形に用いる前に、乾燥により含水率を低下させておくことが好ましい。具体的には、選別粒体を乾燥させて、選別粒体中の含水率を好ましくは300重量ppm以下、より好ましくは200重量ppm以下に抑制する。選別粒体中の含水率を抑制することにより、その後の選別粒体の射出成形時の発泡などの成形不良が防止される。

[0043] 4-2. 射出成形工程以外の溶融成形工程

詳細を後述する基板の溶融成形方法としては、特に制限は無く、従来公知の任意の樹脂成形方法を用いればよい。具体的には、例えば、射出成形、射出圧縮成形、圧縮成形、押出成形、ホットエンボス（ナノインプリント）成形など一般的な成形方法を採用することができる。特に、生産性、形状の自由度の観点から射出成形、射出圧縮成形が好ましい。また、射出成形時にシリンダー内に超臨界流体を樹脂と共に導入することにより、樹脂の流動性を上げ、微細な形状（溝や穴）の転写性を上げることもできる。

なお、溶融成形工程においては、不活性ガスの添加および／または減圧により、系内の酸素濃度を10000ppm以下、好ましくは5000ppm

以下、より好ましくは2000 ppm以下とした雰囲気下で選別粒体を溶融成形する⇒追記しましたのでご確認ください。

[0044] 5. 蛍光検出分析基板

次に、本発明における蛍光検出分析基板について説明する。蛍光検出分析基板とは、蛍光をシグナルとして検出するデバイス（分析機器、顕微鏡）に使用され、材料の自家蛍光が小さいことが要求されることを特徴とする部材の総称である。特に生化学、医療診断（臨床検査）、創薬、微生物検査、食品、環境、ヘルスケアなどの分野において、分析対象となる生体物質や化学化合物を高精度かつ効率的に操作、分析する為のデバイス基板を指す。具体的には例えば、バイオチップ、反応チップ等が挙げられる。

[0045] 蛍光検出分析基板の形状は特に限定されるものではなく、基板状（スライドガラス状、カード状、ディスク状等）、繊維状、球状、チューブ状、フィルム状、（マイクロ）ウェル状などが挙げられる。また検出光が直接当たる部材でも、その周辺の部材でもよい。

[0046] バイオチップとは、基板（支持体）に、分析対象の生体物質、化合物などを固定化し、この固定化物（プローブ）同士またはそれ以外の化合物（ターゲット）とを接触させ、生じた特異的な相互作用を検出し、主に生体分子の機能解析、操作の集積化、センシングなどに利用されるデバイスの総称である。またここで「相互作用」とは、化学反応によりイオン結合や共有結合による化学構造が変化する場合のみではなく、水素結合、配位結合、ファンデルワールス力、化学吸着、物理吸着などのその他の様式により他の物質と結合した状況を作り得る作用をも意味する。

[0047] 上述の生体物質としては、具体的には例えばDNA断片、合成ヌクレオチド、タンパク質、酵素、抗原、抗体、エピトープ、糖鎖、糖タンパク質、糖脂質、細胞等が挙げられる。本発明の蛍光検出分析基板は、DNAの抽出・精製・増幅・回収・解析などに利用される蛍光検出分析基板（DNAマイクロアレイ）や、タンパク質の精製・結晶化・発現・解析・条件探索などに利用されるタンパク質チップ（プロテインアレイ）、抗体チップ、糖鎖補足・

糖鎖－タンパク質の相互作用を分析するために利用される糖鎖チップ、細胞分離・解析に利用される細胞チップ等のバイオチップ類を含む。

[0048] 本発明における蛍光検出分析基板には、本発明の効果を損なわない範囲で、その基板表面に、表面修飾や表面処理などを施してもよい。表面修飾の方法としては、種々の方法が用いられるが、具体的には、例えば、アルデヒド基を導入することで、生理活性物質が基板上で共有結合し、より強固に固定されるので該基を導入することが好ましい。

[0049] アルデヒド基導入手段としては、アミノ基導入の後に多官能性アルデヒドを反応させる方法が好ましい。アミノ基の導入手段としては、アミノ基含有シランカップリング剤による処理、窒素雰囲気下でのプラズマ処理、アミノ基含有高分子物質のコーティングなどが挙げられるが、処理の簡便性、均一性の観点から、アミノ基含有シランカップリング剤による処理が好ましい。

[0050] 多官能性アルデヒドとして好ましいものとしては、例えばグルタルアルデヒドが挙げられる。表面処理の方法としては、種々の方法が用いられるが、例えばカチオン性ポリマーや、ポリ－レーリジン、ポリエチレングリコール（誘導体）、ホスファチジルコリン基含有ポリマー等により処理する方法が挙げられる。

実施例

[0051] 以下に実施例を示し、本発明をさらに具体的に説明するが、本発明はその要旨を超えない限り、以下の実施例に限定されるものではない。

[0052] 本実施例では、まず、共通するポリカーボネート樹脂（三菱エンジニアリングプラスチックス株式会社製のH-4000F：芳香族ポリカーボネート樹脂）の粉粒体（粒度分布50～1200 μ m、平均粒径800 μ m、溶液 η 値1.33）から、微粉を除去した下記表1の選別粒体の各サンプルについて射出成形し、成形品について、蛍光スペクトル、および化合物AおよびBの合計濃度を測定した。

[表1]

	サンプル1	サンプル2	比較サンプル1
選別手段	目開き500 μ mのふるい	分級装置	選別せず
除去した微粉体	500 μ m未満を除去	500 μ m未満を除去	除去せず
残留微粉量	ND	3~5 重量%	—
粒体の溶液YI値	1.10	1.12	1.33
粉体中の化合物A およびBの合計濃度	ND	ND	4.0重量 ppm

[0053] サンプル1の選別粒体は、上記樹脂の粉粒体から、目開き500 μ mのふるいを用いて粒径が500 μ m未満の微粉を除去することにより得られた。一方、サンプル2の選別粒体は、粉粒体の自動的な選別が可能である分級装置（フロイント・ターボ株式会社製：ターボスクリーナー）を用いて、上記樹脂の粉粒体から微粉を除去することにより得られた。

[0054] 分級装置により、以下のようにサンプル2の選別粒体を選別した。まず、分級装置内に設けられた500メッシュの目開きの合成繊維製の円筒形をした網内のブレードを高速回転させた。この状態で、吸引装置（送風手段）で空気を吸引させることにより、円筒形の網の端部開口から円筒の内側に空気とともに粉粒体を供給し、網に微振動を発生させた。この結果、粒径の小さい粉体の多くは、比較的速やかに円筒形の網の側面を通過して落下したのに対し、網を通過しない選別粒体および若干量の小さい粉体は、粉粒体の供給された開口とは反対側の端部まで移動し、開口から落下した。

[0055] このような分級装置を用いることにより、サンプル2の選別粒体においては、粒径の小さい粉体がわずかに含まれた。すなわち、サンプル1においては、使用した各ふるいの目開きの大きさと等しい粒径以下の微粉が含まれていないのに対し、サンプル2の選別粒体では、粒径500 μ m未満の粒体が、選別粒体全重量を基準として3~5重量%ほど含まれていた。このように、分級装置を用いることにより、粒径の小さい粉粒体が選別粒体に若干量含まれるものの、遠心力の利用により大量の粉粒体を速やかに選別することが

できる。なお、比較サンプル１は、未選別の上記樹脂の粉粒体そのものである。

[0056] 次に、上述のサンプル１の選別粒体を用いて、射出成形品を製造した。この射出成形品の製造のために、図３に示す射出成形機１００を用いた。射出成形機１００は、先端に樹脂導出部１１を備えた成形用シリンダー１０、成形用シリンダー１０に内蔵されたスクリー１５、成形用シリンダー１０に取り付けられ、成形用シリンダー１０内に原料の選別粒体１を供給するためのホッパー２０、及び、スクリー１５の後端部１６に取り付けられたスクリー駆動装置１８等を有する。成形用シリンダー１０に配設されたスクリー１５は、選別粒体１を可塑化、溶融すると同時に、プランジャとしても機能するインラインスクリーである。成形用シリンダー１０の外周には図示しないヒータが取り付けられており、成形用シリンダー１０とスクリー１５との間の空隙１７に存在する選別粒体１を可塑化、溶融することができる。選別粒体１および後述の添加剤（図示せず）を、樹脂貯蔵部から配管（図示せず）及び搬入部２１を介してホッパー２０内に気流搬入した。使用した選別粒体１および添加剤の組成は以下の通りである。

選別粒体１（上述のサンプル２・ポリカーボネート樹脂ユーピロンＨ－４０００Ｆ（三菱エンジニアリングプラスチックス製）：９９．９２重量部

アデカスタブＰＥＰ３６（ビス（２，６－ジ－*tert*－ブチル－４－エチルフェニル）ペンタエリスリトールジホスファイト・アデカ製）：０．０５重量部

リケマールＳ１００Ａ（グリセリンモノステアレート・理研ビタミン製）：０．０３重量部

[0057] ホッパー２０に設けられた排気部２２の下流に、ブロアー（図示せず）が配設され、ブロアーの作動によってホッパー２０内を負圧とし、原料ポリカーボネート樹脂貯蔵部から配管及び搬入部２１を介してホッパー２０内にフレーク状の選別粒体１を気流搬入した。但し、樹脂貯蔵部からホッパー２０への選別粒体１の搬入方式は、任意の方式とすることができる。

[0058] ホッパー 20 から成形用シリンダー 10 に搬入された選別粒体 1 が、成形用シリンダー 10、スクリー 15 によって加熱、可塑化、溶融、搬送された。バレル（成形用シリンダー）10 の設定溶融温度は、240℃であった。スクリー駆動装置 18 の作動によってスクリー 15 を回転させつつ前方に押し出し、成形用シリンダー 10 内の溶融した添加剤を含む選別粒体 1' に圧力を加えて、溶融した選別粒体 1' を、樹脂導出部 11 から金型組立体 50 の溶融樹脂射出部 54（図 4 参照）に向けて射出した。溶融選別粒体 1' は、金型組立体 50 において、溶融樹脂射出部 54 を介して第 1 金型部 51 と第 2 金型部 52 の間に設けられたキャビティ 53 に流入した。なお溶融選別粒体 1' は、ホッパー 20 が取り付けられた成形用シリンダー 10 の部位から樹脂導出部 11 までの成形用シリンダー 10 とスクリー 15 との間の空隙 17 内に充填されたが、図 3 においては、その内の一部分のみを示した。

[0059] スクリー駆動装置 18 側の成形用シリンダー 10 の後端部 12 には、かかる後端部 12 を気密構造とするための気密用部材 13 が取り付けられており、気密用部材 13 とスクリー 15 との間を気密にするためのシール部材 14 が気密用部材 13 に取り付けられている。これによって、不活性ガス（例えば、純度約 99.99% の窒素ガス）が流れる成形用シリンダー 10 内部の気密状態を保持することができた。このため、成形用シリンダー 10 内の酸素濃度は、100ppm 程度に抑制された。

尚、成形用シリンダー 10 それ自体が気密性を有している場合には、気密用部材やシール部材は不要である。図 3 に、不活性ガスの流れを矢印で示した。

[0060] 射出成形機 100 は、更に、不活性ガス源 30、及び、不活性ガス源 30 からの不活性ガスを成形用シリンダー 10 内に導入するための配管 32 を備えている。配管 32 は、ホッパー 20 が取り付けられた成形用シリンダー 10 の部位よりもスクリー駆動装置側の成形用シリンダー 10 の部分、より具体的には、気密用部材 13 に取り付けられている。尚、配管 32 を、スク

リユー駆動装置側の成形用シリンダー１０の後端部１２に取り付けてもよい。配管３２の途中には、圧力制御弁３３及び圧力センサー３４が配設されている。また、ホッパー２０内の圧力を検出するために、ホッパー２０には第２の圧力センサー３５が取り付けられている。圧力制御弁３３及び圧力センサー３４、３５は周知の方式、構造、構成のものを使用することができる。圧力センサー３４、３５の出力は、圧力制御装置３１に送られ、圧力制御装置３１の出力によって、圧力制御弁３３及び不活性ガス源３０の作動が制御される。

[0061] 不活性ガス注入口３８は、不活性ガスを通過させるが、原料ポリカーボネート樹脂が入り込まない間隙である。不活性ガス注入口３８の位置、および形状は、不活性ガスの通過と、原料ポリカーボネート樹脂の流出防止とが可能であれば特に制限されないものの、不活性ガス注入口３８の開口は、点状ではなく、線状、より好ましくは、円状である。

[0062] 不活性ガスを、不活性ガス源３０から、配管３２、不活性ガス注入口３８、成形用シリンダー１０、およびホッパー２０の排気部２２を経由して系外へと流した。このとき、ホッパー２０内には選別粒体１が充填されていて、ホッパー２０が取り付けられた成形用シリンダー１０の部位から樹脂導出部１１までの成形用シリンダー１０とスクリー１５との間の空隙１７内においては、選別粒体１が可塑化されていた。

[0063] この状態で、不活性ガスが流れる成形用シリンダーの部分（具体的には、後端部１２）の圧力は、例えば、大気圧よりも $2 \times 10^3 \text{ Pa}$ (0.02 kg f / cm^2) 程度高い。尚、後端部１２における不活性ガスの圧力あるいは圧力変化は、圧力センサー３４によって検出することができ、かかる圧力の検出結果に基づき、圧力制御装置３１を介して圧力制御弁３３を制御し、不活性ガスの流量を制御することができる。また、選別粒体１をホッパー２０に気流搬入する際、ホッパー２０内は負圧となる。その結果、不活性ガス源３０から、配管３２、成形用シリンダー１０、ホッパー２０を経由して系外に流れる不活性ガスの圧力に変化が生じた。かかるホッパー２０内の圧力変化

を第2の圧力センサー35で検出し、さらに圧力センサー34によって後端部12における不活性ガスの圧力を検出した。これらの圧力の検出結果に基づき、圧力制御装置31を介して圧力制御弁33及び不活性ガス源30を制御し、不活性ガスの流量を制御することが可能であった。このため、ホッパー20内の圧力が変化しても、不活性ガス源30から、配管32、不活性ガス注入口38、成形用シリンダー10、およびホッパー20を経由して系外へと流れる不活性ガスの流量をほぼ一定に維持することができた。

[0064] また、成形用シリンダー10とスクリー15との間の空隙17内において可塑化、熔融した選別粒体1'から発生したガスは、成形用シリンダー10内を流れる不活性ガスと共にホッパー20を経由して排気部22から系外に排出された。

[0065] 本実施例1においては、不活性ガス源30から供給される窒素ガスにより、原料である選別粒体1が投入されたホッパー20内、および成形用シリンダー10内における酸素ガス濃度を200ppmとした。また、図3に示される、成形用シリンダー10に排気口（ベント部）19を設けた射出成形機110を用いることにより、酸素ガス濃度を低減させても良い。射出成形機110においては、排気口（ベント部）19を介して真空ポンプ（図示せず）を用いて系内を減圧し、または系内を減圧しつつ窒素を注入することが容易に可能である。

[0066] そして、以下の条件下で射出成形を行った。

射出成形機	: ソディックプラスチック製射出成形機TR100EH2
成形品寸法	: 縦100mm×横100mm 厚み3mm
成形温度	: 280℃
金型温度	: 100℃
成形サイクル	: 40秒

[0067] この射出成形により樹脂導出部11から射出し（図3参照）、キャビティ53を充填したポリカーボネート樹脂を冷却させて、キャビティ53（図4

参照)に対応した形状の射出成形品を製造した。

[0068] 以上のように、サンプル 1、2 の選別粒体および比較サンプル 1 を用いて射出成形品を製造し、下記表 2 のように実施例 1 ～ 4 および比較例 1 とした。実施例 2 ～ 4 および比較例 1 の射出成形品は、成形加工時の酸素ガス濃度が異なる他、上述の実施例 1 と同じ製造方法で製造した。

[0069] 実施例 1 ～ 4、比較例 1 において得られた平板試験片の蛍光強度を測定した。

蛍光強度の評価は実施例 1 ～ 4、及び比較例 1 において得られた 3 mm 厚の平板試験片を、図 1 に示すように、励起光の光線の入射角、および蛍光測定側の出射角がどちらも 45° となるように設置し、日立ハイテック社製 F-4500 形分光蛍光光度計を用い、3 次元測定モード、蛍光データモードにて蛍光発光スペクトルを測定した。

測定条件は、励起側サンプリング間隔は 10 nm、励起側スリット間隔は 1 nm、蛍光側サンプリング間隔は 5 nm、蛍光側スリット間隔は 2.5 nm、スキャンスピードは 240 nm/min、PMT 電圧は 950 V、レスポンスは 0.004 秒、スペクトル補正 On、シャッタ制御 On であった。また、励起光の波長は 290 nm であった。

蛍光発光スペクトルの測定は室温で行った。

[0070] 蛍光検出分析基板を用いた種々の分析では試料の発する蛍光を検出するため、基板の自家蛍光強度は小さいほど好ましい。

分析試料が発する蛍光の波長は可視光領域であることが一般的であるため、蛍光検出分析基板の自家蛍光がこの領域で著しく小さいことが有効である。ポリカーボネート製蛍光検出分析基板では素材にポリカーボネートを使用しているため、ポリカーボネートの構造に由来する蛍光発光がおよそ 310 nm 付近に見られる。本願発明者らの検討によると可視光領域で発光する蛍光の原因は成形加工などの過程において与える熱によって生じた種々の分岐構造であることを見出し、前述の 310 nm 付近の蛍光強度が減少し、代わりに 310 nm より長波長側の 330 ～ 410 nm 付近の可視光領域にかか

る波長の蛍光強度が著しく増加することが判明した。

[0071] 先述のように蛍光検出分析基板で分析する試料の蛍光発光は可視光領域であることが多いため、分析基板の発光は可視光領域に存在しないことが好ましい。本願発明者らの検討によると、ポリカーボネート製分析基板の可視光領域での発光が小さいことは、すなわち、ポリカーボネート本来の蛍光発光である310nmの蛍光強度がより長波長側の可視光領域の蛍光強度よりも強いことと言い換えられる。図5のポリカーボネート樹脂製成形品の蛍光スペクトルに示したように蛍光検出分析基板として好ましい蛍光スペクトルは実線で例示したものであり、破線で例示した蛍光スペクトルを有する基板は、可視光領域の蛍光強度が大きいため使用できない。

[0072] したがって、本願発明者らは、ポリカーボネート製蛍光検出分析基板として有効であるためには、下記式(1)を満たすような成形品であることを見出した。

$$\left| \{F(310) - F(450)\} / \{F(400) - F(450)\} \right| \geq 40$$

式(1) (式(1)中、F(310)、F(400)、F(450)は、それぞれ、波長310nm、400nm、450nmの蛍光発光強度の相対値である。)

[表2]

	実施例1	実施例2	実施例3	実施例4	比較例1	比較例2	比較例3
使用した粉粒体	サンプル1	サンプル2	サンプル2	サンプル2	比較サンプル1	—	—
除去した微粉体	500μm未満	500μm未満	500μm未満	500μm未満	除去せず	—	—
成形時の酸素濃度	200ppm	1000ppm	500ppm	200ppm	1000ppm	—	—
化合物AおよびBの合計濃度	ND	ND	ND	ND	11.5 ppm	—	—
$\frac{F(310)-F(450)}{F(400)-F(450)}$ の値	95	89	70	103	5	27	15

[0073] 表2から明らかであるように、実施例1～4においては、明らかに式(1)の値が40より大きく、可視光の波長領域の蛍光を低減することを達成した。

[0074] 式(1)の左辺の値は、好ましくは45以上、さらに好ましくは55以上

、より好ましくは65以上であることが良い。

[0075] 比較例2、比較例3は、特許文献4に記載の構造粘度指数Nが1.2以下の芳香族ポリカーボネートに、ベンゾトリアゾール系の紫外線吸収剤をそれぞれ0.1%、0.3%含有させたポリカーボネート製樹脂組成物の式(1)の値である。

[0076] 表2の結果から、比較例2、および比較例3で示したポリカーボネート樹脂組成物は式(1)の値が小さいといえる。したがって、比較例2、および比較例3の樹脂組成物は、可視光領域の蛍光強度が芳香族ポリカーボネート本来に由来する310nmの蛍光強度に比べ相対的に大きく、蛍光検出分析基板としての性能を満足しなかった。

[0077] また、実施例1～4の射出成形品のアルカリ加水分解を行い、分解物に対するLC-MS/MS測定等により、実施例1～4中に含まれる不純物を特定、定量した。この結果、実施例1～4は式(A)で表される化合物Aが検出されなかった。これに対し、比較例1では、11.5重量ppmの濃度で含まれていたことから化合物Aの濃度が、蛍光強度の値に関連していることが確認された。

[0078] さらに射出成形の材料であるポリカーボネート粉粒体の色相と、それを成形してなる射出成形品の蛍光強度の関係を調べるため、実施例1～4および比較例1の射出成型の材料である、粉粒体サンプル1、サンプル2、比較サンプル1の溶液Y1値を測定した。

[0079] 図2に溶液Y1値の測定の概略図を示す。溶液Y1値の測定方法は、粉粒体のサンプル12gをジクロロメタン(特級品)80mlに溶解し、光路長50mmの透明ガラスセルに入れ、日本電色工業(株)製SD6000型分光色彩計にて測定した。

[0080] 下表3から明らかであるように、実施例1～4および比較例1の射出成形の材料であるポリカーボネート粉粒体サンプル1、サンプル2、および比較サンプル1の溶液Y1値を比較すると、サンプル1、およびサンプル2の溶液Y1値は、比較サンプル1の溶液Y1値よりも小さかった。この結果によ

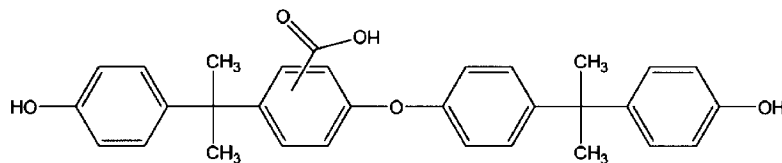
り、粉粒体から粒径の小さい成分を除去しないと溶液 Y I 値が上昇し、色相が悪い材料となっていたことがわかる。そして、サンプル 1 および 2 の粉粒体においては、化合物 A および B の濃度が非常に低く、検出限界以下（ND）であったのに対し、比較サンプル 1 においては、化合物 A および B の合計濃度が 4.0 重量 ppm であったことから、化合物 A および B の濃度が、成形品の色相に関連する要素であることが確認された。

[表3]

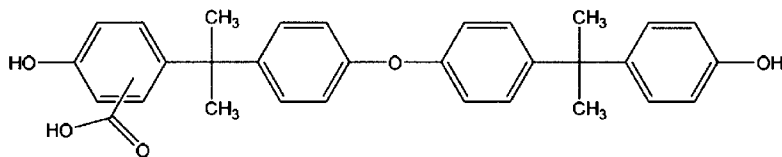
	サンプル1	サンプル2	比較サンプル1
選別手段	目開き500 μ mのふるい	分級装置	選別せず
除去した微粉体	500 μ m未満を除去	500 μ m未満を除去	除去せず
残留微粉量	ND	3～5 重量%	—
粒体の溶液YI値	1.10	1.12	1.33
粉体中の化合物A およびBの合計濃度	ND	ND	4.0重量 ppm

[0081] 具体的には溶液 Y I 値が 1.30 以下の粉粒体材料においては、化合物 A および B は検出されなかった。

[化3]



式 (A)



式 (B)

[0082] 以上の結果から、ポリカーボネート樹脂の粉粒体に含まれる粒径の小さい成分を所定量除去して射出成形品を製造することにより可視光領域における蛍光強度を著しく低下させることができ、また色相および透明性の向上が可能であり、従来の添加剤を粉粒体に加えて射出成形品を製造する場合に比べ

ても、大きな効果が得られることが確認された。

[0083] 以上のように、本発明においては、界面重合法により得られたポリカーボネート樹脂の粉粒体から、微粉を除去し、粒体を選別して射出成形品等を製造することにより、極めて低い自家蛍光を持つポリカーボネート樹脂製の蛍光検出分析基板を得ることができた。

[0084] 以上、本発明を好ましい実施例に基づき説明したが、本発明はこれらの実施例に限定されるものではない。実施例にて説明した射出成形機の構造、使用した材料、射出条件等は例示であり、適宜、変更することができる。

請求の範囲

[請求項1] 界面重合法にて合成されたポリカーボネート樹脂を含有し、波長290nmの光で励起した場合の蛍光発光において、波長310nm、400nm、450nmの蛍光発光強度をそれぞれF(310)、F(400)、F(450)とした時、下記式(1)を満たすポリカーボネート樹脂組成物。

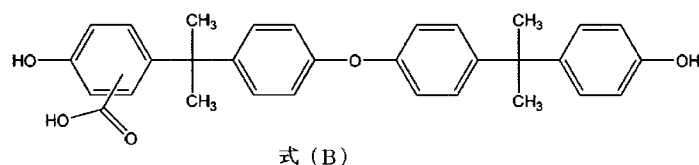
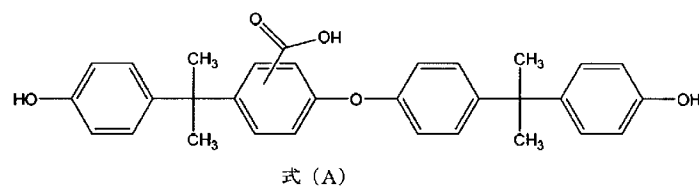
$$\left| \{F(310) - F(450)\} / \{F(400) - F(450)\} \right| \geq 40$$

式(1)

[請求項2] 請求項1に記載の前記ポリカーボネート樹脂組成物を含むポリカーボネート樹脂製蛍光検出分析基板。

[請求項3] 前記蛍光検出分析基板をアルカリ加水分解した後の分解物中の下記式(A)で表される化合物および下記式(B)の合計含有量が5重量ppm以下である、請求項2に記載のポリカーボネート樹脂製蛍光検出分析基板。

[化1]



[請求項4] 前記蛍光検出分析基板をアルカリ加水分解した後の分解物中の前記式(A)および前記式(B)で表される化合物の合計含有量が3重量ppm以下である、請求項3に記載のポリカーボネート樹脂製蛍光検出分析基板。

[請求項5] 界面重合法により得られたポリカーボネート樹脂が粉粒体であり、

前記粉粒体の溶融成形工程により製造されたことを特徴とする、請求項2から4のいずれかに記載のポリカーボネート樹脂製蛍光検出分析基板。

[請求項6] 前記粉粒体から微粉を取り除く粒体選別工程により得られた、500 μm 以上の粒径を有する粒体の含有量が90重量%以上である選別粒体を用いて製造された、請求項5に記載のポリカーボネート樹脂製蛍光検出分析基板。

[請求項7] 前記粒体選別工程において、風力を利用して前記粉粒体から得られた前記選別粒体を用いて製造された、請求項6に記載のポリカーボネート樹脂製蛍光検出分析基板。

[請求項8] 送風手段を利用して浮遊させた前記微粉を除去して得られた前記選別粒体を用いて製造された、請求項6または7に記載のポリカーボネート樹脂製蛍光検出分析基板。

[請求項9] 前記粒体選別工程において、ふるいを用いて前記粉粒体から得られた前記選別粒体を用いて製造された、請求項6に記載のポリカーボネート樹脂製蛍光検出分析基板。

[請求項10] 前記粒体選別工程において、さらにふるいを用いて前記粉粒体から得られた前記選別粒体を用いて製造された、請求項7または8に記載のポリカーボネート樹脂製蛍光検出分析基板。

[請求項11] 前記ふるいを振動させている状態で前記微粉を除去して得られた前記選別粒体を用いて製造された、請求項9または10に記載のポリカーボネート樹脂製蛍光検出分析基板。

[請求項12] 溶液YI値が1.30以下である前記選別粒体を用いて製造された、請求項6から11のいずれかに記載のポリカーボネート樹脂製蛍光検出分析基板。

[請求項13] 溶融成形前に乾燥させて含水率を200ppm以下とした前記ポリカーボネート粉粒体により製造された、請求項5から12のいずれかに記載のポリカーボネート樹脂製蛍光検出分析基板。

- [請求項14] 前記溶融成形工程において、不活性ガスの添加および／または減圧により酸素濃度を10000ppm以下とした雰囲気下で前記選別粒体を溶融成形して製造された、請求項5から13のいずれかに記載のポリカーボネート樹脂製蛍光検出分析基板。
- [請求項15] 前記溶融成形工程が射出成形工程である、請求項5から14のいずれかに記載のポリカーボネート樹脂製蛍光検出分析基板。