



**ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ**

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ(21)(22) Заявка: **2011148034/28, 19.05.2010**(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
19.05.2010

Приоритет(ы):

(30) Конвенционный приоритет:
22.05.2009 US 61/180,483(45) Опубликовано: **20.08.2013** Бюл. № 23(56) Список документов, цитированных в отчете о
поиске: **WO 2005/111588 A1, 24.11.2005. US**
2004/018948 A1, 23.09.2004. WO 2004/031760
A1, 15.04.2004. US 2004/0062682 A1, 01.04.2004.
WO 2008/033647 A1, 20.03.2008. RU 2315999
C2, 27.01.2008. RU 2181487 C2, 20.04.2002.(85) Дата начала рассмотрения заявки РСТ на
национальной фазе: **22.12.2011**(86) Заявка РСТ:
US 2010/035378 (19.05.2010)(87) Публикация заявки РСТ:
WO 2010/135413 (25.11.2010)Адрес для переписки:
105215, Москва, а/я 26, Н.А.Рыбиной

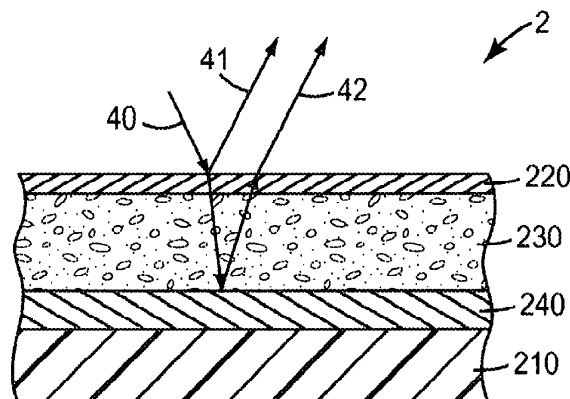
(72) Автор(ы):

ВЕНДЛАНД Майкл С. (US),
РАКОВ Нил А. (US)

(73) Патентообладатель(и):

ЗМ ИННОВЕЙТИВ ПРОПЕРТИЗ
КОМПАНИ (US)**(54) МНОГОСЛОЙНЫЕ КОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЕ ДАТЧИКИ****(57) Реферат:**

Изобретение относится к анализу веществ и может быть использовано при мониторинге состояния окружающей среды. Такие устройства могут содержать по меньшей мере один чувствительный элемент, содержащий по меньшей мере один оптически реагирующий слой, содержащий по меньшей мере высоко чувствительный к аналиту подслой и минимально чувствительный к аналиту подслой. Изобретение обеспечивает увеличение диапазона динамической чувствительности, надежности и точности. 2 н. и 13 з.п. ф-лы, 5 ил.

**ФИГ.1**



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(12) ABSTRACT OF INVENTION(21)(22) Application: **2011148034/28, 19.05.2010**(24) Effective date for property rights:
19.05.2010

Priority:

(30) Convention priority:
22.05.2009 US 61/180,483(45) Date of publication: **20.08.2013 Bull. 23**(85) Commencement of national phase: **22.12.2011**(86) PCT application:
US 2010/035378 (19.05.2010)(87) PCT publication:
WO 2010/135413 (25.11.2010)

Mail address:

105215, Moskva, a/ja 26, N.A.Rybinoj

(72) Inventor(s):

**WENDLAND Michael S. (US),
RAKOW Neal A. (US)**

(73) Proprietor(s):

3M INNOVEJTIV PROPERTIZ KOMPANI (US)**(54) MULTILAYER COLOUR SENSORS**

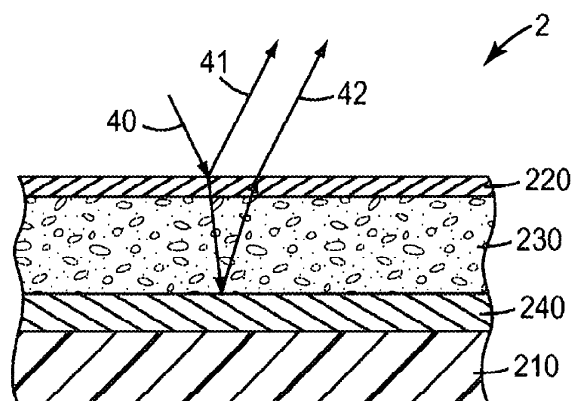
(57) Abstract:

FIELD: physics.

SUBSTANCE: devices may contain at least one sensitive element, having at least one optically reactive layer having at least a sublayer highly sensitive to the analyte and a sublayer minimally sensitive to the analyte.

EFFECT: wider range of dynamic sensitivity, high reliability and accuracy.

15 cl, 5 dwg

**ФИГ.1**

Уровень техники

Обнаружение определяемых при анализе веществ (аналитов), например, органических химических веществ, является важным компонентом во многих приложениях, например, при мониторинге состояния окружающей среды и ему
5 подобных. Обнаружение и/или мониторинг аналитов может проводиться, например, приборами индивидуального пользования (переносными или носимыми на теле или одежде), и/или зональными приборами (которые, например, могут быть установлены в исследуемом окружении).

10 Разработано множество способов обнаружения химических аналитов, включая оптические, гравиметрические, микроэлектромеханические и колориметрические способы. И хотя в настоящее время разработаны колориметрические приборы для широкого спектра аналитов, большинство из них основано на использовании красителей или окрашенных химических веществ-индикаторов. Такие вещества, как
15 правило, являются высоко специфичными, что означает, что для обнаружения различных классов соединений необходимо иметь большой набор датчиков. Более того, большинство таких систем имеет ограниченный срок эксплуатации из-за эффекта фотоотбеливания или побочных химических реакций. Большинство таких систем
20 требует также использования сложного и громоздкого электронно-оптического оборудования для считывания оптических показаний таких датчиков.

Сущность изобретения

В настоящем изобретении предлагаются способы и устройства для обнаружения присутствия определяемого вещества (аналита). Такие способы и устройства могут
25 содержать по меньшей мере один чувствительный элемент, содержащий по меньшей мере один оптически реагирующий слой, содержащий по меньшей мере высоко чувствительный к данному аналиту подслой и минимально чувствительный к данному аналиту подслой.

30 В одном из воплощений изобретения предлагается оптически считываемый чувствительный элемент для оптического обнаружения аналита, содержащий оптически реагирующий слой, расположенный между отражающим слоем и полупрозражающим слоем, причем оптически реагирующий слой содержит по меньшей мере первый, высоко чувствительный к аналиту подслой и второй, минимально
35 чувствительный к аналиту подслой.

Во втором воплощении изобретения предлагается способ изготовления чувствительного элемента для обнаружения аналита, содержащий этапы:
40 формирования полу-отражающего слоя на оптически прозрачной основе; формирования слоя минимально чувствительного к аналиту материала поверх полупрозражающего слоя; формирования слоя высоко чувствительного к аналиту материала поверх слоя минимально чувствительного к аналиту материала; и формирования проницаемого для аналита отражающего слоя поверх слоя высоко чувствительного к аналиту материала.

45 Еще в одном воплощении изобретения предлагается способ использования чувствительного элемента, содержащий этапы: обеспечения оптически считываемого чувствительного элемента, предназначенного для обнаружения аналита и содержащего оптически реагирующий слой, расположенный между отражающим
50 слоем и полупрозражающим слоем и содержащий по меньшей мере первый, высоко чувствительный к аналиту подслой и второй, минимально чувствительный к аналиту подслой; и воздействия на чувствительный элемент атмосферы, потенциально содержащей исследуемый аналит.

Данные, а также прочие воплощения изобретения будут более ясны из приведенного ниже подробного описания изобретения. Кроме того, приведенные выше краткие описания воплощений изобретения ни в коей мере не следует рассматривать как ограничения предмета изобретения, так как предмет изобретения определяется исключительно прилагаемой формулой изобретения, которая может быть скорректирована в процессе рассмотрения заявки.

Краткое описание чертежей

Фиг.1. Сечение фрагмента чувствительного элемента в соответствии с одним из воплощений изобретения.

Фиг.2. Сечение фрагмента чувствительного элемента в соответствии с еще одним воплощением изобретения.

Фиг.3. Общий вид спектра отражения чувствительного элемента в соответствии с воплощениями настоящего изобретения.

Фиг.4. Сечение оптически реагирующего слоя чувствительного элемента.

Фиг.5. График полученной на основании экспериментальных данных зависимости наблюдаемого оптического сдвига различных чувствительных элементов под воздействием различных концентраций исследуемого аналита.

Аналогичные номера позиций на чертежах обозначают аналогичные элементы. Если явно не указано иное, все чертежи в настоящей заявке не обязательно выполнены в масштабе, и приводятся с целью иллюстрации различных воплощений изобретения. В частности, размеры различных компонентов на чертежах являются только лишь иллюстративными, и никаких выводов о пропорциях размеров различных компонентов из данных чертежей делать не следует. Несмотря на то, что в настоящей заявке могут использоваться такие термины, как «верх», «низ», «верхний», «нижний», «вверх», «вниз», «под», «над», «передний», «задний», «наружу», «вовнутрь», «первый» и «второй», следует понимать, что данные термины используются только в их относительном смысле, если явно не указано иное. В частности, такие характеристики, как «низкий», «средний» и «высокий», употребляемые в отношении определенных параметров (например, концентрации), следует понимать как относительные (сравнительные) в рамках данного контекста (так, например, «средней» считается концентрация между «низкой» и «высокой» в рамках одного и того же контекста).

Подробное описание изобретения

На фиг.1 и 2 представлены различные воплощения предлагаемого чувствительного элемента 2. Чувствительный элемент 2 представляет собой многослойную структуру, содержащую по меньшей мере оптически реагирующий слой 230, расположенный между отражающим слоем 240 и полу-отражающим слоем 220, так что упомянутые слои в сочетании образуют так называемый интерференционный фильтр, характеризующийся спектром отражения, который может меняться в присутствии аналита. Чувствительный элемент 2 имеет спектр отражения, общий вид которого изображен на фиг.3. Данный спектр содержит один или более пиков (например, пики 181, 183 и 184) и впадин (например, 185), соответствующие различным длинам волны отраженного света и которые могут меняться в присутствии аналита или при изменении концентрации аналита (здесь и далее в настоящем описании упоминания концентрации аналита относятся к концентрации аналита в атмосфере, под воздействием которой находится чувствительный элемент). Так, например, присутствие достаточного количества аналита может вызывать сдвиг пиков и впадин спектра отражения, изображенного на фиг.3, в сторону большей длины волны. Спектр отражения чувствительного элемента 2 может быть определен визуально, то есть по

его внешнему виду (например, по относительно преобладающему цвету или оттенку), который может меняться в присутствии достаточного количества аналита. То есть, при воздействии на него достаточной концентрации аналита внешний вид чувствительного элемента 2 может меняться от первого (исходного) внешнего вида ко
 5 второму внешнему виду, визуально отличимому от первого внешнего вида.

Чувствительный элемент 2 может быть оптически считан при воздействии на него лучей 40 падающего света (как показано на фиг.1 и 2) и наблюдении за светом, отраженным от чувствительного элемента 2. Для обеспечения лучей 40 не требуется
 10 специального внешнего источника света (хотя при необходимости могут использоваться один или более специальных источников света). Лучи 40 света могут исходить из единственного дискретного источника света; или же в качестве источника лучей 40 света может использоваться внешнее освещение (которое в свою очередь может исходить от нескольких дискретных источников света, представлять собой
 15 сочетание света, исходящего непосредственно от источников света, и отраженного света, может быть солнечным светом и прочими видами освещения).

В воплощениях, содержащих конструкцию, изображенную на фиг.1, чувствительный элемент 2 содержит (по порядку): полу-отражающий слой 220, оптически реагирующий слой 230, отражающий слой 240 и основу 210. При
 20 считывании чувствительного элемента 2 лучи 40 света падают на полу-отражающий слой 220. Некоторая часть лучей 40 света может отражаться от полу-отражающего слоя 220 и выходить из чувствительного элемента 2 в виде лучей 41 света. Еще одна часть лучей 40 света может проходить через полу-отражающий слой 220 и далее через
 25 оптически реагирующий слой 230 к отражающему слою 240. По меньшей мере часть данных лучей может отразиться от отражающего слоя 240 и выйдет из чувствительного элемента 2 в виде лучей 42 света. Лучи 41 и 42 могут взаимодействовать (интерферировать конструктивно и/или деструктивно), в
 30 совокупности формируя спектр отражения чувствительного элемента, который может меняться в присутствии аналита или при изменении концентрации аналита.

В воплощении, изображенном на фиг.1, аналит может проникать через полуотражающий слой 220 и попадать в оптически реагирующий слой 230. Это может приводить к изменению оптических свойств (например, оптической толщины) по
 35 меньшей мере части слоя 230 (например, одного из подслоев слоя 230, как будет более подробно описано ниже), в результате чего спектр света, отраженного чувствительным элементом 2, может в достаточной мере измениться, что позволит обнаружить присутствие аналита и/или наблюдать за изменением его концентрации.

В воплощении, изображенном на фиг.1, полу-отражающий слой 220 является
 40 проницаемым для аналита, и данное его свойство может быть обеспечено способами, которые будут обсуждаться ниже, так чтобы данный слой был связан по газообразной среде с оптически реагирующим слоем 230, в результате чего аналит сможет попасть в оптически реагирующий слой 230 через слой 220. В воплощении, изображенном на
 45 фиг.1, отражающий слой 240 может быть проницаемым или не проницаемым для аналита. В воплощении, изображенном на фиг.1, может не требоваться прохождение света через основу 210 или его взаимодействие с основой 210 при оптическом считывании чувствительного элемента 2, поэтому основа 210 не обязательно должна обладать какими-то определенными оптическими свойствами (например,
 50 прозрачностью).

Другое воплощение чувствительного элемента 2 изображено на фиг.2. В воплощениях, содержащих конструкцию, изображенную на фиг.2, чувствительный

элемент 2 содержит (по порядку): основу 210 (дополнительно возможную),
 полупрозражающий слой 220, оптически реагирующий слой 230 и отражающий слой 240.
 Лучи 40 света падают на основу 210 и проходят через нее. Некоторая часть лучей 40
 света может отражаться от полу-отражающего слоя 220 и выходить из
 5 чувствительного элемента 2 в виде лучей 41 света. Еще одна часть лучей 40 света
 может проходить через полу-отражающий слой 220 и далее через оптически
 реагирующий слой 230 к отражающему слою 240. По меньшей мере часть данных
 лучей может отразиться от отражающего слоя 240 и выйдет из чувствительного
 10 элемента 2 в виде лучей 42 света. Лучи 41 и 42 могут взаимодействовать, в
 совокупности формируя спектр отражения чувствительного элемента, который может
 меняться в присутствии аналита или при изменении концентрации аналита.

В воплощении, изображенном на фиг.2, аналит может проникать через
 отражающий слой 240 и попадать в оптически реагирующий слой 230. Это может
 15 приводить к изменению оптических свойств (например, оптической толщины по
 меньшей мере части слоя 230 (например, подслоя 230, как будет более подробно
 описано ниже), в результате чего спектральный состав света, отраженного от
 чувствительного элемента 2, может значительно меняться, что может позволить
 20 зафиксировать присутствие аналита и/или изменение его концентрации. В
 воплощениях, в которых используется конструкция, изображенная на фиг.2,
 отражающий слой 240 является проницаемым для аналита (способы достижения
 данного свойства будут подробно обсуждаться ниже), и связан с оптически
 реагирующим слоем 230 по исследуемой среде. В конструкции, изображенной на фиг.2,
 25 полу-отражающий слой 220 может быть проницаемым или непроницаемым для
 аналита. В конструкции, изображенной на фиг.2, свет может беспрепятственно
 проходить через основу 210, то есть основа 210 может быть оптически прозрачной в
 соответствующем диапазоне длины волны.

Свойства оптически реагирующего слоя 230, основы 210 (если таковая имеется),
 полу-отражающего слоя 220 и/или отражающего слоя 240, их прочие характеристики и
 способы их изготовления будут более подробно описаны ниже. Данные свойства
 подразумеваются как таковые, что из них в целом может быть изготовлен
 отражающий чувствительный элемент (работающий по принципу интерференции
 35 света), в частности, в соответствии с обоими воплощениями, изображенными на фиг.1
 и 2 и описанными выше (или в соответствии с одним из них, в случаях, когда это явно
 оговорено). Сведущим в данной области техники будет понятно, что хотя на чертежах
 различных чувствительных элементов могут использоваться одни и те же номера
 40 позиций для обозначения вышеупомянутых слоев, слои, обозначенные такими
 номерами позиций, могут иметь одинаковые или различные конфигурации и/или
 состав.

Оптически реагирующий слой 230 определяется как слой, имеющий оптическую
 толщину (физическая толщина, умноженная на коэффициент преломления), по
 45 меньшей мере часть которой может меняться в присутствии аналита, в результате чего
 спектр отражения, определяемый сочетанием оптически реагирующего слоя 230,
 отражающего слоя 240 и полу-отражающего слоя 220, может значительно сдвигаться
 (где под термином «значительно» понимается, что в обычных условиях эксплуатации
 50 чувствительного элемента 2 может быть зафиксировано изменение внешнего вида
 чувствительного элемента 2) при воздействии на чувствительный элемент 2
 определенной концентрации аналита. В частности, оптически реагирующий слой 230,
 будучи расположен между подходящими отражающим слоем 240 и полу-отражающим

слоем 220, может характеризоваться сдвигом спектра отражения по меньшей мере на 15 нм при воздействии на чувствительный элемент 2 атмосферы, содержащей 1000 ppm стирола как достаточно представительного типа исследуемого органического аналита. Здесь и далее все упоминания о сдвиге спектра относятся к результатам измерений в соответствии с процедурой измерений, описанной в разделе «Реакция образцов на тестовый аналит» ниже. Термин «оптически реагирующий», употребляемый в отношении слоя 230 дополнительно означает, что суммарная (физическая) толщина слоя 230, считая все его подслои в целом, по порядку величины равна длине волны видимого света или близка к ней (то есть составляет от примерно 100 нм до примерно 2000 нм). В различных воплощениях суммарная физическая толщина слоя 230 может составлять от примерно 200 нм до примерно 1500 нм, от примерно 400 нм до примерно 1000 нм, или от примерно 500 нм до примерно 800 нм (все вышеупомянутые значения толщины относятся к физической толщине, а не к оптической толщине, если явно не указано иное.)

Оптически реагирующий слой 230 может содержать по меньшей мере два подслоя 232 и 236, как показано на фиг.4. Подслоем 232 является высокочувствительным к аналиту подслоем (в контексте настоящего описания), а подслоем 236 является подслоем, минимально чувствительным к аналиту подслоем (также в контексте настоящего описания). В различных воплощениях толщина высокочувствительного к аналиту подслоя 232 может составлять от примерно 100 нм до примерно 700 нм. Толщина минимально чувствительного к аналиту подслоя 236 в различных воплощениях может составлять от примерно 700 нм до примерно 100 нм. В различных воплощениях суммарная толщина подслоев 232 и 236 может составлять от примерно 200 нм до примерно 1500 нм. В некоторых воплощениях суммарная толщина подслоев 232 и 236 может составлять от примерно 400 нм до примерно 1000 нм, или от примерно 500 нм до примерно 800 нм. В различных воплощениях отношение толщины подслоя 232 к толщине подслоя 236 может составлять от примерно 1:8 до примерно 8:1. В отдельных воплощениях отношение толщины подслоя 232 к толщине подслоя 236 может составлять от примерно 1:4 до примерно 4:1, или от примерно 1:2 до примерно 2:1.

В различных воплощениях подслои 232 и 236 могут находиться в непосредственном контакте друг с другом и могут иметь совмещенные края (то есть быть наложены друг на друга и иметь совмещенные, идентичные по размеру и форме периметры). В некоторых воплощениях оптически реагирующий слой 230 может иметь совмещенные края с отражающим слоем 240 и/или полу-отражающим слоем 220.

Подслоем 232 является высокочувствительным по отношению к исследуемому аналиту, что достигается за счет выбора подходящих материалов, которые содержит подслоем 232. В данном контексте «высоко чувствительный к аналиту» означает, что подслоем 232 является достаточно проницаемым для аналита, и что присутствие аналита в слое 232 приводит к изменению оптической толщины подслоя 232, а следовательно, и оптической толщины всего слоя 230, достаточному для того, чтобы произошел заметный сдвиг спектра отражения чувствительного элемента 2. В частности, термин «высоко чувствительный к аналиту» означает, что подслоем 232 изготовлен из материала, который, будучи помещен между подходящим отражающим слоем и полу-отражающим слоем в виде слоя толщиной 400-800 нм, имеет спектр отражения, который сдвинется по меньшей мере примерно на 15 нм под воздействием атмосферы, содержащей примерно 50 ppm стирола. (Как было указано выше, здесь, до этого и далее стирол упоминается как полезный представительный органический

аналит, то есть как аналит, удобный для описания характеристик чувствительности материалов, используемых в настоящем изобретении. Упоминание в данном контексте стирола ни коим образом не следует рассматривать как ограничение области применения настоящего изобретения приложениями, связанными с наблюдением за концентрацией стирола.) В различных воплощениях высоко чувствительный к аналиту подслой 232 может быть изготовлен из материала, который, будучи помещен между подходящим отражающим слоем и полу-отражающим слоем в виде слоя толщиной 400-800 нм, имеет спектр отражения, который под воздействием атмосферы, содержащей примерно 50 ppm стирола, сдвинется по меньшей мере примерно на 25 нм, по меньшей мере примерно на 35 нм или по меньшей мере примерно на 45 нм.

Подслой 236 является минимально чувствительным к исследуемому аналиту, что достигается за счет выбора материалов, которые содержит подслой 236. В данном контексте «минимально чувствительный к аналиту» означает или что подслой 236 является достаточно непроницаемым по отношению к аналиту, и/или что присутствие аналита в слое 236 не приводит к изменению оптической толщины подслоя 236, которая проявилась бы в изменении оптических свойств слоя 230 в виде заметного сдвига спектра отражения чувствительного элемента 2. В частности, термин «минимально чувствительный к аналиту» означает, что подслой 236 изготовлен из материала, который, будучи помещен между подходящим отражающим слоем и полуотражающим слоем в виде слоя толщиной 400-800 нм, имеет спектр отражения, который под воздействием атмосферы, содержащей примерно 20 ppm стирола, сдвинется не более чем примерно на 10 нм. В различных воплощениях минимально чувствительный к аналиту подслой 236 изготовлен из материала, который, будучи помещен между подходящим отражающим слоем и полу-отражающим слоем в виде слоя толщиной 400-800 нм, имеет спектр отражения, который под воздействием атмосферы, содержащей примерно 20 ppm стирола, сдвинется не более чем примерно на 5 нм, не более чем примерно на 3 нм, не более чем примерно на 1 нм.

За счет использования в оптически реагирующем слое 230 подслоя 230, содержащего высоко чувствительный к аналиту материал, и подслоя 236, содержащего минимально чувствительный к аналиту материал, общей чувствительностью слоя 230 (а следовательно, и всего чувствительного элемента 2) к данному уровню концентрации аналита можно управлять, меняя вклад в слой 230 от каждого из подслоев. Так, например, чувствительный элемент, содержащий оптически реагирующий слой 230, содержащий минимально чувствительный к аналиту подслой 236, может требовать присутствия аналита в более высокой концентрации, чтобы произошел сдвиг спектра отражения, сравнимый со сдвигом спектра отражения элемента, содержащего оптически реагирующий слой 230 примерно такой же толщины, но не содержащего подслоя 236.

Так, например, в одном из воплощений изобретения чувствительный элемент 2 может содержать оптически реагирующий слой 230, содержащий высоко чувствительный к аналиту подслой 232 и минимально чувствительный к аналиту подслой 236 в такой конфигурации, что (даже несмотря на то, что высоко чувствительный к аналиту подслой 232 может быть изготовлен из материала, который, будучи помещен между подходящим отражающим слоем и полу-отражающим слоем в виде слоя толщиной 400-800 нм, имеет спектр отражения, сдвигающийся, например, на 100 нм под воздействием атмосферы, содержащей 200 ppm стирола) сдвиг спектра отражения чувствительного элемента 2 под воздействием атмосферы, содержащей 200 ppm стирола, составит не более чем примерно 40 нм. В

различных воплощениях чувствительный элемент 2 может содержать высоко чувствительный к аналиту слой 232 и минимально чувствительный к аналиту подслою 236 в такой конфигурации, что сдвиг спектра отражения чувствительного элемента 2 под воздействием атмосферы, содержащей 200 ppm стирола, составит не более чем примерно 30 нм, или не более чем примерно 20 нм.

Кроме того, путем выбора подходящей толщины минимально чувствительного к аналиту подслоя 236 в сочетании с подходящей толщиной высоко чувствительного к аналиту подслоя 232, что обеспечивает определенную суммарную толщину оптически реагирующего слоя 230, может быть получен исходный спектр отражения чувствительного элемента 2 (то есть его спектр отражения в отсутствии аналита или в присутствии аналита в необнаружимой концентрации), который может, например, придавать чувствительному элементу 2 определенный внешний вид при визуальном осмотре (например, определенный цвет). За счет такой конфигурации может быть изготовлен чувствительный элемент 2, содержащий подслои 232 и 236 и имеющий такой же внешний вид, который имел бы чувствительный элемент 2, содержащий только высоко чувствительный к аналиту материал (и не содержащий подслоя 236), и в то же время чувствительный к другой (более высокой) концентрации аналита, чем чувствительный элемент 2, содержащий только высоко чувствительный к аналиту материал.

Таким образом, использование оптически реагирующего слоя 230, содержащего подслои 232 и 236, позволяет получить чувствительный элемент 2, чувствительный к требуемому диапазону концентраций аналита, а также имеющий требуемый внешний вид.

Такое сочетание высоко чувствительного к аналиту подслоя 232 и минимально чувствительного к аналиту подслоя 236 может обеспечивать преимущества, важные по меньшей мере для некоторых приложений. В частности, сведущим в данной области техники известно, что отражательные датчики общего типа, используемые в настоящее время, могут быть подвержены явлению, именуемому «циклический переход». Циклический переход означает, что под воздействием достаточно высокой концентрации аналита спектр отражения датчика может меняться настолько, что датчик примет внешний вид, близкий к его исходному внешнему виду, который он имел в отсутствие аналита. (При воздействии еще более высоких концентраций аналита возможны и дальнейшие превращения внешнего вида датчика). К своему удивлению изобретатели обнаружили, что использование оптически реагирующего слоя 230, содержащего высоко чувствительный к аналиту подслою 232 в сочетании с минимально чувствительным к аналиту подслоем 236 позволяет получить чувствительный элемент 2, менее подверженный эффекту циклического перехода. В различных воплощениях свойства и толщина подслоев 232 и 236 могут быть подобраны таким образом, что чувствительный элемент 2 может не быть подверженным эффекту циклического перехода даже при чрезвычайно высоких концентрациях аналита. Так, например, различные воплощения чувствительного элемента 2 могут не иметь эффекта циклического перехода даже при концентрациях органического аналита, например, стирола, вплоть до 200, 400 или даже 1000 ppm.

В различных воплощениях изобретения такая способность не испытывать циклического перехода может быть обеспечена для чувствительных элементов, характеризующихся сдвигом спектра отражения, составляющим менее чем примерно 100 нм, менее чем примерно 80 нм или менее чем примерно 60 нм под воздействием атмосферы, содержащей 200 ppm органического аналита, например,

стирола. В некоторых воплощениях изобретения такая способность не испытывать циклического перехода может быть обеспечена для чувствительных элементов, характеризующихся сдвигом спектра отражения, составляющим менее чем примерно 100 нм, менее чем примерно 80 нм или менее чем примерно 60 нм под воздействием атмосферы, содержащей 400 ppm органического аналита, например, стирола. В некоторых воплощениях изобретения такая способность не испытывать циклического перехода может быть обеспечена для чувствительных элементов, характеризующихся сдвигом спектра отражения, составляющим менее чем примерно 100 нм, менее чем примерно 80 нм или менее чем примерно 60 нм под воздействием атмосферы, содержащей 1000 ppm органического аналита, например, стирола.

Высоко чувствительный к аналиту подслоу 232 может содержать любой материал, обладающий достаточно высокой чувствительностью к аналиту, по сравнению с минимально чувствительным к аналиту подслоем 236, в сочетании с которым он используется. Как было указано выше, подслоу 232 является достаточно проницаемым по отношению к исследуемому аналиту и имеет оптическую толщину, которая под воздействием требуемой концентрации аналита может меняться в достаточной степени для функционирования чувствительного элемента 2 в смысле, описанном выше. И хотя теоретически это не обязательно, оптическая толщина подслоя 232 может меняться при его реакции на аналит, проникающий, например, за счет заполнения пор в материале, по меньшей мере частью которого является подслоу 232, что может приводить к увеличению оптической толщины по меньшей мере за счет увеличения коэффициента преломления. Оптическая толщина подслоя 232 может также меняться при проникновении аналита в подслоу и его набухании, то есть в данном случае оптическая толщина может увеличиваться по меньшей мере за счет увеличения физической толщины слоя. В некоторых материалах реакция на аналит может быть смешанной, то есть представлять собой сочетание упомянутых выше способов реакции на аналит. В некоторых материалах при некоторых концентрациях аналита может преобладать один из упомянутых выше типов реакции, а при других концентрациях - второй из упомянутых типов реакции; и так далее.

В некоторых воплощениях подслоу 232 содержит пористый материал. В данном контексте «пористый» означает, что материал содержит внутренние поры, которые по меньшей мере частично сообщаются между собой. Могут быть, например, выбраны материалы со средним размером пор (определяемым, например, методом изотермической сорбции) менее чем примерно 100 нм. В некоторых воплощениях могут быть, например, выбраны материалы со средним размером пор менее чем примерно 20 нм, менее чем примерно 10 нм или менее чем примерно 2 нм. Подслоу 232 может быть однородным или гетерогенным и может быть, например, изготовлен из одного или более неорганических компонентов, одного или более органических компонентов, или из смеси органических и неорганических компонентов. Типичные неорганические материалы, которые могут быть использованы для изготовления подслоя 232, включают оксиды металлов, нитриды металлов, оксинитриды металлов и прочие неорганические материалы, из которых могут быть сформированы прозрачные (и при необходимости пористые слои) подходящей толщины, имеющие подходящую оптическую чувствительность. Так, например, подслоу 232 может содержать оксиды кремния, нитриды кремния, оксинитриды кремния, оксиды алюминия, оксиды титана, нитриды титана, оксинитриды титана, оксиды олова, оксиды циркония, цеолиты и их сочетания.

Особенно подходящим неорганическим материалом, чувствительным к аналиту, может быть пористый кремнезем. Пористые кремнеземы могут быть, например, изготовлены путем обработки золево-гельных смесей, с органической матрицей или без нее. Примеры органических матриц включают поверхностно-активные вещества, например, анионные или неионные, такие, как соли алкилтриметиламмония блочные полимеры типа поли(этиленоксид-со-пропилен оксид), а также прочие поверхностно-активные вещества и полимеры. Золево-гельные смеси могут быть преобразованы в силикат, и из них может быть удалена органическая матрица, в результате чего в кремнеземе останется сеть пор. В качестве органической матрицы может быть использовано широкое разнообразие органических молекул. Так, например, для получения пористого силиката могут быть использованы сахара, такие, как глюкоза и манноза. Для того, чтобы сделать поры более гидрофобными и ограничить поглощение ими водяного пара, в золево-гельные композиции могут быть включены орстано-замещенные силосаны или орстано-бис-силосаны. Для получения неорганических пористых материалов, чувствительных к аналиту, может также использоваться плазменно-химическое осаждение паров. Данный способ в целом основан на формировании плазмы из газообразных предшественников, нанесении слоя плазмы на основу с образованием аморфного слоя с неупорядоченной сетью ковалентных связей и последующем нагревании аморфного слоя с неупорядоченной сетью ковалентных связей с образованием пористого аморфного слоя с неупорядоченной сетью ковалентных связей. Такие способы и материалы более подробно описаны в патентной заявке США 2008/078281 («Датчики для обнаружения органических химических веществ, содержащие микропористый слой, полученный способом плазменного осаждения, способы их изготовления и использования»), упоминаемой в настоящей заявке для ссылки.

В некоторых воплощениях оптически реагирующий слой 230 содержит, по меньшей мере частично, кремний-органические материалы, под которым в контексте настоящей заявки понимаются гибридные соединения, содержащие ковалентно связанную трехмерную сетку из атомов кислорода и кремния (-Si-O-Si-) и некоторое количество органических функциональных групп R (где R обозначает углеводородную группу, возможно, содержащую гетероатомы), связанных с кремний-кислородной сеткой по меньшей мере одной связью Si-C. Такие материалы и способы их изготовления более подробно описаны в предварительной патентной заявке США 61/140131 («Аморфные микропористые кремний-органические соединения»), упоминаемой в настоящей заявке для ссылки.

В некоторых воплощениях высоко чувствительный к аналиту подслой 232 по меньшей мере частично изготовлен из компонентов, выбранных из семейства материалов, содержащих так называемые «полимеры с присущей микропористостью» (PIM). Описание и характеристики полимеров данного семейства приводятся, например, в публикациях "Polymers of Intrinsic Microporosity (PIMs): Robust, Solution-Processable, Organic Microporous Materials," Budd et al., Chem. Commun., 2004, pp.230-231; "Polymers of Intrinsic Microporosity (PIMs)," McKeown et al., Chem. Eur. J., 2005, 11, No.9, 2610-2620; в опубликованной патентной заявке США 2006/0246273 (McKeown с соавторами); а также в международной патентной публикации WO 2005/012397A2 (McKeown с соавторами); все упомянутые выше публикации упоминаются в настоящей заявке для ссылки.

Полимеры с присущей микропористостью могут быть получены из любых сочетаний мономеров, которые приводят к образованию очень жесткого полимера, в

котором имеются достаточные структурные черты, придающему ему сильно закрученную структуру. В некоторых воплощениях полимеры с присущей микропористостью могут содержать органические макромолекулы, содержащие в целом плоские группы, связанные жесткими связующими группами, содержащими точку скручивания, в результате чего две смежные группы, связанные такой связующей группой, не будут находиться в одной плоскости. В некоторых воплощениях такие материалы могут содержать органические макромолекулы, содержащие первые в целом плоские группы, связанные жесткими связующими группами максимум с двумя другими упомянутыми первыми группами, причем упомянутые связующие группы имеют точку скручивания, в результате чего две смежные первые плоские группы не будут находиться в одной плоскости. В некоторых воплощениях такая точка скручивания может содержать вращающую группу, кольцо с мостиком или стерически стесненную одиночную ковалентную связь, вращение вокруг которой ограничено.

Полимерные цепи такого полимера, имеющего жесткую и скрученную структуру, не могут упаковаться друг с другом достаточно плотно, в результате чего и возникает присущая такому полимеру микропористость. Преимуществом полимеров с присущей микропористостью является то, что их микропористость не зависит существенно от тепловой предыстории материала. Прочими преимуществами полимеров с присущей микропористостью могут быть, например, воспроизводимость в больших количествах и отсутствие свойств, меняющихся со временем (например, в течение времени выдержки или в течение срока хранения изделия), и прочие.

В некоторых воплощениях оптически реагирующий слой 230 содержит, по меньшей мере частично, пористый полимерный материал с большим количеством поперечных связей. Примерами таких материалов являются стирольные смолы со сверхвысоким количеством поперечных связей типа «стиросорб» (описаны, например, в публикациях V.A. Davankov and P. Tsyurupa, *Pure and Appl. Chem.*, vol.61, pp.1881-89 (1989); L.D. Belyakova, T.I. Schevchenko, V.A. Davankov and M.P. Tsyurupa, *Adv. in Colloid and Interface Sci.* vol.25, pp.249-66, (1986)), включая материалы производства Purolite (Бала-Цинвид, штат Пенсильвания, США), предлагаемые под торговым наименованием Styrosorb.

Во многих приложениях может быть предпочтительно, чтобы подслой 232 был гидрофобным. Это может, например, уменьшать вероятность влияния воды (в жидком состоянии) или водяного пара на чувствительность подслоя 232 и его способность обнаруживать аналит, например, обнаруживать пары органических растворителей. В некоторых воплощениях высоко чувствительный к аналиту подслой 232 изготовлен из материала, который, будучи помещен между подходящим отражающим слоем и полупрозражающим слоем в виде слоя толщиной 400-800 нм, будет иметь спектр отражения, который будет сдвигаться не более чем примерно на 15 нм под воздействием атмосферы, относительная влажность которой составляет 90%.

Дополнительные свойства и характеристики подходящих материалов для изготовления высоко чувствительного к аналиту подслоя 232, а также способы изготовления подслоя 232 из таких материалов подробно описаны, например, в патентной заявке США 2008/0063874, упоминаемой в настоящей заявке для ссылки.

В различных воплощениях подслой 232 может содержать сочетания (например, смеси, композитные структуры и им подобные) вышеперечисленных материалов, и/или множество слоев таких материалов.

Минимально чувствительный к аналиту подслой 236 может содержать любой

материал, который, во-первых, имеет достаточно низкую (включая нулевую и/или неизмеримо малую) оптическую чувствительность к аналиту (а также к любым другим веществам, которые могут препятствовать обнаружению исследуемого аналита), по сравнению с высоко чувствительным к аналиту подслоем 232, в сочетании с которым он используется; во-вторых, совместим со способами обработки, применяемыми для изготовления подслоя 232 (которые будут более подробно описаны ниже); и в-третьих, оптически совместим с высоко чувствительным к аналиту подслоем 232. Под «оптически совместимым» понимается, что подслоем 236 содержит материал или материалы, в достаточной степени оптически прозрачные, и имеющие показатели преломления, достаточно близкие к показателю преломления подслоя 232, в результате чего обеспечивается функционирование чувствительного элемента 2. То есть, разность между показателями преломления подслоев 232 и 236 не должна быть настолько большой, чтобы свет, отраженный от границы раздела между подслоями 232 и 236, оказывал существенное негативное влияние на функционирование чувствительного элемента 2 (например, за счет того, что будет существенно уменьшаться количество света, который должен пройти через 236 и попасть в высоко чувствительный к аналиту подслоем 232). Кроме того, термин «оптически совместимый» в отношении подслоя 232 дополнительно означает, что подслоем 236 не содержит каких-либо границ раздела, частиц, наполнителей, полостей и прочего, что могло бы отражать, поглощать и/или рассеивать свет в степени, неприемлемо искажающей спектр отражения чувствительного элемента 2.

Подслоем 236 может быть минимально чувствительным к аналиту за счет того, что он является относительно непроницаемым для исследуемого аналита, то есть за счет того, что в подслоем 236 не может проникнуть достаточное количество аналита для возникновения в подслоем реакции на него. В некоторых воплощениях подслоем 236 может содержать материалы, обладающие усиленными барьерными свойствами. (В таком случае подслоем 236 предпочтительно должен быть расположен на стороне высоко чувствительного к аналиту подслоя 232, противоположной по отношению к стороне, через которую аналит проникает в чувствительный элемент 2, то есть чтобы аналит мог проникнуть внутрь подслоя 232). Подслоем 236 может по меньшей мере частично содержать полукристаллический полимерный материал (например, имеющий высокую температуру плавления T_m), и/или стекловидный материал (например, имеющий высокую температуру остекления T_g), неорганический материал с сетчатой структурой (не имеющий сообщающихся друг с другом пор) и им подобные материалы. В некоторых воплощениях подслоем 236 может быть по меньшей мере в некоторой степени проницаемым для аналита, но может при этом обладать такими свойствами, что присутствие аналита (по меньшей мере в концентрации, меньшей некоторого уровня) внутри подслоя 236 не вызовет оптической реакции со стороны данного подслоя (то есть не вызовет изменения оптической толщины подслоя 236). Например, для изготовления подслоя 236 могут быть выбраны материалы, имеющие достаточное количество поперечных связей, то есть мало склонные к набуханию в присутствии тех или иных материалов (например, воды, органических растворителей и прочих материалов).

В некоторых воплощениях подслоем 236 содержит непористый материал. В других воплощениях подслоем 236 содержит материал, который является пористым, но в котором пористость не препятствует тому, чтобы материал оставался минимально чувствительным к аналиту. Так, например, такой материал может иметь очень низкий уровень пористости и/или может содержать поры, не сообщающиеся друг с другом (в

результате чего способность аналита проникать в данный материал является низкой), или он может содержать поры настолько большие, что исследуемый аналит не будет конденсироваться в порах, пока его концентрация не превысит некоторой заданной концентрации.

5 В некоторых воплощениях подслой 236 содержит гидрофобный материал или материалы (что может уменьшать вероятность негативного влияния воды на обнаружение определенных аналитов). В некоторых воплощениях минимально чувствительный к аналиту подслой 236 изготовлен из материала, который, будучи
10 помещен между подходящим отражающим слоем и полу-отражающим слоем в виде слоя толщиной 400-800 нм, будет иметь спектр отражения, который будет сдвигаться не более чем примерно на 15 нм под воздействием атмосферы, относительная влажность которой составляет 90%.

15 В частности, в воплощениях, в которых высоко чувствительный к аналиту подслой 232 наносится на минимально чувствительный к аналиту подслой 236 из раствора (данный способ будет подробно описан ниже), может быть предпочтительно, чтобы материал подслоя 236 был устойчив против растворения, разложения или иного вида разрушения под действием растворителя, используемого
20 для нанесения подслоя 232. В случае, если подслой 232 содержит вышеупомянутый полимер с присущей микропористостью, может быть предпочтительно, чтобы материал подслоя 236 был устойчив против растворителей, традиционно используемых для растворения полимеров с присущей микропористостью (таких, как, например, хлоробензол, хлороформ, тетрагидропиран, тетрагидрофуран и/или их
25 смеси).

В некоторых воплощениях подслой 236 содержит органический полимерный материал без поперечных связей. В таком случае используемый полимерный материал может быть выбран из числа устойчивых к поглощению исследуемого аналита
30 (аналитов), и/или набуханию в результате поглощения исследуемого аналита (аналитов), например, органических паров. Примеры подходящих материалов включают поли(метакрилонитрил), его сополимеры и смеси. Примеры чувствительных элементов, в которых используются такие материалы, приводятся ниже в примерах 1-5. Прочие подходящие полимерные материалы (например, благодаря высоким
35 значениям T_m и/или T_g и относительно большой гидрофобности) могут включать поли(цианометил акрилат), поли(3,5-диметиладамантил кротонат), поли(1-адамантил акрилат), поли(адамантил кротонат), поли(пентабромобензил акрилат), поли(пентахлорофенил акрилат), поли(адамантил метакрилат), поли(4-цианофенил метакрилат), поли(3,5-диадамантил метакрилат), поли(3-тетрациклододецил метакрилат), поли(2,6-ксиленил метакрилат), поли(метил β -хлороакрилат), поли[4-(4-
40 бифенилил)стирол], поли[3-(4-бифенилил)стирол], поли(2-карбоксистиро́л), поли(2,4-диизопропилстиро́л), поли(2,5-диизопропилстиро́л), поли[4-(1-гидрокси-1-метилэтил)стиро́л], поли[4-(1-гидрокси-1-метилпропил)стиро́л], поли(2-
45 гидроксиметилстиро́л), поли(4-гидроксиметилстиро́л), поли(4-иодостиро́л), поли(α -метилстиро́л), поли(перфторостиро́л) и поли(4-фенилстиро́л).

В некоторых воплощениях подслой 236 содержит органический полимерный материал с поперечными связями. Наличие поперечных связей может обеспечивать
50 повышенную устойчивость материала к поглощению исследуемого аналита (аналитов), и/или набуханию в результате поглощения исследуемого аналита (аналитов). Таким образом, для изготовления подслоя 236 может использоваться целый ряд материалов. Так, например, подслой 236 может содержать материал на

основе полистирола с поперечными связями. Пример чувствительного элемента, в котором используется такой материал, приводится в Примере 7. Кроме того, может использоваться и любой другой подходящий полимерный материал, любого требуемого состава или любой требуемой структуры, возможно, содержащий также добавки, из известных сведущим в данной области техники.

В некоторых воплощениях подслоя 236 содержит органическую полимерную сетку с поперечными связями, полученную в результате полимеризации и/или реакции между многофункциональными мономерами, хорошо известными примерами которых являются акрилатные и метакрилатные мономеры. Смеси таких мономеров наносятся в виде слоя (в виде жидкостей или способом осаждения паров, как описано, например, в патенте США 5877895), после чего компоненты таких смесей могут вступать в реакцию между собой (например, отвердевать под действием облучения), в результате чего из них может образовываться слой с поперечными связями. Подходящие мономеры, олигомеры и прочие компоненты, которые могут использоваться для данной цели, описаны, например, в патенте США 7449146, упоминаемом в настоящей заявке для ссылки. Как было указано выше, такие слои должны готовиться в условиях, обеспечивающих выход продукта, обладающего свойствами, которые (например, высокое содержание поперечных связей) делают его подходящим для использования в качестве подслоя 236. В подслое 236 могут использоваться и прочие полимерные материалы с покрытиями, полученными осаждением паров, включая, например, хорошо известные покрытия, предлагаемые многими производителями под торговым названием Parylene. Независимо от того, содержит ли он поперечные связи или не содержит, может быть предпочтительно, чтобы подслой 236 был гидрофобным, как упоминалось выше.

Подслой 236 может также содержать неорганический материал, например, материал, не обладающий пористостью. Как обсуждалось выше, коэффициент преломления неорганического материала должен быть достаточно близким к коэффициенту преломления подслоя 232, чтобы чувствительный элемент 2 мог функционировать должным образом. Так, например, подслой 236 может содержать оксид кремния (например, нанесенный осаждением из паров). Такой неорганический материал может составлять всю толщину подслоя 236. В иных воплощениях подслой 236 может содержать барьерный подслой органического материала, расположенный в непосредственной близости к подслою 232, и фоновой подслою (например, из органического полимерного материала), расположенный за неорганическим барьерным подслоем и предназначенный для обеспечения требуемой суммарной толщины подслоя 236. (Чувствительный элемент, в котором используется такой подход, описан в Примере 6.) Если неорганический материал является достаточно непроницаемым по отношению к аналиту, то фоновой слой может содержать любой подходящий материал (не обязательно непроницаемый по отношению к аналиту), так как при такой конструкции он служит просто заполнителем объема, и поэтому его барьерные свойства и/или чувствительность к аналиту могут не иметь значения.

В различных воплощениях подслой 236 может содержать сочетания (например, в виде смесей, композитов и прочие) вышеупомянутых материалов, и/или множество слоев таких материалов.

Чувствительный элемент 2 может содержать отражающий слой 240. В некоторых воплощениях отражающий слой 240 может быть нанесен (например, различными способами, описанными в настоящей заявке) на поверхность ранее сформированного

оптически реагирующего слоя 230; или же отражающий слой 240 может быть нанесен на основу 210, после чего на него может быть нанесен прочий слой (или прочие слои) чувствительного элемента 2.

Отражающий слой 240 может содержать любой подходящий материал, который может обеспечивать достаточную отражающую способность. Подходящие материалы для изготовления отражающего слоя могут включать металлы или полуметаллы, такие как алюминий, хром, золото, никель, кремний, титан, платину, палладий и серебро. Прочие подходящие материалы, которые могут быть включены в отражающий слой, могут включать оксиды металлов. В некоторых воплощениях отражающий слой может иметь отражающую способность, составляющую по меньшей мере 90% (то есть пропускать не более 10% света), а в отдельных воплощениях - по меньшей мере 99% (то есть пропускать не более 1% света) на длине волны примерно 500 нм.

В некоторых воплощениях (например, в которых используется конструкция, изображенная на фиг.2) может быть предпочтительным, чтобы отражающий слой 240 был проницаемым по отношению к исследуемому анализу. Это может быть обеспечено, например, путем формирования отражающего слоя 240 из наночастиц, уложенных в виде структуры, напоминающей россыпь бисерных шариков, через которые может проникать аналит и попадать в оптически реагирующий слой 230.

Могут использоваться наночастицы различных металлов. Наиболее часто используемые металлы включают серебро, никель, золото, платину, палладий и сплавы из данных металлов. Металлы, подверженные окислению (например, алюминий), также могут использоваться, но их использования предпочтительно следует избегать в пользу менее подверженных воздействию воздуха металлов. Металлические наночастицы могут быть полностью монолитными, или могут иметь слоистую структуру (например, структуру типа ядро-оболочка из серебра и палладия). Средний диаметр наночастиц может составлять, например, от примерно 1 нм до примерно 100 нм, от примерно 3 нм до примерно 50 нм, или от примерно 5 нм до примерно 30 нм. Суммарная толщина слоя металлических наночастиц может составлять, например, менее, чем примерно 500 нм, или менее чем примерно 200 нм, а минимальная толщина слоя может составлять, например, по меньшей мере 5 нм, по меньшей мере 10 нм или по меньшей мере примерно 20 нм. И хотя может использоваться и монослой наночастиц большого диаметра, обычно используется слой толщиной в несколько наночастиц, например, от 2 наночастиц или более, 3 или более, 4 или более, 5 или более, и до 5, 10, 20, или 50 наночастиц. Отражающий слой из металлических наночастиц может, например, иметь коэффициент отражения, составляющий по меньшей мере 40%, по меньшей мере 50% или по меньшей мере 60% на длине волны 500 нм. В некоторых воплощениях отражающий слой из металлических наночастиц может иметь коэффициент отражения, составляющий по меньшей мере 80%, по меньшей мере 90% или даже по меньшей мере 99% на длине волны 500 нм.

Растворы и суспензии подходящих наночастиц металлов предлагаются различными поставщиками и включают проводящие серебряные чернила для струйной печати AG-II-G-100-S1 (производства Cabot Printable Electronics and Displays); чернила SILVERJET.TM.DGH 50 и DGP 50 (производства Advanced Nano Products); чернила SVW001, SVW102, SVE001, SVE102, NP1001, NP1020, NP1021, NP1050 и NP 1051 производства Nippon Paint (America); чернила METALON.TM. FS-066 и JS-011 производства Novacentrix Corp. и пасты из наночастиц серии NP производства Harima

Chemicals, Inc.

Металлические наночастицы могут переноситься различными носителями, включая воду и органические растворители (например, метанол, гептан, декан и прочие). Носителем металлических наночастиц может быть также полимеризуемое мономерное связующее, однако в таких случаях предпочтительно, чтобы такое связующее удалялось из нанесенного покрытия, например, способом экстракции растворителем или спеканием), чтобы мог быть получен проницаемый слой из наночастиц.

Слой 240 может быть сформирован путем нанесения разведенного раствора или суспензии металлических наночастиц на оптически реагирующий слой 230 и последующего высыхания раствора или суспензии, в результате чего образуется проницаемый отражающий слой 240. Степень разбавления раствора или суспензии может быть такой, чтобы после их высыхания был получен слой из металлических наночастиц, имеющую требуемую проницаемость для жидкостей или паров, например, содержание твердого вещества в растворе или суспензии может составлять менее чем 30% по весу, менее чем примерно 20% по весу, менее чем примерно 10% по весу, менее чем примерно 5% по весу или менее чем примерно 4% по весу. За счет разбавления поставляемого производителем продукта дополнительным количеством растворителя и нанесения такого разбавленного раствора может быть получен особо тонкий и проницаемый для жидкостей или паров слой наночастиц. Для нанесения раствора или суспензии металлических наночастиц могут быть использованы различные способы, включая нанесение кистью или тампоном, погружение в раствор, нанесение валиком, центрифугирование, распыление, нанесение прессом, струйную печать, трафаретную печать (например, ротационную трафаретную печать), глубокую печать, флексографию и прочие способы, известные сведущим в данной области техники. Некоторые суспензии наночастиц серебра с низким содержанием твердых веществ (например, чернила SVW001 производства Nippon Paint с содержанием серебра 5 вес.% или чернила SILVERJET DGH-50 и DGP-50 производства Advanced Nano Products с содержанием серебра 10 вес.%) могут использоваться в готовом виде, то есть без разбавления, при их нанесении на подходящую основу и с помощью центрифугирования при достаточно высокой скоростью. После их нанесения металлические наночастицы могут быть подвергнуты спеканию (например, при нагревании до температуры от примерно 125°C до примерно 250°C в течение от примерно 10 минут до примерно 1 часа), до тех пор, пока спекание не приведет к падению проницаемости ниже требуемого уровня. Следует понимать, что после спекания полученный отражающий слой может более не содержать четко отличимых друг от друга наночастиц, но здесь и далее он именуется отражающим слоем из наночастиц для отражения характера способа, которым данный слой был изготовлен.

Дополнительные свойства и характеристики подходящих материалов, проницаемых для аналита, и которые могут быть использованы для изготовления отражающего слоя 240, в частности, материалов из наночастиц металлов, описаны, например, в опубликованной патентной заявке США 2008/0063874, упоминаемой в настоящей заявке для ссылки.

Чувствительный элемент 2 может содержать полу-отражающий слой 220. В различных воплощениях полу-отражающий слой 220 может быть нанесен (например, способами, описанным в настоящей заявке) на поверхность ранее сформированного оптически реагирующего слоя 230; или же полу-отражающий слой 220 может быть нанесен на основу 210, после чего на него может быть нанесен прочий слой (или прочие слои) чувствительного элемента 2.

Полу-отражающий слой 220 может иметь отражающую способность, близкую к отражающей способности отражающего слоя 240 или меньшую отражающей способности отражающего слоя 240. Полу-отражающий слой 220 может содержать любой подходящий материал, обеспечивающие требуемую полу-отражательную способность (например, при заданной толщине слоя материала). Подходящие материалы для изготовления полу-отражающего слоя могут включать металлы или полуметаллы, такие как алюминий, хром, золото, никель, кремний, титан, платину, палладий и серебро. Прочие подходящие материалы могут включать оксиды металлов.

В различных воплощениях полу-отражающий слой 220 может иметь отражающую способность от примерно 30% до примерно 70%, или от примерно 40% до примерно 60% на длине волны около 500 нм.

В некоторых воплощениях (например, типа, изображенного на фиг.1) может быть предпочтительно, чтобы полу-отражающий слой 220 был проницаемым для исследуемого анализата. В таких случаях может быть предпочтительно, чтобы полупрозражающий слой 220 имел подходящую толщину, с одной стороны, обеспечивающую достаточную отражательную способность, а с другой стороны, позволяющую исследуемому анализату проникать через 220 к оптически реагирующему слою 230. В некоторых случаях может требоваться толщина слоя 220 в диапазоне 5-10 нм (например, если полу-отражающий слой 220 наносится способом осаждения паров с образованием металлического покрытия). Конкретная требуемая толщина полупрозражающего слоя 220 будет зависеть от материала, используемого для формирования данного слоя, и она может быть выполнена различной исходя из потребностей приложения.

Полу-отражающий слой 220 и отражающий слой 240 могут быть изготовлены из аналогичных или идентичных материалов (например, наносимых до получения различной толщины или плотности покрытия, так, чтобы была получена требуемая разность их отражающих способностей). Полу-отражающий слой 220 и отражающий слой 240 могут быть сплошными или прерывистыми, при условии, что обеспечены требуемые свойства отражения и проницаемости для конкретного приложения. Дополнительные свойства и характеристики подходящих материалов, которые могут быть использованы для изготовления отражающих и полу-отражающих слоев, а также способы их изготовления, описаны, например, в опубликованной патентной заявке США 2008/0063874, упоминаемой в настоящей заявке для ссылки.

Основа 210, если имеется, может содержать любой подходящий материал (например, стекло, пластмассу и прочие), который может обеспечить опорную поверхность для чувствительного элемента. В воплощениях, в которых для считывания оптических показаний с чувствительного элемента 2 требуется прохождение через него света, основа 210 должна быть оптически прозрачной (то есть, должна обладать достаточной прозрачностью на требуемой длине волны), и не должна обладать прочими свойствами (например, флуоресценцией), которые бы оказывали недопустимое влияние на оптический сигнал. Подходящие материалы для основы 210 могут, например, включать, широко известные полимеры семейства полиэфиров (например, полиэтилентерефталат и полиэтиленнафталат).

Как упоминалось выше, суммарная толщина оптически реагирующего слоя 230 может в целом составлять 400-800 нм, а толщина каждого из подслоев 232 и 236 может составлять 100-700 нм. Введение в чувствительный элемент 2 какого-либо из слоев 232 или 236 в виде пленки (например, с последующим ее ламинированием) может быть практически не оправданным, так как производство такой тонкой пленки и/или

обращение с ней может быть достаточно затруднительным. Поэтому в различных воплощениях подслои 232 и/или 236 как правило, последовательно наносятся на уже выполненные слои (например, на полу-отражающий слой 220, выполненный поверх основы 210) такими способами, как нанесение в виде раствора, осаждение паров и им
5 подобные, в частности, нанесение покрытия центрифугированием, экструзией, плазменным осаждением, плазменной полимеризацией и так далее. Подслой 236 может быть, например, выполнен способом нанесения покрытия из раствора с последующим удалением растворителя, и возможно, обработкой для образования поперечных связей
10 любыми известными способами. В качестве альтернативы подслой 236 может быть выполнен путем осаждения (например, описанными в настоящей заявке способами) многофункциональных мономеров и/или олигомеров, которые после этого спекаются с образованием поперечных связей между ними. Если подслой 236 содержит, как было
15 указано выше, органический материал, данный слой также может быть нанесен любым известным способом, включая упомянутые выше способы. При необходимости подслои 232 и/или 236 могут содержать множество слоев, также наносимых любым из упомянутых выше способов.

Отражающий слой 240 и/или полу-отражающий слой 220 могут быть выполнены
20 любыми способами осаждения паров, включая, например, напыление, испарение, химическое осаждение паров, плазменное осаждение и им подобные, или путем нанесения из раствора с его адсорбцией.

В одном из воплощений способа изготовления чувствительного элемента 2 типа, изображенного на фиг.2, получают оптически прозрачную основу 210 (например,
25 содержащую полиэфирную пленку или ей подобные материалы), на которую после этого наносят полу-отражающий слой 220. После этого поверх полупрозрачного слоя 220 наносят минимально чувствительный к аналиту подслой 236. После этого на подслое 236 наносят высоко чувствительный к аналиту подслой 232, таким образом,
30 чтобы не вызвать непереносимого удаления, повреждения или разрушения подслоя 236. После этого на подслое 232 наносится проницаемый для аналита отражающий слой 240 описанными выше способами, так чтобы он был связан по газообразной среде с подслоем 232. После этого могут быть добавлены прочие слои, основы,
35 защитные покрытия, носители и прочие компоненты, при условии, что сохраняются основные функции чувствительного элемента 2.

До их использования чувствительные элементы в соответствии с настоящим изобретением могут храниться (например, в упаковке), в атмосфере, в сущности не
содержащей исследуемого аналита. В такой атмосфере, и/или до воздействия на него
40 аналита в концентрации, достаточной для возникновения в чувствительном элементе реакции, чувствительный элемент может иметь первый внешний вид (например, цвет). После воздействия на него атмосферы, содержащей достаточно высокую концентрацию исследуемого аналита, спектр отражения чувствительного элемента 2
45 может измениться (например, сдвинуться на несколько нанометров, как правило, в сторону большей длины волны), в результате чего чувствительный элемент претерпит визуально заметное изменение внешнего вида, с первого внешнего вида на второй
внешний вид, отличный от первого внешнего вида.

Оптическая реакция чувствительного элемента, как правило, заметна в диапазоне
50 видимого света и может быть зафиксирована человеческим глазом в виде изменения внешнего вида. Такое изменение внешнего вида может, например, содержать изменение с первого цвета на второй цвет, изменение видимой яркости чувствительного элемента (например, практически при отсутствии изменения цвета),

изменение от практически бесцветного внешнего вида к более окрашенному внешнему виду, изменение от в целом однородного внешнего вида к более неоднородному внешнему виду (например, к разноцветному), и прочие изменения. В некоторых воплощениях оптическое считывание может проводиться путем визуального осмотра чувствительного элемента (например, человеком), в то время как в иных воплощениях могут использоваться иные способы оптического считывания, например, с помощью внешних считывающих устройств, таких, как спектрофотометр, фотодетектор, полупроводниковая светочувствительная матрица, фотодиод, цифровой фотоаппарат и прочие. Использование таких электронно-оптических способов считывания показаний чувствительного элемента 2 обсуждается в патентной заявке США 61/164496, упоминаемой в настоящей заявке для ссылки.

Чувствительный элемент в соответствии с настоящим изобретением, может использоваться для обнаружения или наблюдения за одним или более исследуемыми аналитами. Аналит может содержать газ или пар, присутствующий в окружающей среде (как правило, в воздушной среде), за содержанием которого в данной среде требуется наблюдать. В некоторых воплощениях аналитом является органический пар (например, летучее органическое соединение). В некоторых воплощениях аналитом является органическое соединение, имеющее высокую температуру кипения (в контексте настоящей заявки под таковым понимается органическое соединение, имеющее температуру кипения 100°C или выше. Типичные аналиты могут включать замещенные или незамещенные углеводородные соединения, включающие алканы, циклоалканы, ароматические соединения, спирты, альдегиды, эфиры, кетоны, галогенуглеродные соединения, амины, органические кислоты, цианаты, тиолы, нитраты и нитрилы, например, n-октан, циклогексан, метил-этил-кетон, ацетон, этилацетат, дисульфид углерода, тетрагидрид углерода, бензол, толуол, стирол, ксилол и его производные, хлороформ, тетрагидрофуран, метанол, этанол, изопропиловый спирт, n-бутиловый спирт, t-бутиловый спирт, 2-этоксиэтанол, уксусную кислоту, 2-аминопиридин, этиленгликоль-монометиловый спирт, толуол-2,4-дизоцианат, нитрометан, ацетонитрил и им подобные. (Из них стирол может служить представительным органическим аналитом, полезным для охарактеризования реакции чувствительного элемента 2, оптически реагирующего слоя 230, высоко чувствительного к аналиту подслоя 232 и/или минимально чувствительного к аналиту подслоя 236, как будет подробно обсуждаться ниже. В качестве представительных могут также использоваться и другие аналиты).

В некоторых воплощениях чувствительный элемент 2 может использоваться для обнаружения воды (например, использоваться как датчик влажности). В иных воплощениях чувствительный элемент 2 может иметь такую конструкцию (например, за счет выбора гидрофобных материалов для изготовления подслоя 232 и/или 236), что он будет минимально чувствительным к присутствию воды.

Чувствительные элементы в соответствии с настоящим изобретением могут использоваться в различных приложениях. В некоторых воплощениях чувствительный элемент 2 может использоваться в средстве индивидуальной защиты органов дыхания (например, в респираторе, содержащем фильтрующий элемент, сорбирующую среду и прочее для удаления определенных типов веществ из вдыхаемого воздуха). Такой элемент может использоваться в качестве так называемого индикатора окончания срока службы, который в свою очередь может использоваться для наблюдением за составом потока воздуха, прошедшего (по меньшей мере частично) через фильтрующий элемент или сорбирующую среду устройства защиты органов дыхания.

Чувствительный элемент может, например, указывать, что фильтрующий элемент или сорбирующая среда близки к исчерпанию своей способности удалять аналит из воздушного потока. Чувствительный элемент 2 может использоваться как одиночный, или может использоваться матрица, содержащая множество чувствительных элементов 2. Использование чувствительных элементов 2 и матриц из чувствительных элементов 2 в качестве индикаторов окончания срока службы более подробно обсуждается в предварительной патентной заявке США «Матрицы многослойных колориметрических датчиков», поданной в один день с настоящей заявкой и упоминаемой в настоящей заявке для ссылки.

Чувствительные элементы 2 (по отдельности или в виде матрицы) могут быть использованы в приложениях, связанных с персональным или зонным мониторингом состояния атмосферы, возможные примеры которых обсуждаются в предварительной патентной заявке США 61/148228, упоминаемой в настоящей заявке для ссылки.

Примеры

Все реактивы и материалы, использованные в описанных ниже примерах, приобретали у Sigma-Aldrich (Сент-Луис, штат Миссури, США), если не указано иное.

Приготовление 1-го образца полимера с присущей пористостью на основе тетрафтортерефталонитрила (ТФТН-Р1М 1)

В двухлитровой трехгорлой колбе с круглым дном 33,4357 г 3,3,3',3'-тетраметил-1,1'-спиробисиндан-5,5',6,6'-тетрола (далее «тетрол») и 19,8016 г тетрафтортерефталонитрила (далее «ТФТН») растворяли в 900 мл обезвоженного N,N-диметил формамида (далее «ДМФ»). Раствор размешивали механической мешалкой, после чего через раствор в течение часа продували азот. В раствор добавляли 81,4491 г карбоната калия (EMD Chemicals, Гиббстаун, штат Нью-Джерси, США). Колбу помещали в масляную ванну с температурой 68°C. При данной повышенной температуре смесь мешали в атмосфере азота в течение 65 часов. После этого полимеризационную смесь выливали в 9 л воды. Образовавшийся осадок фильтровали с помощью вакуума, промывали в 600 мл MeOH (VWR, Вест-Честер, штат Пенсильвания, США), и сушили на воздухе, распределив по плоской поверхности, в течение ночи. Полученный твердый осадок помещали в склянку и сушили под вакуумом при 68°C в течение 4 часов. Полученный желтый порошок растворяли в 450 мл тетрагидрофурана (производства EMD). Полученный раствор медленно вливали в 9 л метанола. Образовавшийся осадок отделяли фильтрацией под вакуумом, распределяли по плоской поверхности и сушили на воздухе в течение ночи. Полученный твердый осадок помещали в склянку и сушили под вакуумом при 68°C в течение 4 часов. Осаждение в метаноле повторяли еще раз. В результате было получено 42,8 г сухого полимера ярко-желтого цвета. Анализ полученного полимера методом гель-проникающей хроматографии со светорассеянием показал, что материал имеет показатель M_n примерно 30900.

Приготовление 2-го образца полимера с присущей пористостью на основе тетрафтортерефталонитрила (ТФТН-Р1М 2)

В двухлитровой трехгорлой колбе с круглым дном 33,4365 г тетрола и 19,8016 г ТФТН растворяли в 900 мл обезвоженного ДМФ. Раствор размешивали механической мешалкой, после чего через раствор в течение часа продували азот. В раствор добавляли 81,4480 г карбоната калия. Колбу помещали в масляную ванну, в которой поддерживали температуру 68°C. При данной повышенной температуре смесь мешали в атмосфере азота в течение 67,5 часов. После этого полимеризационную смесь выливали в 9 л воды. Образовавшийся осадок фильтровали с помощью вакуума,

промывали в 600 мл MeOH, и сушили на воздухе, распределив по плоской поверхности, в течение ночи. Полученный твердый осадок помещали в склянку и сушили под вакуумом при 68°C в течение 4 часов. Полученный желтый порошок растворяли в 450 мл тетрагидрофурана. Полученный раствор медленно вливали в 9 л метанола. Образовавшийся осадок отделяли фильтрацией под вакуумом, распределяли по плоской поверхности и сушили на воздухе в течение ночи. Полученный твердый осадок помещали в склянку и сушили под вакуумом при 68°C в течение 4 часов. Осаждение в метаноле повторяли еще раз. В результате было получено 43,22 г сухого полимера ярко-желтого цвета. Анализ полученного полимера методом геле-проникающей хроматографии со светорассеянием показал, что материал имеет показатель M_n примерно 35800.

Изготовление Образца 1

Основу из металлизированного полиэтилен-терефталата готовили путем нанесения металлического слоя никеля толщиной 10 нм способом осаждения паров на прозрачный полиэтилен-терефталат (Dupont Teijin). Готовили 4%-ный раствор (по весу) ТФТН-Р1М 1 в хлоробензоле (Alfa Aesar, Ворд-Хилл, штат Массачусетс, США) и наносили его на основу из полиэтилен-терефталата с никелевым покрытием с помощью щелевой головки до толщины примерно 600 нм. После этого на слой ТФТН-Р1М с помощью щелевой головки наносили слой наночастиц серебра, используя раствор, полученный разбавлением 100 г суспензии наносеребра (DGP-40LT-15C производства Advanced Nanoproducts, Корея, содержание серебра 40% по весу) в 150 г 1-метокси-2-пропанола (Dow Chemical, Мидлэнд, Мичиган). После нанесения покрытий полученный образец датчика выдерживали при температуре 150°C в течение 1 часа для спекания наночастиц серебра.

Изготовление Образца 2:

Основу из ПЭТ с никелевым покрытием готовили, как для Образца 1. Готовили 6%-ный раствор (по весу) поли(метакрилонитрила) (далее «ПМАН») (Scientific Polymer Products, Inc., Онтарио, штат Нью-Йорк, молекулярный вес примерно 20 000) в нитрометане (EMD) и полученный раствор наносили в виде покрытия на основу из Ni-РЕТ способом центрифугирования при 2100 об/мин в течение 2 минут в центрифуге WS-400B-8NPP-Lite Single Wafer производства Laurell Technologies, Corp., (Северный Уэлс, штат Пенсильвания, США). Готовили 2%-ный раствор (по весу) ТФТН-Р1М 2 в хлоробензоле и наносили его поверх слоя поли(метакрилонитрила) центрифугированием при 1500 об/мин. 0,5 г поставляемой в готовом виде суспензии наночастиц серебра (смотри описание Образца 1) разбавляли в 1 мл метанола. Разбавленную суспензию наночастиц серебра наносили поверх слоя ТФТН-Р1М с помощью центрифугирования при 1000 об/мин. После нанесения покрытий полученный образец датчика выдерживали при температуре 150°C в течение 1 часа для спекания наночастиц серебра. Суммарная толщина слоев ПМАН/ТФТН-Р1М составляла примерно 600 нм, из них толщина слоя ТФТН-Р1М составляла примерно 100 нм.

Изготовление Образца 3

Основу из ПЭТ с никелевым покрытием готовили, как для Образца 1. Готовили 6%-ный раствор (по весу) поли(метакрилонитрила) в циклогексаноне (EMD) и полученный раствор наносили в виде покрытия на основу из Ni-ПЭТ центрифугированием 1100 об/мин. Готовили 3%-ный раствор (по весу) ТФТН-Р1М 2 в хлоробензоле и наносили его поверх слоя поли(метакрилонитрила) центрифугированием при 1500 об/мин. 0,5 г поставляемой в готовом виде суспензии наночастиц серебра (смотри описание

Образца 1) разбавляли в 1 мл метанола. Разбавленную суспензию наночастиц серебра наносили поверх слоя ТФТН-РІМ с помощью центрифугирования при 1000 об/мин. После нанесения покрытий полученный образец датчика выдерживали при температуре 150°C в течение 1 часа для спекания наночастиц серебра. Суммарная
 5 толщина слоев ПМАН/ТФТН-РІМ составляла примерно 600 нм, из них толщина слоя ТФТН-РІМ составляла примерно 200 нм.

Изготовление Образца 4

Основу из ПЭТ с никелевым покрытием готовили, как для Образца 1. Готовили 6%-
 10 ный раствор (по весу) поли(метакрилонитрила) в циклогексаноне и полученный раствор наносили в виде покрытия на основу из Ni-ПЭТ центрифугированием при 1500 об/мин. Готовили 4%-ный раствор (по весу) ТФТН-РІМ 2 в хлоробензоле и наносили его поверх слоя поли(метакрилонитрила) центрифугированием при 3000
 15 об/мин. 0,5 г поставляемой в готовом виде суспензии наночастиц серебра (смотри приготовление Образца 1) разбавляли в 1 мл метанола. Разбавленную суспензию наночастиц серебра наносили поверх слоя ТФТН-РІМ с помощью центрифугирования при 1000 об/мин. После нанесения покрытий полученный образец датчика выдерживали при температуре 150°C в течение 1 часа для спекания наночастиц
 20 серебра. Суммарная толщина слоев ПМАН/ТФТН-РІМ составляла примерно 600 нм, из них толщина слоя ТФТН-РІМ составляла примерно 250 нм.

Изготовление Образца 5

Основу из ПЭТ с никелевым покрытием готовили, как для Образца 1. Готовили 6%-
 25 ный раствор (по весу) поли(метакрилонитрила) в циклогексаноне и полученный раствор наносили в виде покрытия на основу из Ni-ПЭТ центрифугированием при 1900 об/мин. Готовили 4%-ный раствор (по весу) ТФТН-РІМ 2 в хлоробензоле и наносили его поверх слоя поли(метакрилонитрила) центрифугированием при 2000
 30 об/мин. 0,5 г поставляемой в готовом виде суспензии наночастиц серебра (смотри приготовление Образца 1) разбавляли в 1 мл метанола. Разбавленную суспензию наночастиц серебра наносили поверх слоя ТФТН-РІМ с помощью центрифугирования при 1000 об/мин. После нанесения покрытий весь образец датчика выдерживали при температуре 150°C в течение 1 часа для спекания наночастиц
 35 серебра. Суммарная толщина слоев ПМАН/ТФТН-РІМ составляла примерно 600 нм, из них толщина слоя ТФТН-РІМ составляла примерно 300 нм.

Изготовление Образца 6

Основу из ПЭТ с никелевым покрытием готовили, как для Образца 1. Готовили 10%-ный раствор (по весу) поли(винилиден хлорид-со-акрилонитрил-со-
 40 метил метакрилата) (Sigma-Aldrich, молекулярный вес примерно 13000, M_n примерно 84 000, далее «PVnCl») в циклогексаноне и полученный раствор наносили в виде покрытия на основу из Ni-ПЭТ центрифугированием при 1 500 об/мин. Поверх слоя PVnCl наносили слой SiO_x осаждением из газовой фазы. Готовили 4%-ный
 45 раствор (по весу) ТФТН-РІМ 2 в хлоробензоле и наносили его поверх слоя SiO_x центрифугированием при 3000 об/мин. 0,5 г поставляемой в готовом виде суспензии наночастиц серебра (смотри приготовление Образца 1) разбавляли в 1 мл метанола. Разбавленную суспензию наночастиц серебра наносили поверх слоя ТФТН-РІМ с
 50 помощью центрифугирования при 1000 об/мин. После нанесения покрытий весь образец датчика выдерживали при температуре 150°C в течение 1 часа для спекания наночастиц серебра. Суммарная толщина слоев PVnCl/ SiO_x /ТФТН-РІМ составляла примерно 600 нм, из них толщина слоя ТФТН-РІМ составляла примерно 250 нм.

Изготовление Образца 7

Основу из ПЭТ с никелевым покрытием готовили, как для Образца 1. Готовили 7%-ный раствор (по весу) полистирола (Sigma-Aldrich, молекулярный вес примерно 280000)

в толуоле, и полученный раствор наносили в виде покрытия на основу из Ni-ПЭТ центрифугированием при 2500 об/мин. Образец помещали под бактерицидную лампу и облучали в течение 18 часов. Готовили 4%-ный раствор (по весу) TFTN-РІМ 2 в хлоробензоле и наносили его поверх слоя полистирола с образовавшимися поперечными связями центрифугированием при 3000 об/мин. 0,5 г поставляемой в готовом виде суспензии наночастиц серебра (смотри приготовление Образца 1) разбавляли в 1 мл метанола. Разбавленную суспензию наночастиц серебра наносили поверх слоя ТФТН-РІМ с помощью центрифугирования при 1000 об/мин. После нанесения покрытий весь образец датчика выдерживали при температуре 150°C в течение 1 часа для спекания наночастиц серебра. Суммарная толщина слоев полистирол/ТФТН-РІМ составляла примерно 600 нм, из них толщина слоя ТФТН-РІМ составляла примерно 250 нм.

Реакция образцов на тестовый анализ

Для подачи тестового анализита (стирола) в известной концентрации на чувствительный элемент использовали простое самодельное продувочное устройство. Во всех частях устройства использовали тефлоновые трубки. На нагретую пластину подавали жидкий стирол (Alfa Aesar, номер продукта A1 8481, содержание стирола 99%) с известным расходом с помощью шприцевого насоса производства Harvard Apparatus. Пластина располагалась в колбе объемом 500 мл с круглым дном, через которую пропускали сухой воздух (относительной влажностью менее 5%), расход которого поддерживали на уровне 20 л/мин. Точную концентрацию стирола в газовом потоке определяли с помощью инфракрасного спектрометра Miran Sapphire производства ThermoElectron (Вольтхэм, штат Массачусетс, США). Поток газообразного стирола подавали в испытательную камеру, содержащую образец чувствительного элемента, в которой поддерживалась комнатная температура.

С помощью такого устройства изготовленные образцы чувствительного элемента последовательно подвергали воздействию газовых потоков, содержащих стирол в диапазоне концентраций от 50 до 1300 частиц на миллион. Длительность нахождения каждого образца в камере под воздействием данной концентрации стирола составляла 50-60 минут. Во время такого воздействия с образца считывали оптические показания с помощью спектрометра USB 2000 производства Ocean Optics с вольфрам-галогенной лампой LS-I в качестве источника света и оптоволоконным зондом, и записывали спектр отражения (общий вид которого показан на фиг.3). При каждой концентрации стирола, воздействующей на элемент, записывали значение сдвига спектра в нанометрах (обычно сдвиг определяется по пику, соответствующему длине волны примерно 570 нм, по отношению к исходному расположению пика, то есть в отсутствие анализита в атмосфере).

Результаты испытаний образцов 1-7 отложены на графике на фиг.5. До воздействия на них анализита образцы 1-7 имели практически одинаковый внешний вид (зеленый цвет, при их наблюдении под одним и тем же углом). Для данных образцов сдвиг спектра примерно на 25 нм (измеренный, как указано выше) сопровождался визуально заметным изменением внешнего вида чувствительного элемента, а именно, изменением его цвета с зеленого на красный. Для образца 1 изменение цвета с зеленого на красный происходило при воздействии на него атмосферы, содержащей примерно 20 ppm стирола, для образца 5 - примерно 50 ppm стирола, для образца 4 - примерно 80 ppm стирола, для образца 3 - примерно 300 ppm стирола, и для образца 2 -

примерно 800 ppm стирола.

Изобретателями было обнаружено, что для чувствительных элементов такого типа, имеющих суммарную толщину (оптически реагирующего слоя 230) от примерно 400 нм до примерно 800 нм при сдвиге спектра примерно на 80 нм наступал эффект циклического перехода (то есть чувствительный элемент изменял цвет с красного обратно на зеленый, который он имел изначально в отсутствии аналита. Поэтому можно ожидать, что образец 1 (в котором оптически реагирующий слой содержал только слой РІМ, чувствительный к высокой концентрации аналита и имеющий толщину примерно 600 нм, и не содержащий слоя, минимально чувствительного к аналиту) под воздействием атмосферы, содержащей примерно 100 ppm стирола, будет подвержен эффекту циклического перехода. Примечательно, что никакой из образцов 2-7, все из которых содержали РІМ-слой толщиной не более чем примерно 300 нм, и каждый из них содержал минимально чувствительный к аналиту слой такой толщины, чтобы суммарная толщина оптически реагирующего слоя составила 600 нм, не достигал сдвига спектра на величину 80 нм (после чего мог бы наступить эффект циклического перехода) даже под воздействием относительно высоких концентраций стирола. Так, например, даже образец 4 под воздействием стирола в концентрации 1300 ppm стирола не достигал сдвига спектра 80 нм.

Описанные выше испытания и результаты испытаний являются чисто иллюстративными, и не подразумеваются как точно прогнозируемые для всех случаев, и можно ожидать, что при изменении процедур испытаний могут быть получены результаты, отличающиеся от приведенных. Подразумевается, что все количественные значения в разделе «Примеры» являются приблизительными в пределах обычно допустимых для соответствующих процедур отклонений. Вышеприведенное подробное описание изобретения и примеры приведены только для ясности понимания. Никаких ограничений изобретения в них не подразумевается.

Сведущим в данной области техники будет очевидно, что описанные конкретные структурные элементы, черты, детали, конфигурации и прочее, могут быть изменены и/или использоваться в различных сочетаниях в многочисленных возможных воплощениях изобретения. Все такие изменения и сочетания рассматриваются изобретателем как находящиеся в масштабах настоящего изобретения. Поэтому масштаб изобретения не следует рассматривать как ограниченный конкретными, приведенными в качестве иллюстраций структурами, описанными выше, а скорее подразумевается, что масштаб изобретения ограничивается структурами, описанными в формуле изобретения, и им эквивалентными. В случае расхождения между настоящим документом и содержанием документа, на который дается ссылка, следует руководствоваться содержанием настоящего документа.

Формула изобретения

1. Оптически считываемый чувствительный элемент для обнаружения аналита, содержащий оптически реагирующий слой, расположенный между отражающим слоем и полупрозражающим слоем, причем оптически реагирующий слой содержит по меньшей мере первый высокочувствительный к аналиту подслой и второй минимально чувствительный к аналиту подслой.

2. Чувствительный элемент по п.1, отличающийся тем, что высокочувствительный к аналиту подслой содержит полимер с заданной микропористостью.

3. Чувствительный элемент по п.1, отличающийся тем, что отношение толщины первого высокочувствительного к аналиту подслоя к толщине второго минимально

чувствительного к аналиту подслоя составляет от примерно 1:8 до примерно 8:1.

4. Чувствительный элемент по п.1, отличающийся тем, что высокочувствительный к аналиту подслой имеет толщину менее чем примерно 300 нм, а минимально чувствительный к аналиту подслой имеет толщину более чем примерно 300 нм.

5. Чувствительный элемент по п.1, отличающийся тем, что минимально чувствительный к аналиту подслой является непроницаемым для аналита.

6. Чувствительный элемент по п.1, отличающийся тем, что минимально чувствительный к аналиту подслой содержит гидрофобный материал, и высокочувствительный к аналиту подслой содержит гидрофобный материал.

7. Чувствительный элемент по п.1, отличающийся тем, что минимально чувствительный к аналиту подслой содержит по меньшей мере слой неорганического непористого материала.

8. Чувствительный элемент по п.1, отличающийся тем, что отражающий слой является проницаемым для аналита.

9. Чувствительный элемент по п.8, отличающийся тем, что отражающий слой является нанопористым слоем, содержащим спекшиеся наночастицы.

10. Чувствительный элемент по п.1, отличающийся тем, что характеризуется отсутствием эффекта циклического перехода под воздействием атмосферы, содержащей 1000 ppm органического аналита.

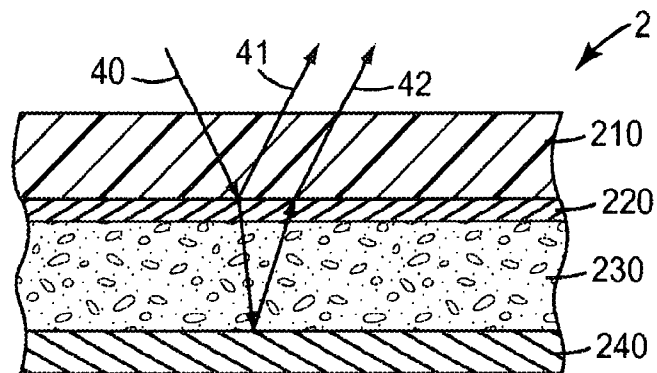
11. Способ изготовления чувствительного элемента для обнаружения аналита, содержащий этапы, на которых формируют полупрозражающий слой на оптически прозрачной основе; формируют слой минимально чувствительного к аналиту материала поверх полупрозражающего слоя; формируют слой высокочувствительного к аналиту материала поверх слоя минимально чувствительного к аналиту материала; и формируют проницаемый для аналита отражающий слой поверх слоя высокочувствительного к аналиту материала.

12. Способ по п.11, отличающийся тем, что этап формирования слоя минимально чувствительного к аналиту материала содержит нанесение раствора на полупрозражающий слой и удаление из раствора растворителя для формирования высушенного слоя минимально чувствительного к аналиту материала.

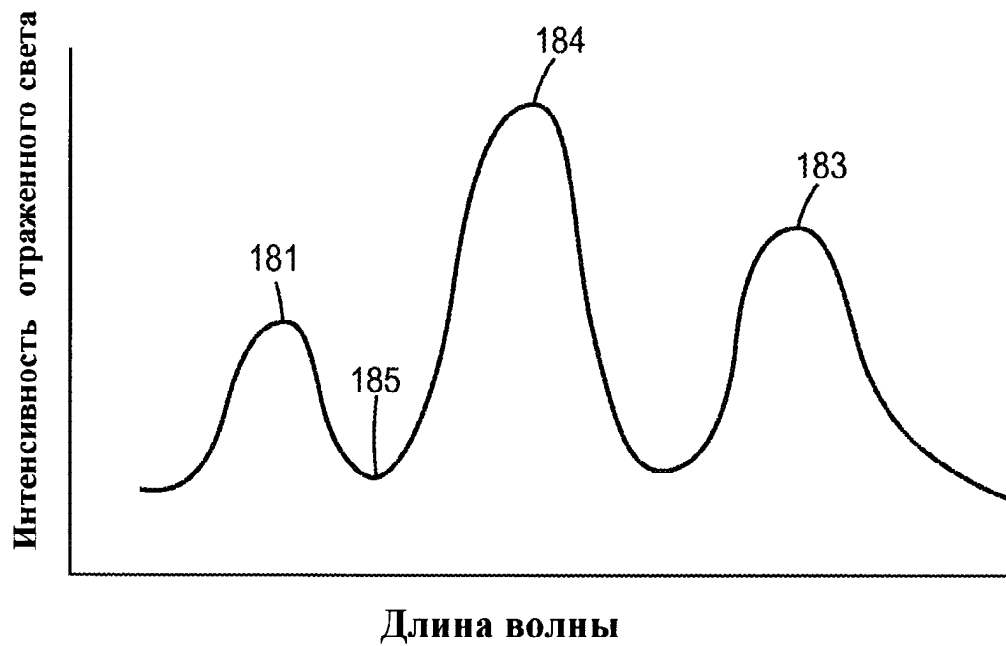
13. Способ по п.12, отличающийся тем, что дополнительно содержит формирование поперечных связей в материале высушенного слоя минимально чувствительного к аналиту материала.

14. Способ по п.11, отличающийся тем, что этап формирования слоя минимально чувствительного к аналиту материала содержит нанесение способом осаждения и конденсации паров многофункциональных мономеров и/или олигомеров на полупрозражающий слой, с последующей реакцией мономеров и/или олигомеров друг с другом с образованием сети из поперечных связей в минимально чувствительном к аналиту материале.

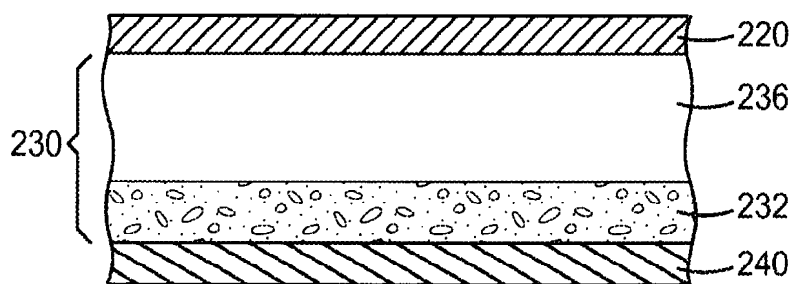
15. Способ по п.11, отличающийся тем, что этап формирования слоя высокочувствительного к аналиту материала содержит нанесение раствора на слой минимально чувствительного к аналиту материала и удаление растворителя из раствора для образования высушенного слоя высокочувствительного к аналиту материала.



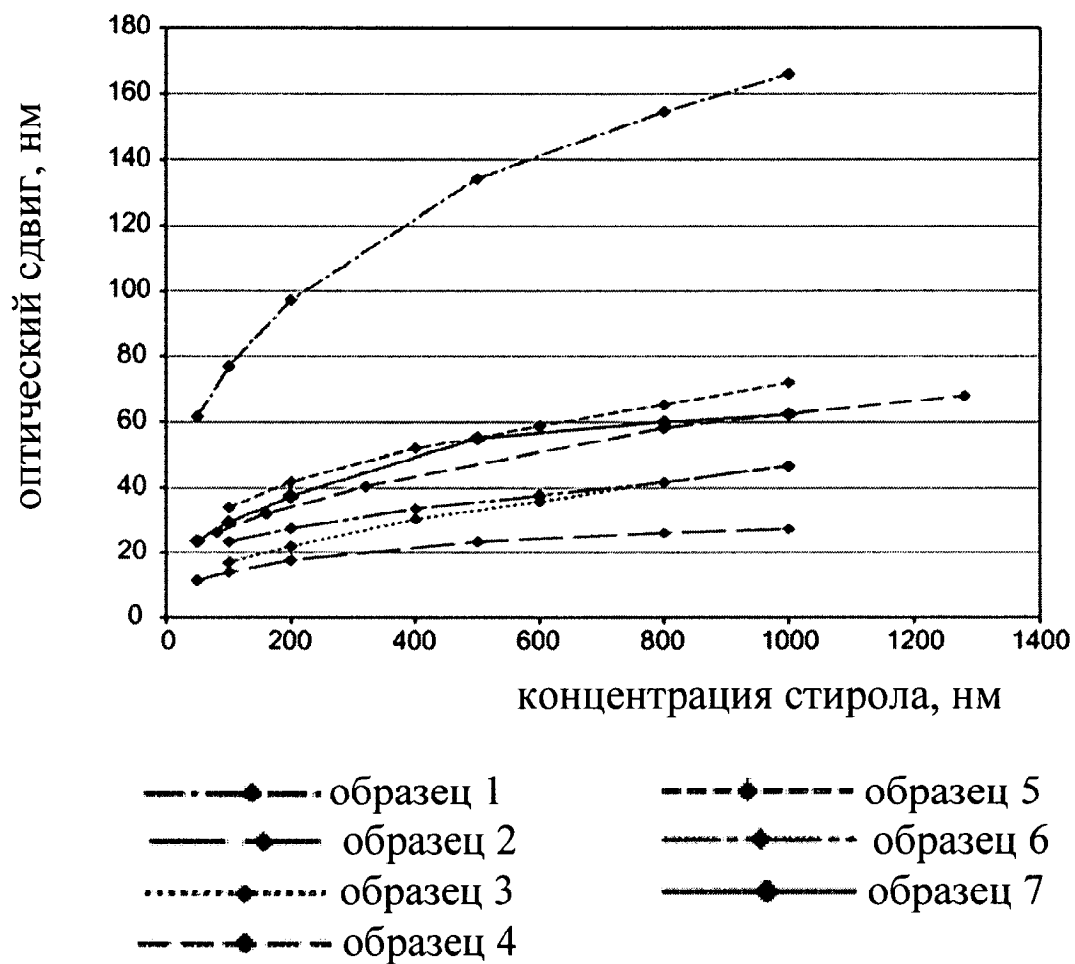
ФИГ.2



ФИГ.3



ФИГ.4



Фиг. 5