

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第6129304号
(P6129304)

(45) 発行日 平成29年5月17日 (2017.5.17)

(24) 登録日 平成29年4月21日 (2017.4.21)

(51) Int.Cl.

GO 1 N 27/22 (2006.01)

F I

GO 1 N 27/22

A

請求項の数 2 (全 16 頁)

(21) 出願番号	特願2015-515019 (P2015-515019)	(73) 特許権者	505005049
(86) (22) 出願日	平成25年5月13日 (2013.5.13)		スリーエム イノベイティブ プロパティ
(65) 公表番号	特表2015-518168 (P2015-518168A)		ズ カンパニー
(43) 公表日	平成27年6月25日 (2015.6.25)		アメリカ合衆国, ミネソタ州 55133
(86) 国際出願番号	PCT/US2013/040709		-3427, セント ポール, ポスト オ
(87) 国際公開番号	W02013/180936		フィス ボックス 33427, スリーエ
(87) 国際公開日	平成25年12月5日 (2013.12.5)		ム センター
審査請求日	平成28年5月9日 (2016.5.9)	(74) 代理人	100088155
(31) 優先権主張番号	61/652, 496		弁理士 長谷川 芳樹
(32) 優先日	平成24年5月29日 (2012.5.29)	(74) 代理人	100107456
(33) 優先権主張国	米国 (US)		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】 湿度センサ及びセンサ素子

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

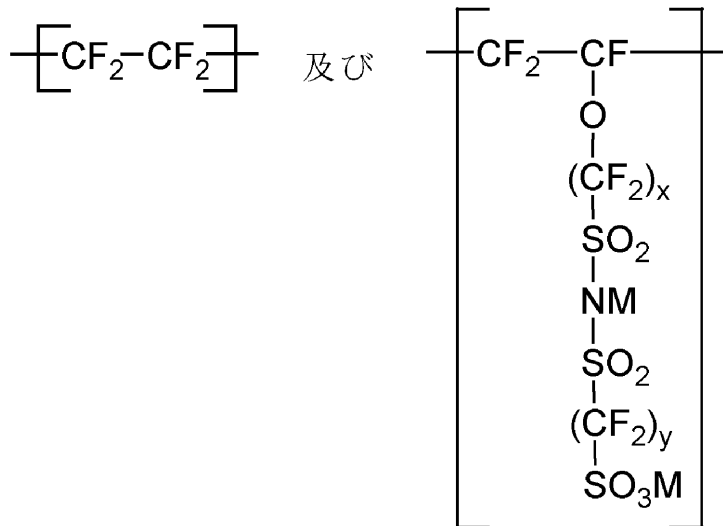
誘電性基板と、

電氣的に接続された第1の導電性部材を有する無孔質導電性電極であって、前記誘電性基板上に配置される、無孔質導電性電極と、

電氣的に接続された第2の導電性部材を有する透過導電性電極であって、4～10ナノメートルの範囲の厚さを有し、かつ水蒸気を透過させる、透過導電性電極と、

前記無孔質導電性電極と前記透過導電性電極との間に配置される検出層であって、

【化 1】



(式中、 x 及び y は、独立して 2 ~ 6 の範囲の整数であり、それぞれの M は、 H 又はアルカリ金属を独立して表す) を含む単量体単位を含むスルホン化共重合体を含む、検出層と、を備える、湿度センサ素子。

【請求項 2】

入口開口部を有するセンサ室と、

静電容量を有する、請求項 1 に記載の湿度センサ素子であって、前記入口開口部と流体連通している前記センサ室内に配置される、湿度センサ素子と、

前記湿度センサ素子の第 1 及び第 2 の導電性リードと電気通信しており、これによって、前記湿度センサ素子が電源に接続されると、前記センサ素子の前記静電容量を測定する、操作回路と、を備える、湿度センサ。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本開示は、概して、静電容量型センサ素子及び湿度センサに関する。

【背景技術】

【0002】

湿度センサは、工業プロセス、環境用途、電子部門及びバイオテクノロジー部門、農業、図書館、並びに家庭用用途の監視及び制御において、広く使用されている。過去数年間で、需要の増加によって、高精度、良好な再現性、及び長期安定性を有する、低価格の湿度センサが開発されてきた。残念なことに、優れた湿度センサは非常に高価であり、ほとんどの低価格の湿度センサは、相対湿度が 70 % を超えるか、又は 20 % 未満であると、十分に機能しない。

【0003】

静電容量型湿度センサは、2 つの平行な電極間に感湿性材料を挟んで構成されている。スルホン化フッ素重合体は、その優れた熱及び機械的安定性、並びに湿度の変化に対する非常に速くかつ正確な反応能により、感湿性材料として使用されている。

【0004】

湿度センサの構造において最も広く使用されているスルホン化フッ素重合体の 1 つには、 $\text{CF}_2 = \text{CFOCF}_2\text{CF}(\text{CF}_3)\text{OCF}_2\text{CF}_2\text{SO}_3\text{H}$ とテトラフルオロエチレンとの共重合体が挙げられる。この種類の重合体は、NAFION の商品名で E. I. du Pont de Nemours and Company (米国デラウェア州 Wilmington) から入手可能である。例えば、米国特許第 4,662,220 号 (Laue) は、相対湿度の測定のために DC 電圧で作動するコンデンサとして公知の吸水性

10

20

30

40

50

ポリマーを使用する方法及び装置について報告している。多孔質導電性電極間の層として形成され、RC発振器回路で作動する場合、発振器周波数は、測定される水分の分圧に反比例する。好ましい実施形態において、コンデンサは、NAFION重合体から形成される。

【0005】

米国特許第5,036,704号(Pusatciogluら)は、厚さが約1マイクロメートル未満であり、かつ湿度の正確な測定、及び湿度の変化に対して非常に速い反応を提供可能なスルホン化フルオロカーボン膜を利用する水分センサについて報告している。電気システムの好ましい実施形態は、センサでの使用について開示されており、膜のスルホン化テトラフルオロエチレンペルフルオロエーテル共重合体形態が特に好ましい。

10

【発明の概要】

【課題を解決するための手段】

【0006】

一態様において、本開示は、

誘電性基板と、

電氣的に接続された第1の導電性部材を有する無孔質導電性電極であって、誘電性基板上に配置される、無孔質導電性電極と、

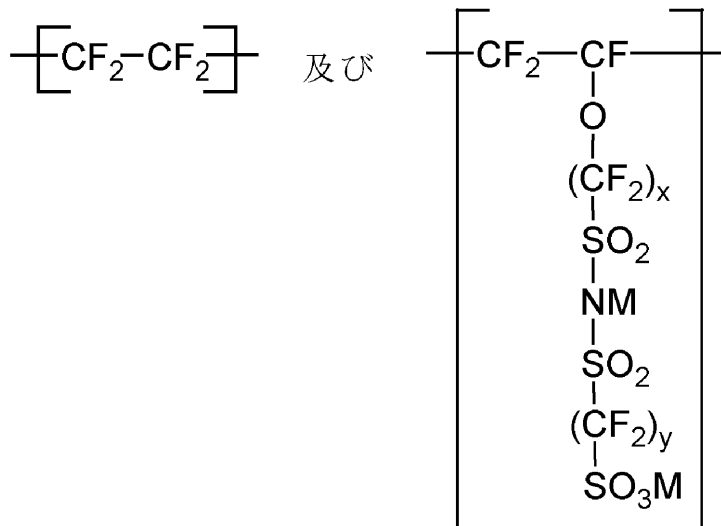
電氣的に接続された第2の導電性部材を有する透過導電性電極であって、4~10ナノメートルの範囲の厚さを有し、かつ水蒸気を透過させる、透過導電性電極と、

無孔質導電性電極と透過導電性電極との間に配置される(例えば、間に挟まれる)検出層であって、

20

【0007】

【化1】



30

(式中、x及びyは、独立して2~6の範囲の整数(すなわち、2、3、4、5、又は6)であり、それぞれのMは、H又はアルカリ金属(例えば、Li、Na、又はK)を独立して表す)を含む単量体単位を含むスルホン化共重合体を含む、検出層と、を備える湿度センサ素子を提供する。

40

【0008】

本開示による湿度センサ素子は、例えば、湿度センサへの導入に有用である。したがって、別の態様において、本開示は、

入口開口部を有するセンサ室と、

静電容量を有する、本開示による湿度センサ素子であって、入口開口部と流体連通しているセンサ室内に配置される、湿度センサ素子と、

湿度センサ素子の第1及び第2の導電性リードと電気通信しており、これによって、湿度センサ素子が電源に接続されると、センサ素子の静電容量を測定する、操作回路と、を

50

備える、湿度センサを提供する。

【0009】

本開示に使用される湿度センサ素子は、特に高温で、より優れた信頼性及び／又は耐久性を有する場合がある。

【0010】

本明細書で使用する「透過導電性電極が水蒸気を透過させる」という表現は、少なくともその完全な厚さの距離に導電性電極を備えたバルク材料を、水蒸気が通過することができることを意味し、導電性電極の穿孔又はその他のそのような意図的に備えられた開口を通過することを指すものではない。

【0011】

本明細書で使用する「スルホン酸塩当量」とは、スルホン酸とスルホン酸基との組み合わせ1モル当たりの重合体の重量（グラム）を指す。

【0012】

スルホン酸化フッ素重合体ベースの静電容量型センサは、全範囲のパーセントにわたる湿度の変化に対して非常に感度が高い可能性がある。これらは、例えば、家庭用用途では相対湿度に基づいて自動的に入り切りする浴室換気扇に、又は困難な産業用途では腐食性ガスの水分量の監視に使用することができる。これらのセンサは、良好な選択性及び水蒸気に対する浸透性を提供し、また、これらの反応時間は市販品と同等である。

【0013】

本開示の特徴及び利点は、「発明を実施するための形態」、及び添付の「特許請求の範囲」を考慮することで更に深い理解が得られるであろう。

【図面の簡単な説明】

【0014】

【図1】本開示による例示のセンサ素子100の概略側面図である。

【図2】本開示による例示の湿度センサ200の概略平面図である。

【0015】

いかなる場合も、本開示は代表して提示されるものであって、限定するものではない。本開示の原理の範囲及び趣旨の範囲内に含まれる他の多くの改変例及び実施形態が当業者によって考案され得る点は理解されるはずである。図面は、縮尺どおりに描かれていない場合がある。

【発明を実施するための形態】

【0016】

ここで、図1を参照すると、例示の湿度センサ素子100は、誘電性基板110と、基板110上に配置された無孔質導電性電極120と、透過導電性電極140と、無孔質導電性電極120と透過導電性電極140との間に配置された検出層130と、を備える。第1及び第2の導電性部材（122、142）はそれぞれ、無孔質導電性電極120、及び透過導電性電極140に電氣的に接続される。透過導電性電極140は、4～10ナノメートルの範囲の厚さを有し、水蒸気を透過させる。検出層130は、

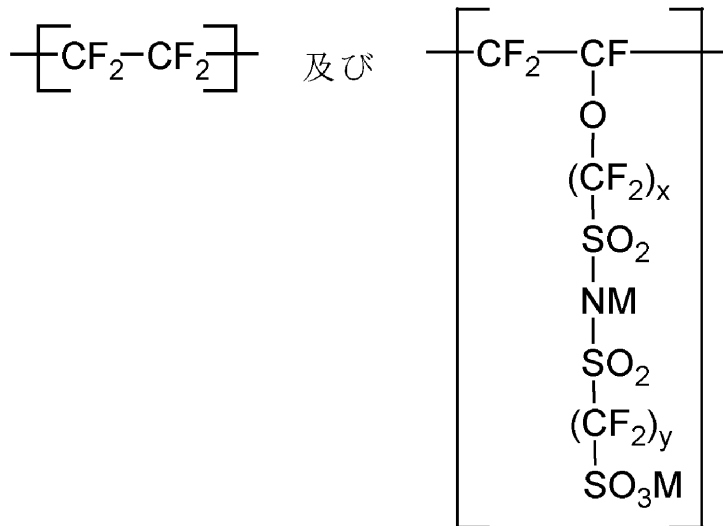
【0017】

10

20

30

【化 2】



(式中、 x 及び y は、独立して 2 ~ 6 の範囲の整数であり、それぞれの M は、 H 又はアルカリ金属を独立して表す) 単量体単位を含むスルホン化共重合体を含む。

【0018】

誘電性基板 110 は、センサ素子に物理的強度及び完全性を提供する役目を果たす場合がある、いずれかの誘電性材料を含んでもよい。好適な材料としては、ガラス、セラミック、石材、無機質(例えば、アルミナ又はサファイア)、熱可塑性樹脂(例えば、ポリエステル、ポリカーボネート、ポリアミド、ポリイミド、及びポリエーテルエーテルケトン)、及び熱硬化性樹脂(例えば、ベークライト、及び硬化エポキシ樹脂)が挙げられる。大規模生産では、ポリマーフィルム(ポリエステルなど)が使用されてもよい。一部の実施形態において、誘電性基板は無孔性であるが、無孔質導電性電極を支持することができる限り、これは必要条件ではない。同様に、誘電性基板は、無孔質導電性電極と少なくとも同一の外延を有することが一般的であるが、無孔質導電性電極を支持することができる限り、これは必要条件ではない。一部の実施形態において、誘電性基板はガラス板を含む。

【0019】

無孔質導電性電極 120 は、いずれかの導電材料、望ましくは耐腐食性導電材料を含んでもよい。十分な全体的導電率がもたらされる限り、異なる材料(導電材料及び/又は非導電材料)の組み合わせを、異なる層又は混合物として使用することができる。典型的には、無孔質導電性電極は、約 10^7 オーム/平方 (10^7 S^{-1} /平方) 未満のシート抵抗を有するが、より高いシート抵抗が用いられてもよい。無孔質導電性電極を製造するのに使用することができる材料の例としては、有機材料、無機材料、金属及びその合金、並びにこれらの組み合わせが挙げられる。特定の実施形態において、コーティング(例えば、熱蒸気コーティング、スパッタコーティング)された金属若しくは金属酸化物、又はこれらの組み合わせが使用されてもよい。好適な導電材料としては、例えば、アルミニウム、ニッケル、チタン、スズ、インジウムスズ酸化物、金、銀、白金、パラジウム、銅、クロム、炭素(例えば、カーボンナノチューブを含む)、及びこれらの組み合わせが挙げられる。一部の実施形態において、導電材料は、チタン、金、白金、及びこれらの組み合わせから選択される。腐食を回避するために、無孔質電極の貴金属成分は、検出層に接していることが望ましい。

【0020】

無孔質導電性電極は、少なくとも $4 \text{ nm} \sim 400 \text{ nm}$ 、又は $10 \text{ nm} \sim 200 \text{ nm}$ の範囲の厚さを有する。

【0021】

検出層 120 は、

10

20

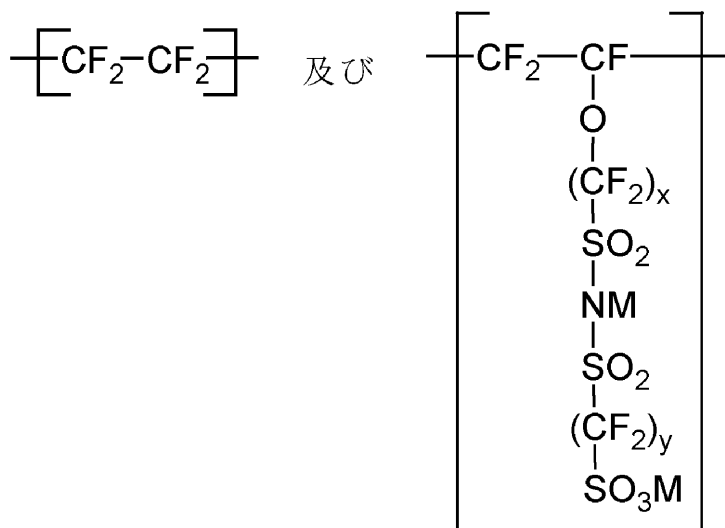
30

40

50

【 0 0 2 2 】

【 化 3 】



10

(式中、x 及び y は、独立して 2 ~ 6 の範囲の整数であり、それぞれの M は、H 又はアルカリ金属を独立して表す) を含む単量体単位を含むスルホン化共重合体を含む。一部の
実施形態において、x は、3、4、又は 5 であり、かつ y は、2、3、又は 4 である。一
実施形態において、x は 4 であり、y は 3 である。

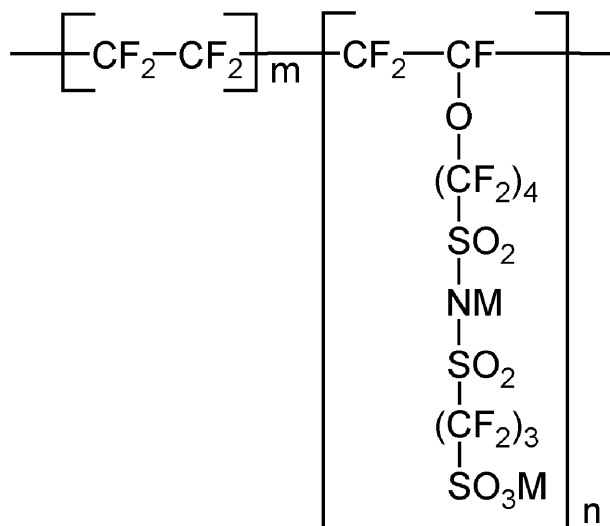
20

【 0 0 2 3 】

かかるスルホン化共重合体、及びそれらの調製のための方法は、例えば、国際特許公開
第 2 0 1 1 / 1 2 9 9 6 7 A 2 号 (Hamrock ら) に記載されている。一実施形態
において、スルホン化共重合体は、下記化学量論式：

【 0 0 2 4 】

【 化 4 】



30

40

(式中、m 及び n は、正の整数 (すなわち、1、2、3 など) であり、M は、上記に定義
するとおりである) によって表されるランダム共重合体であってもよい。例えば、ペル
フルオロアルキル基、又はペルフルオロアルコキシル基などのペンダント基を有する他の
単量体単位が存在してもよい。典型的には、スルホン化共重合体中に、実質的にペンダン
ト基を有する他の単量体単位が存在せず (例えば、5 モルパーセント未満)、より典型的
には、ペンダント基を有する他の単量体単位が存在しない。

【 0 0 2 5 】

スルホン化共重合体は、テトラフルオロエチレンの、対応するモノマーとの共重合によ

50

って作製されてもよく、この対応するモノマーは、式： $\text{CF}_2 = \text{CFO}(\text{CF}_2)_x\text{SO}_2\text{F}$ （式中 x は、上記に定義するとおりである）を有する。例示では、かかるモノマーは、例えば、米国特許第7,071,271号（Thalerら）に記載されるように、4'-フルオロスルホニル-1',1',2',2',3',3',4',4'-オクタフルオロブチルオキシ-1,2,2-トリフルオロエチレン（すなわち、 $\text{CF}_2 = \text{CFO}(\text{CF}_2)_4\text{SO}_2\text{F}$ ）である。次いで、結果として得られる重合体は、式： $\text{MO}_3\text{S}(\text{CF}_2)_y\text{SO}_2\text{NHM}$ （式中、 M 及び y は、上記に定義するとおりである）を有する、対応するスルホンアミドと反応することができる。有用な単量体の合成に関する更なる詳細は、国際特許公開第2011/129967 A2号（Hamrockら）に見出すことができる。

10

【0026】

追加的な共単量体が、スルホン化共重合体中にペルフルオロアルキル又はペルフルオロアルキルエーテルペンダント基を提供するように含まれてもよい。また、フッ化ビニリデンも単量体として使用され得る。重合は、水性乳化重合を含む、任意の適切な方法によって行うことができる。典型的には、スルホン化共重合体は、スルホン酸塩等価物当たり570～10000グラムの範囲の、好ましくは、スルホン酸塩等価物当たり620～5000グラムの範囲の、より好ましくは、スルホン酸塩等価物当たり660～2000グラムの範囲の、またより好ましくは、スルホン酸塩等価物当たり800～1500グラムの範囲のスルホン酸塩当量を有するが、他のスルホン酸塩当量を使用してもよい。一部の実施形態において、スルホン化共重合体は、スルホン酸塩等価物当たり1000～1300

20

【0027】

検出層は、任意の適切な方法によって（例えば、無孔質導電層上に）配置されてもよい。検出層の溶媒又は水からの流込み、これに続く加熱乾燥、及び所望によるアニーリングは、典型的な有効な方法である。所望により、フルオロスルホニル化前駆体共重合体は、上に論じるように、溶媒から流し込み、続いて加水分解してもよい。

【0028】

検出層は、任意の厚さであってもよいが、典型的には、約100ナノメートル（nm）～1ミリメートルの範囲である。より典型的には、検出層は、500nm～10マイクロメートル、又は更には、700～3500nmの範囲の厚さを有する。

30

【0029】

検出層は、例えば、着色剤、残留有機溶媒、充填剤、又は可塑剤などの追加的な添加物を含んでもよいが、かかる添加物が有害である場合があるので、検出層は、典型的には、上述のスルホン化共重合体から本質的になる（又はスルホン化共重合体からなる）。

【0030】

透過導電性電極140は、水蒸気を透過させ、また、導電性である。典型的には、透過導電性電極は、約 10^7 オーム/平方（ 10^7 S^{-1} /平方）未満のシート抵抗を有するが、より高いシート抵抗が用いられてもよい。

【0031】

一部の実施形態において、透過導電性電極は、少なくとも1つの貴金属（例えば、金、白金、パラジウム、又はこれらの組み合わせ）を含む。一部の実施形態において、透過導電性電極は、少なくとも50、60、70、80、90、95、99、又は更には少なくとも99.9重量%の貴金属を含んでもよい。一部の実施形態において、透過導電性電極は、金、パラジウム、白金、若しくはこれらの組み合わせからなる、又は本質的になる。第2の層は、水蒸気を透過させ続ける限り、付加的な成分を含んでもよい。十分な全体導電性及び透過性もたらされる限り、異なる材料（導電性及び/又は非導電性）の組み合わせを、異なる層又は混合物として使用することができる。典型的には、透過導電性電極は、約 10^7 オーム/平方（ 10^7 S^{-1} /平方）未満のシート抵抗を有する。

40

【0032】

透過導電性電極は、4～10ナノメートル（nm）の範囲の厚さを有する。一部の実施

50

形態において、透過導電性電極は、5、6又は7 nm～最大8、9又は10 nmの範囲の厚さを有する。例えば、透過導電性電極は、5～8 nm又は6～7 nmの範囲の厚さを有してもよい。厚さが大きい場合、一般的に、望ましくない低レベルの透過性を有する一方、厚さが小さい場合、導電性が不十分となるが、及び/又は第2導電性部材への電氣的接続が困難となる。透過導電性電極は透過性であるため、第1の電極は、典型的には、連続的で中断のない層を含むが、必要に応じて、開口部又は他の中断部を含んでいてもよい。

【0033】

透過導電性電極は、熱蒸着プロセスによって調製することができる。熱蒸着では、透過導電性電極を作製するのに使用される材料は、蒸発して、湿度センサ素子の適切な成分（例えば検出層130）上に蒸着するまで、真空中で加熱される。任意の好適な加熱源が用いられてもよく、例としては、抵抗加熱、レーザー加熱、及び電子ビーム加熱（電子ビーム蒸発とも呼ばれる）が挙げられる。熱蒸着は一般的に、約 10^{-5} 又は 10^{-6} torr（1 mPa～0.1 mPa）以下の圧力で行われる。

【0034】

熱蒸着とスパッタ蒸着とは異なる。スパッタ蒸着では、高エネルギー原子をターゲット又はソースに衝突させ、次いで、基材に蒸着する材料を放出させる。スパッタ蒸着に関する典型的な圧力は、 10^{-4} ～ 10^{-2} torr（0.0133 Pa～1.33 Pa）以上の範囲である。

【0035】

無孔質導電性電極及び透過導電性電極は、少なくとも検出層によって相互から分離される（例えば、物理的接触しない）。典型的には、無孔質導電性電極及び透過導電性電極は、平行の構成、又は互いに組み合わせる構成で配設される（例えば、サンドイッチ状の構成の場合などのように）が、他の構成も許容される。

【0036】

第1及び第2の導電性部材（122、142）は、例えば、金属（例えば、金若しくは銅）、炭素及び/又は導電性酸化物などのいずれかの導電性材料から形成されてもよい。第1及び第2の導電性部材（122、142）は、例えば、ワイヤ、配線又はこれらの組み合わせを含んでもよい。これらは、センサ素子の組み立て中、任意の適切な時点において、透過性及び無孔質導電性電極に電氣的に接続されてもよい。例えば、第1の導電性部材122は、無孔質導電性電極の配置直後、及び検出層の配置前に、無孔質導電性電極120に取り付けられてよい。

【0037】

ここで図2を参照すると、例示の湿度センサ200は、入口開口部222と任意の出口開口部224とを有するセンサ室210を含む。湿度センサ素子100は、（上述するように）センサ室210内に配置され、入口開口部222及び任意の出口開口部224が存在する場合、これらと流体連通している。典型的な操作では、水蒸気を含有する試料230がセンサ室210に入り、ここで湿度センサ素子100に接触する。操作回路240は、導電経路290を介して湿度センサ素子100と電気通信している。電源270に接続されているとき、操作回路240は、湿度センサ素子100の静電容量を測定する。一部の実施形態において、操作回路240は、データ記憶装置250、コントローラ装置280、及び/又はディスプレイ装置260に通信的に接続される。

【0038】

操作回路240は、例えば、当業者に公知になるであろう任意の適切な設計を有することができる。例えば、操作回路は、LCRメーター、マルチメーター、又は他の電子測定装置を備えていてもよい。

【0039】

操作中、操作回路240は、電源270と電気通信している。

【0040】

例示の電源としては、電池、プラグイン電源、発電機、配線接続された電源、及びRF発生器（例えば、操作回路に、RFレシーバーが含まれている場合）が挙げられる。

10

20

30

40

50

【 0 0 4 1 】

センサ室は、水蒸気に対して不透過性である任意の固体材料から構成することができる。例としては、金属及び／又はプラスチックが挙げられる。例示のディスプレイ装置 2 6 0 としては、発光ダイオードディスプレイ、液晶ディスプレイ、陰極線管ディスプレイ、ガルバニメーター (galvanic meter)、及びプリンターが挙げられる。コントローラ装置 2 8 0 (存在する場合) としては、ハードウェア、及び／又は操作回路の動作を指示するソフトウェアが挙げられる。例示のデータ記憶装置 2 5 0 としては、フラッシュメモリカード、ハードディスク、デジタルテープ、及び C D - R 媒体が挙げられる。

【 0 0 4 2 】

本開示による湿度センサ素子及びセンサデバイスは、大気の湿度レベルを (例えば、質的若しくは量的に) 検出する及び／又は監視するために使用することができ、また、検出層に吸着される／吸収される他の分析対象物を検出するために使用してもよい。

10

【 0 0 4 3 】

検出層によって十分な水蒸気が吸収されると、湿度センサ素子に関連する電気特性 (例えば、静電容量、インピーダンス、インダクタンス、アドミタンス、電流又は抵抗) の検出可能な変化が生じる場合がある。かかる検出可能な変化は、無孔質導電性電極及び透過導電性電極と電気通信している操作回路によって検出される場合がある。これに関連して、「操作回路」とは、一般的に、無孔質導電性電極及び透過導電性電極に電圧を印加する (したがって、電極に電荷差を付与する)、及び／又はセンサ素子の電気特性 (電気特性は、水蒸気の存在に反応して変化し得る) を監視するのに使用することができる電気装置を指す。様々な実施形態において、操作回路は、インダクタンス、静電容量、電圧、抵抗、コンダクタンス、電流、インピーダンス、位相角、損失率、又は散逸のいずれか、又はこれらの組み合わせを監視してもよい。

20

【 0 0 4 4 】

このような操作回路は、電極に電圧を印加し、かつ電気的特性を監視することの両方を行う単一の装置を含んでもよい。別の実施形態において、このような操作回路は、電圧を提供するものと、信号を監視するものとの 2 つの別個の装置を含んでもよい。操作回路は、典型的に、第 1 及び第 2 の導電性部材によって、無孔質導電性電極及び透過導電性電極に電氣的に接続される。

【 0 0 4 5 】

本開示による湿度センサ素子は、例えば、上に論じるように、湿度センサ中のセンサ素子として有用である。

30

【 0 0 4 6 】

本開示の選択された実施形態

第 1 の実施形態において、本開示は、

誘電性基板と、

電氣的に接続された第 1 の導電性部材を有する無孔質導電性電極であって、誘電性基板上に配置される、無孔質導電性電極と、

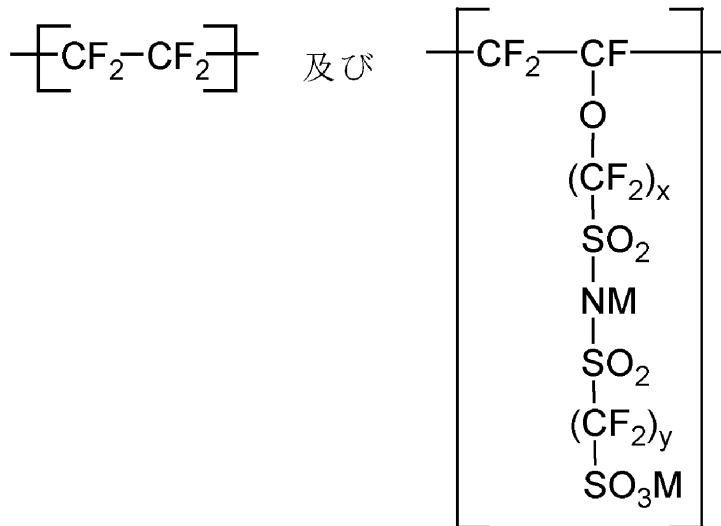
電氣的に接続された第 2 の導電性部材を有する透過導電性電極であって、4 ~ 10 ナノメートルの範囲の厚さを有し、かつ水蒸気を透過させる、透過導電性電極と、

40

無孔質導電性電極と透過導電性電極との間に配置される検出層であって、

【 0 0 4 7 】

【化 5】



10

(式中、 x 及び y は、独立して 2 ~ 6 の範囲の整数であり、それぞれの M は、 H 又はアルカリ金属を独立して表す) を含む単量体単位を含むスルホン化共重合体を含む、検出層と、を備える、湿度センサ素子を提供する。

【0048】

20

第 2 の実施形態において、本開示は、誘電性基板が無孔性である、第 1 の実施形態による湿度センサ素子を提供する。

【0049】

第 3 の実施形態において、本開示は、誘電性基板がガラス板を含む、第 1 又は第 2 の実施形態による湿度センサ素子を提供する。

【0050】

第 4 の実施形態において、本開示は、透過導電性電極が金を含む、第 1 ~ 第 3 の実施形態のうちのいずれか 1 つによる湿度センサ素子を提供する。

【0051】

第 5 の実施形態において、本開示は、無孔質導電性電極が金を含む、第 1 ~ 第 4 の実施形態のうちのいずれか 1 つによる湿度センサ素子を提供する。

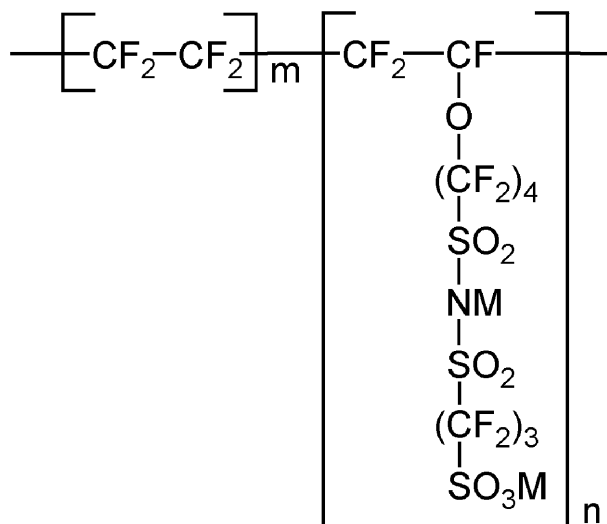
30

【0052】

第 6 の実施形態において、本開示は、スルホン化共重合体が、下記化学量論式：

【0053】

【化 6】



40

50

(式中、 m 及び n は、正の整数であり、それぞれの M は、独立して H 又はアルカリ金属である)によって表される部分を含むランダム共重合体である、第1～第5の実施形態のうちのいずれか1つによる湿度センサ素子を提供する。

【0054】

第7の実施形態において、本開示は、スルホン化共重合体が、スルホン酸塩等価物当たり660～2000グラムの範囲のスルホン酸塩当量を有する、第1～第6の実施形態のうちのいずれか1つによる湿度センサ素子を提供する。

【0055】

第8の実施形態において、本開示は、

入口開口部を有するセンサ室と、

10

静電容量を有する、第1～第7の実施形態のうちのいずれか1つによる湿度センサ素子であって、入口開口部と流体連通しているセンサ室内に配置される、湿度センサ素子と、

湿度センサ素子の第1及び第2の導電性リードと電気通信しており、これによって、湿度センサ素子が電源に接続されると、センサ素子の静電容量を測定する、操作回路と、を備える、湿度センサを提供する。

【0056】

第9の実施形態において、本開示は、センサ室が、入口開口部と流体連通している出口開口部を更に備える、第8の実施形態による湿度センサを提供する。

【0057】

第10の実施形態において、本開示は、操作回路と通信可能に接続されたディスプレイ装置を更に備える、第8又は第9の実施形態による湿度センサ素子を提供する。

20

【0058】

以下の非限定的な実施例によって本開示の目的及び利点を更に例示するが、これらの実施例に記載する特定の材料及びその量、並びに他の条件及び詳細は、本開示を不当に限定するものとして解釈されるべきではない。

【実施例】

【0059】

特に断らないかぎり、実施例及び本明細書の残りの部分におけるすべての部、比率(%)、及び比などは、重量基準である。

【0060】

30

センサ素子の調製のための一般的な手順

スライドガラス(Precision Glass & Optics(米国カリフォルニア州Santa Ana)のガラス番号0050-0050-0010-GF-CA、50mm×50mm、1.1mm厚、材料C-263、表面80/50)を、Alconox, Inc.(米国ニューヨーク州White Plains)のALCONOX LIQUID-NOX洗剤溶液に30～60分間浸漬して洗浄し、続いて毛ブラシでスライドの両面をこすり、温かい水道水ですすいだ後に、最後に脱イオン水ですすいだ。スライドは、表面への粉塵の堆積を防止するためにカバーをしたまま風乾した。乾燥した清浄なスライドを、Entegris(米国ミネソタ州Chaska)から入手した3インチ(7.6cm)のウエハキャリアに保存した。

40

【0061】

レーザーカットした厚さ1.16mmのステンレス鋼から調製した、0.46インチ(1.2cm)の上部縁、0.59インチ(1.5cm)の下部縁、並びに0.14インチ(0.35cm)の左縁及び右縁を備えた単一の矩形開口部を有する正方形マスク(マスクA)を用いて、5.0ナノメートル(nm)のチタン、続いて、20.0nmの金を熱蒸着コーティングすることによって、無孔質導電性電極を清浄なスライドガラス上に蒸着させた。蒸着プロセスは、INFICON(米国ニューヨーク州East Syracuse)から入手したINFICON XTC/2 THIN FILM DEPOSITION CONTROLLERを用いて制御した。

【0062】

50

次いで、無孔質導電性電極は、Laurell Technologies Corporation (米国ペンシルバニア州North Wales) から入手したModel WS 400B-8NPP/LITE スピンコーターを用いて、スルホン化フッ素重合体の溶液/分散液でスピンコーティングされた。コーティングする各試料をスピンコーターに設置し、約0.5 mLのメタノールを試料上にかけた。各試料を、示される特定の回転速度 (rpm) で60秒間回転させた。その後、すべての試料において、約1 mLのスルホン化フッ素重合体溶液/分散液を試料上に分注し、特定のrpm (実施例を参照) で60秒間回転させた。スピンコーティングの後、スルホン化フッ素重合体 (すなわち、検出層) の厚さを、AMBiOS Technology (米国カリフォルニア州Santa Cruz) から入手したModel XP-1 表面計を用いて測定した。コーティング後、すべての試料を150 で1時間焼いた。

10

【0063】

厚さ6 nm (比較実施例A)、又は厚さ7 nm (実施例1) の金の熱蒸着を用いて、レーザーミリングによって24ゲージステンレス鋼から作製された、垂直方向に0.22インチ (0.56 cm) 離れ、水平方向に0.48インチ (1.2 cm) 離れた、4つの高さ0.60インチ (1.5 cm) × 幅0.33インチ (0.84 cm) の矩形開口部の2×2の規則的な配列を有する、2インチ (5 cm) × 2インチ (5 cm) マスク (マスクB) を通して、透過導電性電極を蒸着させた。透過導電性電極の蒸着後、接続電極は、レーザーミリングによって50ゲージステンレス鋼から調製された、0.4インチ (1 cm) の高さ、0.14インチ (0.36 cm) の左右の境界部、及び0.92インチ (2.4 cm) の分離部を備えた、2つの水平方向の矩形開口部を有する、2インチ (5 cm) × 2インチ (5 cm) マスク (マスクC) を通して、5.0 nmのチタン、続いて20.0 nmの金 (比較実施例A)、又は50 nmの金の単一層 (実施例1) を熱蒸着コーティングによって、蒸着された。蒸着プロセスは、INFICON XTC/2 THIN FILM DEPOSITION CONTROLLERを用いて制御した。

20

【0064】

このセンサ素子調製プロセスによって、およそ50 mm × 50 mmのガラス基板上に配置された、およそ5 mm × 6 mmの作動領域 (透過導電性電極と無孔質導電性電極との間に配置された領域) の4つの試料一組が製造された。個々の試料は、前 (作動) 面が損傷しないように試料を支持しながら、後 (非作動) 面で標準的なガラススコアリングカッターを用いて試料をさいの目状に切断することにより製造した。さいの目状に切断した後、Protekマルチメーター (Protek Test and Measurement (米国ニュージャージー州Englewood) から入手したモデル6300の5 in 1、デジタルマルチメーター) を用いて、個々の試料を電氣的短絡について試験した。

30

【0065】

すべての試験は、W.A. Hammond Drierite Co. Ltd. (米国オハイオ州Xenia) から入手したDRIERITE 乾燥剤を通過させて湿気を取り除いた後、活性炭を通過させて有機汚染を除去した空気中で実施された。蒸気試験は、相対湿度レベルを変化させた空気を導入した試験室内に配置した試料を使用して行った。

40

【0066】

相対湿度パーセント (%相対湿度) の静電容量応答試験

周囲温度における様々なレベルの相対湿度に対する反応について、センサ素子試料を試験した。単純なフロールー送達システムを使用して、公知のレベルの相対湿度を測定のために静電容量型センサに送達した。ポリテトラフルオロエチレン (PTFE) 管材を送気システム全体にわたって用いた。曝露濃度を、蒸留水を収容した温度制御蒸発フラスコを通る10 L / 分の空気流によって発生させた。二重壁フラスコ中の水の温度を、VWRからの加熱/冷却サーキュレーターによって制御し、乾燥空気流を、Matheson 気体流量計によって調節した。気体流の相対湿度を、Omega Engineering Inc. (米国コネチカット州Stamford) から入手可能なiTHX-M湿度計

50

で監視した。加湿した空気を、湿度センサ（上で調製したもの）を含む（制御温度に保持された）試験室に導入した。ばね荷重式プローブ（spring loaded probe）を用いて、湿度センサの電極を、LCRメーター（Instek America, Corp.（米国カリフォルニア州Chino,）からInstekモデル821 LCRメーターとして入手可能）を備えた操作回路に接続した。静電容量型センサの静電容量（ピコファラド（pF））の変化を、水蒸気試験の全経過において、特定の時間間隔で、1 kHz及び1 Vの周波数で監視した。かかる低い作動電位及び高い振動周波数の選択によって、測定された気体流中に存在する電気分解水に関連したいかなる考えられるファラデープロセスからの干渉もないことが保証された。

【0067】

10

比較例 A

比較実施例 A は、一般的なセンサ素子の調製手順に従って、3 M ペルフルオロスルホン酸アイオノマー（スルホン酸塩等価物当たり 825 グラム、3 M Company（米国ミネソタ州Saint Paul）から入手可能）共重合体の 20.0 重量%の固体の、60/40（重量/重量）n-プロパノール/水溶液を使用して準備された。3 M ペルフルオロスルホン酸アイオノマーは、テトラフルオロエチレンと 4-スルホナトペルフルオロブトキシ-トリフルオロエチレンとの重合体（すなわち、 $\text{CF}_2 = \text{CF}(\text{O}(\text{CF}_2)_4\text{SO}_3\text{H})$ ）である。

【0068】

スピコーティングを 8000 rpm で行い、厚さ 2191 nm の検出層を得た。試験前に、試料（比較実施例 A）を 150 で 15 分間オープン内に定置した。Instek Model 821 LCRメーターのスプリングクリッププローブを無孔質導電性電極及び透過導電性電極に取り付けることによって、試料（比較実施例 A）を評価した。

20

【0069】

同一の条件下での、比較実施例 A 及び実施例 1 に対する、Omega iTHX-M 湿度メーターを用いて測定した湿度、及び測定した静電容量の値は、表 1 に報告される。

【0070】

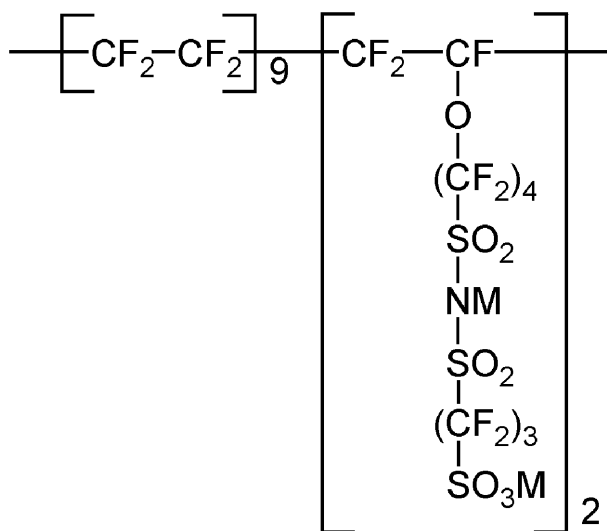
（実施例 1）

実施例 1 は、3 M ペルフルオロスルホン酸アイオノマーの代わりに、下記化学量論式：

【0071】

30

【化 7】



40

を有する重合体 A、ランダムスルホン化共重合体を使用されたことを除いて、概して比較実施例 A と同一のやり方で準備された。重合体 A は、テトラフルオロエチレン単位当たり、比較実施例 A で使用された 3 M ペルフルオロスルホン酸アイオノマーと同一の数のスルホン酸基に本質的に対応する、スルホン酸塩等価物当たり 1120 グラムのスルホン酸

50

塩当量を有する。重合体 A は概して、国際特許公開第 2 0 1 1 / 1 2 9 9 6 7 A 2 号 (Hamrock ら) の実施例 3 に示された手順に従って調製された。

【 0 0 7 2 】

実施例 1 のスピンコーティング条件は、類似の検出層厚さを達成するために改善された。重合体 A の 1 7 . 5 重量パーセントの固体の溶液は、8 0 / 2 0 (重量 / 重量) メタノール / 水で調製された。スピンコーティングを 2 5 0 0 r p m で行い、厚さ 2 1 9 0 n m の検出層を得た。試験前に、試料 (実施例 1) を 1 5 0 ° で 1 5 分間オープン内に定置した。Instek Model 8 2 1 LCRメーターのスプリングクリッププローブを無孔質導電性電極及び透過導電性電極に取り付けることによって、試料 (実施例 1) を評価した。湿度曝露は、比較実施例 A よりもずっと応答がよい、非常に良好な感度を示した。Omega i T H X - M 湿度メーターを用いて測定された相対湿度パーセント (% 相対湿度) 、並びに比較実施例 A 及び実施例 1 に対して同じ条件下で測定された静電容量値が、表 1 (下記) に報告される。

【 0 0 7 3 】

【表 1】

表 1

Omega計測器、 %相対湿度	静電容量、ピコファラド (pF)	
	比較実施例 A	実施例 1
0	1. 4	1. 9
1. 9	1. 6	2. 7
7. 6	2. 7	12. 2
15. 7	6. 7	54. 8
25. 4	23. 5	165. 9
33. 6	63. 4	323. 6
43. 8	154. 8	616. 8
56. 4	373. 1	1225. 6
70. 4	906. 8	2452. 9
80. 4	1967. 3	3856. 7
72. 4	1337. 3	2976. 3
59. 1	694. 4	1637. 4
46. 2	312. 8	859. 0
36. 4	114. 2	477. 4
27. 7	57. 1	243. 5
18. 7	12. 8	93. 4

【 0 0 7 4 】

本明細書において引用した特許及び刊行物はすべて、参照によりその全体を本明細書に組み込む。当業者であれば、本開示の範囲及び趣旨から逸脱することなく本開示の様々な改変及び変更を行うことが可能であり、また、本開示は上記に記載した例示的な実施形態に不要に限定されるべきではない点は理解されるべきである。

【図 1】

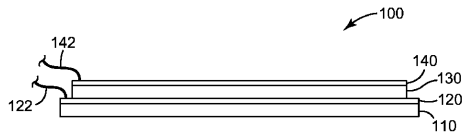


FIG. 1

【図 2】

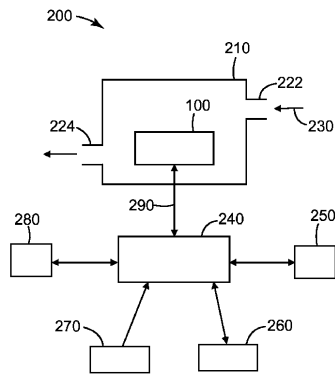


FIG. 2

フロントページの続き

- (72)発明者 グリスカ, ステファン エイチ.
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
- (72)発明者 レウインスキ, クシシュトフ エー.
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
- (72)発明者 パラツォット, マイケル シー.
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

審査官 佐々木 龍

- (56)参考文献 特表2010-540967(JP,A)
特開平02-012047(JP,A)
特開2007-139447(JP,A)
特開昭60-036947(JP,A)
国際公開第2011/129967(WO,A2)
特開2002-324559(JP,A)
特開2006-105628(JP,A)
特表2014-516165(JP,A)

- (58)調査した分野(Int.Cl., DB名)
G01N 27/00-27/49
JSTPlus/JST7580(JDreamIII)