



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2016년10월25일
(11) 등록번호 10-1669301
(24) 등록일자 2016년10월19일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
G01N 27/22 (2006.01) G01N 33/48 (2006.01)
(21) 출원번호 10-2011-7017270
(22) 출원일자(국제) 2009년12월22일
심사청구일자 2014년12월15일
(85) 번역문제출일자 2011년07월22일
(65) 공개번호 10-2011-0105388
(43) 공개일자 2011년09월26일
(86) 국제출원번호 PCT/US2009/069105
(87) 국제공개번호 WO 2010/075333
국제공개일자 2010년07월01일
(30) 우선권주장
61/140,141 2008년12월23일 미국(US)
(56) 선행기술조사문헌
US05143696 A*
US20040184948 A1
JP05266326 B
JP2002164337 A
*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자
쓰리엠 이노베이티브 프로퍼티즈 컴파니
미국 55133-3427 미네소타주 세인트 폴 피.오.박
스 33427 쓰리엠 센터
(72) 발명자
토마스 존 크리스토퍼
미국 55133-3427 미네소타주 세인트 폴 포스트 오
피스 박스 33427 쓰리엠 센터
라코우 닐 에이
미국 55133-3427 미네소타주 세인트 폴 포스트 오
피스 박스 33427 쓰리엠 센터
(뒷면에 계속)
(74) 대리인
양영준, 김영

전체 청구항 수 : 총 4 항

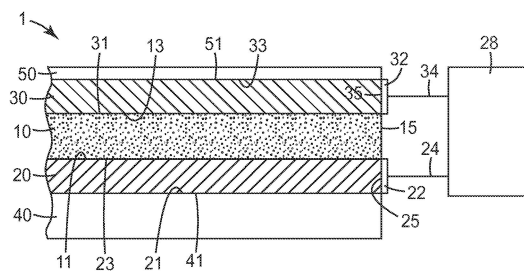
심사관 : 이경철

(54) 발명의 명칭 미세다공성 유기실리케이트 재료를 갖는 유기 화학적 센서

(57) 요약

유기화학적 분석물을 감지하기 위한 감지 소자가 개시된다. 감지 소자는 제1 전극과 제2 전극, 및 제1 전극 및 제2 전극에 근접한 실질적으로 미세다공성이고 비결정성이며 소수성인 분석물-응답성 유기실리케이트 재료를 포함한다.

대표도 - 도1



(72) 발명자

웬드란드 마이클 에스

미국 55133-3427 미네소타주 세인트 폴 포스트 오피스 박스 33427 쓰리엠 센터

그리스카 스테판 에이치

미국 55133-3427 미네소타주 세인트 폴 포스트 오피스 박스 33427 쓰리엠 센터

팔라조토 마이클 씨

미국 55133-3427 미네소타주 세인트 폴 포스트 오피스 박스 33427 쓰리엠 센터

트렌드 존 이

미국 55133-3427 미네소타주 세인트 폴 포스트 오피스 박스 33427 쓰리엠 센터

명세서

청구범위

청구항 1

유기 화학적 분석물(analyte)을 감지하기 위한 감지 소자로서,

제1 전극과 제2 전극; 및

제1 전극과 제2 전극에 적어도 근접하여 배치되는 실질적으로 미세다공성이고 비결정성이며 소수성인 분석물-응답성(analyte-responsive) 유기실리케이트 재료 - 실질적으로 미세다공성이고 비결정성이며 소수성인 분석물-응답성 유기실리케이트 재료는 기공 부피를 한정하는 미세기공을 포함함 - 를 포함하는 감지 소자.

청구항 2

제1항에 있어서, 총 기공 부피의 50% 이상이 0.6 내지 1.3 나노미터의 직경을 갖는 기공을 포함하는 감지 소자.

청구항 3

제1항에 있어서, 평행판 커패시터(parallel-plate capacitor) 형태, 상호맞물림형 커패시터(interdigitated capacitor) 형태 또는 직렬 연결된 다수의 평행판 커패시터 형태를 포함하는 감지 소자.

청구항 4

제1 전극과 제2 전극, 및 제1 전극과 제2 전극에 적어도 근접하여 배치되는 실질적으로 미세다공성이고 비결정성이며 소수성인 분석물-응답성 유기실리케이트 재료 - 실질적으로 미세다공성이고 비결정성이며 소수성인 분석물-응답성 유기실리케이트 재료는 기공 부피를 한정하는 미세기공을 포함함 - 를 포함하는 감지 소자; 및

제1 전극 및 제2 전극과 전기적으로 연통하고, 제1 전극 및 제2 전극에 전압을 인가할 수 있으며, 감지 소자의 전기적 특성의 변화를 검출할 수 있는 조작 회로를 포함하는 센서를 제공하는 단계;

감지 소자를 하나 이상의 유기 화학적 분석물을 잠재적으로 포함하는 환경에 노출시키는 단계;

제1 전극 및 제2 전극에 전압을 인가하는 단계; 및

감지 소자의 전기적 특성을 감시하는 단계를 포함하는 유기 화학적 분석물을 감지하는 방법.

청구항 5

삭제

청구항 6

삭제

청구항 7

삭제

청구항 8

삭제

청구항 9

삭제

청구항 10

삭제

청구항 11

삭제

청구항 12

삭제

청구항 13

삭제

청구항 14

삭제

청구항 15

삭제

청구항 16

삭제

청구항 17

삭제

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 환경 중의 유기 화학적 분석물을 검출 또는 감지하기에 적합한 감지 소자를 포함하는, 센서 및 감지 소자에 관한 것이다. 센서 및 감지 소자는 미세다공성 유기실리케이트 재료를 포함한다.

배경 기술

[0002] 화학적 분석물(analyte), 특히 유기 화학적 분석물을 검출하는 능력은 환경 감시 등을 비롯한 많은 응용에서 중요하다. 유기 분자의 그러한 검출 및/또는 감시는, 예를 들어 호흡기와 같은 개인 보호 장비에 요구되는 소위 유효 수명 만료 표시기(End of Service Life Indicator)에서 특별한 용도를 발견할 수 있다.

[0003] 화학적 분석물의 검출을 위한 많은 방법들, 예를 들어 광학적, 중량측정식(gravimetric), 미세전기기계적 방법 등이 개발되어 왔다. 특히, 커패시턴스(capacitance), 임피던스, 저항 등과 같은 전기적 특성을 감지하는 센서가 개발되어 왔다. 흔히, 그러한 센서는 물질 상으로의 분석물의 흡착, 또는 물질 내로의 분석물의 흡수시 물질의 전기적 특성에서 일어나는 변화에 의존한다.

발명의 내용

[0004] 본 발명은 제1 전극과 제2 전극, 및 제1 전극과 제2 전극에 적어도 근접하여 배치되는 미세다공성이고 소수성인 분석물-응답성(analyte-responsive) 유기실리케이트 재료를 포함하는, 유기 화학적 분석물을 감지하기 위한 감지 소자를 포함한다. 미세다공성 유기실리케이트 재료는 기공 부피를 한정한다. 기공 부피는, 적어도 50%의 기공 부피가 2 나노미터 미만의 직경을 갖는 기공을 포함하는 미세다공성이다.

[0005] 유기 화학적 분석물을 감지하는 방법이 또한 개시된다. 이러한 방법은, 제1 전극과 제2 전극, 및 제1 전극과 제2 전극에 적어도 근접하여 배치되는 실질적으로 미세다공성이고 비결정성이며 소수성인 분석물-응답성 유기실리케이트 재료 - 실질적으로 미세다공성이고 비결정성이며 소수성인 분석물-응답성 유기실리케이트 재료는 기공 부피를 한정하는 미세기공을 포함함 - 를 포함하는 감지 소자 및 제1 전극 및 제2 전극과 전기적으로 연통하고, 제1 전극 및 제2 전극에 전압을 인가할 수 있으며, 감지 소자의 전기적 특성의 변화를 검출할 수 있는 조작 회로를 포함하는 센서를 제공하는 단계; 감지 소자를 하나 이상의 유기 화학적 분석물을 잠재적으로 포함하는 환경에 노출시키는 단계; 제1 전극 및 제2 전극에 전압을 인가하는 단계; 및 감지 소자의 전기적 특성을 감지하는

단계를 포함한다. 일부 실시 형태에서, 감시되는 전기적 특성은 정전용량 특성이다.

도면의 간단한 설명

도 1은 평행판 형태의 예시적인 감지 소자의 측면도.

도 2는 상호맞물림형 형태의 예시적인 감지 소자의 평면도.

도 2a는 도 2에서 "2a"로 표시된 선을 따라 취해진, 도 2의 예시적인 감지 소자의 단면도.

도 3은 상호맞물림형 형태의 예시적인 감지 소자의 사시도.

도 4는 직렬 연결된 다수의 평행판 커패시터를 포함하는 예시적인 감지 소자의 측면도.

도 5는 다양한 수준의 유기 분석물에 대한 노출 시간의 함수로서의, 직렬 연결된 다수의 평행판 커패시터를 갖는 감지 소자의 예시적인 감지 소자의 측정된 커패시턴스의 도표.

다양한 도면들에서의 유사한 도면 부호는 유사한 요소를 나타낸다. 달리 지시되지 않는 한, 본 문서 내의 모든 도면은 축척대로 그려진 것이 아니며 상이한 실시 형태들을 예시하는 목적을 위해 선택된다. 특히, 다양한 구성요소들의 치수는 단지 설명적인 관점에서 묘사되며, 다양한 구성요소들의 치수들 사이의 관계가 도면으로부터 추론되어서는 안된다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

본 발명은 제1 전극과 제2 전극, 및 제1 전극과 제2 전극에 적어도 근접하여 배치되는 미세다공성이고 소수성인 분석물-응답성 유기실리케이트 재료를 포함하는, 유기 화학적 분석물을 감지하기 위한 감지 소자를 포함한다.

용어 "커패시턴스" 및 "커패시턴스-관련 특성"은 일반적으로 (정전기적이든 시간 변화적이든) 전기 전하의 부여 및 전하의 부여 동안 및/또는 그 후의 전기적 특성의 감시와 연관된 임의의 전기적 특성 및 그의 측정을 포함한다. 그러한 특성에는 커패시턴스뿐만 아니라, 임피던스, 어드미턴스(admittance), 저항, 컨덕턴스(conductance) 등이 포함되고, 당업계에 공지된 다양한 방법에 따라 측정될 수 있다.

이와 관련하여, 용어 "미세다공성의" 및 "미세다공성"은 물질이 약 2 nm 미만인 평균 기공 직경을 갖는 상당한 양의 내부의 상호연결된 기공 부피를 가짐을 의미한다. 그러한 미세다공성은, (존재하는 경우) 유기 분석물의 분자가 물질의 내부 기공 부피로 침투하여 내부 기공 내에 체재할 수 있음을 제공한다. 내부 기공 내에서의 그러한 분석물의 존재는 유전상수(또는 임의의 다른 적합한 전기적 특성)의 변화가 관찰될 수 있도록 물질의 유전 특성을 변경시킬 수 있다. 이론 또는 메커니즘에 의해 제한됨이 없이, 본 출원인은, 유전체 재료의 전기적 특성의 측정가능한 변화가 기공 내의 분석물 분자의 존재에 의해 야기될 수 있다는 점에서, 미세다공성 유기실리케이트 재료에 좌우되는 개시된 감지 소자(1/101)가 유기 분석물의 감지와 관련하여 유리한 특성을 가질 수 있음을 고려한다. 분석물-응답성 유기실리케이트 재료의 그러한 미세다공성 특성은 소량의 유기 분석물에 대한 유전체 재료의 증가된 감도에 기여할 수 있다.

이와 관련하여, 용어 "분석물-응답성 재료"는 유기 화학적 분석물을 흡착할 수 있고, 재료 내로의 유기 분석물의 흡수시 재료의 일부 전기적 특성의 측정가능한 변화를 나타낼 수 있는 재료를 의미한다.

본 명세서에서 사용되는 바와 같이, 용어 "미세다공성"은 평균 기공 직경 크기가 약 2 나노미터 미만인 다공성 재료를 지칭한다.

본 명세서에서 사용되는 바와 같이, 용어 "소수성"은 물을 끌어당기지 않는 조성물을 지칭한다. 조성물의 소수성 특성은 소정 상대 습도에서 소정 기간에 걸친 물의 흡착에 의한 것을 포함하는 다양한 방식으로 측정될 수 있다.

본 명세서에서 사용되는 바와 같이, 용어 "비결정성"은 실질적으로 비-결정질인 조성물을 지칭한다. 전형적으로, X-선 회절계로 스캔하는 경우, 조성물은 0.5 내지 80도(2θ)로 스캔할 때 식별가능한 X-선 회절 패턴을 나타내지 않는다.

본 명세서에서 사용되는 바와 같이, 용어 "유기실리케이트"는 공유 결합된 3차원 실리카 네트워크($-\text{Si}-\text{O}-\text{Si}-$)와 일부 유기작용기 R을 포함하는 하이브리드인 조성물을 지칭하며, 여기서, R은 적어도 하나의 Si-C 결합에 의해 서 실리카 네트워크에 결합된 탄화수소 기 또는 헤테로원자 치환된 탄화수소 기이다.

- [0015] 본 명세서에서 사용되는 바와 같이, 용어 "탄화수소 기"는 탄소와 수소 결합을 포함하는 기를 지칭한다. 탄화수소 기는 선형, 분지형, 환형, 또는 방향족일 수 있다. 탄화수소 기의 예는 알킬 기 및 아릴 기이다.
- [0016] 본 명세서에서 사용되는 바와 같이, 용어 "치환된 탄화수소 기"는 하나 이상의 헤테로원자, 예를 들어, 산소, 질소, 황, 인, 붕소, 할로젠(F, Cl, Br, 또는 I), 비소, 주석 또는 납을 포함하는 탄화수소 기이다. 헤테로원자는 펜던트형 또는 현수형(catenary)일 수 있다.
- [0017] 본 명세서에서 사용되는 바와 같이, 용어 "알킬"은 포화 탄화수소인 알칸의 라디칼인 1가 기를 지칭한다. 알킬은 선형, 분지형, 환형 또는 그 조합일 수 있으며, 전형적으로 1 내지 20개의 탄소 원자를 갖는다. 일부 실시형태에서, 알킬기는 1 내지 18개, 1 내지 12개, 1 내지 10개, 1 내지 8개, 1 내지 6개 또는 1 내지 4개의 탄소 원자를 포함한다. 알킬기의 예에는 메틸, 에틸, n-프로필, 아이소프로필, n-부틸, 아이소부틸, tert-부틸, n-펜틸, n-헥실, 사이클로헥실, n-헵틸, n-옥틸 및 에틸헥실이 포함되지만, 이들에 한정되는 것은 아니다.
- [0018] 본 명세서에서 사용되는 바와 같이, 용어 "아릴"은 방향족 및 탄소환식인 1가 기를 지칭한다. 아릴은 방향족환에 연결되거나 융합된 1개 내지 5개의 환을 가질 수 있다. 다른 환 구조는 방향족, 비방향족 또는 이들의 조합일 수 있다. 아릴기의 예로는 페닐, 바이페닐, 터페닐, 안트릴, 나프틸, 아세나프틸, 안트라퀴노닐, 페난트릴, 안트라세닐, 피레닐, 페릴레닐 및 플루오레닐이 포함되지만, 이들에 한정되는 것은 아니다.
- [0019] 본 명세서에서 사용되는 바와 같이, 용어 "알킬렌"은 알칸의 라디칼인 2가 기를 지칭한다. 알킬렌은 직쇄, 분지형, 환형 또는 이들의 조합일 수 있다. 알킬렌은 종종 1개 내지 20개의 탄소 원자를 갖는다. 일부의 실시형태에서, 알킬렌은 1개 내지 18개, 1개 내지 12개, 1개 내지 10개, 1개 내지 8개, 1개 내지 6개, 또는 1개 내지 4개의 탄소 원자를 포함한다. 알킬렌의 라디칼 중심은 동일한 탄소 원자 상에 (즉, 알킬리덴) 또는 상이한 탄소 원자 상에 존재할 수 있다.
- [0020] 본 명세서에서 사용되는 바와 같이, 용어 "아릴렌"은 탄소환식 및 방향족인 2가 기를 지칭한다. 이 기는 연결되거나, 융합되거나, 이들의 조합인 1개 내지 5개의 환을 갖는다. 다른 환은 방향족, 비방향족 또는 이들의 조합일 수 있다. 일부의 실시형태에서, 아릴렌기는 5개 이하의 환, 4개 이하의 환, 3개 이하의 환, 2개 이하의 환 또는 1개의 방향족환을 갖는다. 예를 들어, 아릴렌 기는 페닐렌일 수 있다.
- [0021] 본 명세서에서 사용되는 바와 같이, 용어 "아르알킬렌"은 화학식 $-R^a-Ar^a-$ 의 2가 기를 지칭하며, 여기서, R^a 는 알킬렌이고 Ar^a 는 아릴렌이다(즉, 알킬렌이 아릴렌에 결합된다).
- [0022] 본 명세서에서 사용되는 바와 같이, 용어 "알콕시"는 화학식 $-OR$ 의 기를 지칭하며, 여기서, R은 알킬, 아릴, 또는 치환된 알킬 기이다.
- [0023] 본 명세서에서 사용되는 바와 같이, 용어 "아세톡시"는 화학식 $-OC(O)CH_3$ 의 기를 지칭하며, 여기서, C(O)는 카르보닐 기 C=O를 지칭한다.
- [0024] 본 명세서에서 사용되는 바와 같이, 용어 "아미노"는 화학식 $-NR_2$ 의 기를 지칭하며, 여기서, R은 알킬, 아릴, 또는 치환된 알킬 기이다.
- [0025] 본 명세서에서 사용되는 바와 같이, 용어 "기공 크기"는 기공의 직경을 지칭하며 용어 "기공 부피"는 기공의 부피를 지칭한다.
- [0026] 본 명세서에서 사용되는 바와 같이, 용어 "포로젠"은 다공성 구조체의 형성을 촉진하는 물질을 지칭한다. 용매는 전형적으로 이러한 맥락에서의 포로젠으로 간주되지 않는다.
- [0027] 본 명세서에서 사용되는 바와 같이, 용어 "하소하다" 및 "하소"는 혼합물, 예를 들어, 졸을 용융점 미만의 온도로 가열하여 휘발성 물질을 제거하고 유기실리케이트 네트워크를 형성하는 것을 지칭한다.
- [0028] 본 명세서에서 사용되는 바와 같이, 용어 "졸"은 하소 시에 연속 유기 실리케이트 네트워크를 형성하는, 용매 중에 반응성 유기실리케이트 재료를 포함하는 전구체 혼합물을 지칭한다.
- [0029] 도 1 및 도 2를 참고하면, 제1 전극(20/120) 및 제2 전극(30/130)에 근접하여 분석물-응답성 유기실리케이트 층(10/110)을 적어도 포함하는 감지 소자(1/101)가 본 명세서에 기재된다. 이들 구성요소와, 이들의 특징부 및 특성뿐만 아니라, 기타 선택적인 구성요소들과, 이들의 특징부 및 특성이 차례로 논의될 것이다. 이들 논의는 평행판 커패시터의 일반적인 형태에 기반한 예시적인 감지 소자를 도시하는 도 1과, 상호맞물림형 커패시터의

일반적인 형태에 기반한 예시적인 감지 소자를 도시하는 도 2, 도 2a, 및 도 3 모두를 참고할 것이다. 명확성을 위해, 다양한 구성요소들에는 상이한 일반적인 형태들을 도시하는 도면들 내에서 상이한 도면부호(대체로, 100만크 증분됨)들이 주어졌다. 그러나, 달리 언급되지 않는 한, 다양한 구성요소들의 구조, 조성 및 특성이 임의의 정전용량성 설계의 감지 소자에 적용가능할 수 있음을 이해하여야 한다.

- [0030] 감지 소자(1/101)는 분석물-응답성 유기실리케이트 층(10/110)이 층 내에 포함된 분석물-응답성 유기실리케이트 재료가 전극들에 의해 성립된 전기장과 상호작용할 수 있을 정도로 충분히 제1 전극(20/120) 및 제2 전극(30/130)에 매우 근접하도록 구성된다. 감지 소자(1/101)의 작동시, 분석물-응답성 유기실리케이트 층(10/110)은 하나 이상의 분석물의 흡수시 전기적 특성에서의 변화를 나타낸다. 일 실시 형태에서, 전기적 특성은 후술되는 바와 같은 커패시턴스 또는 커패시턴스-관련 특성이다. 커패시턴스-관련 특성의 그러한 변화는 제1 전극(20/120) 및 제2 전극(30/130) 사이에 (예를 들어, 전극들에 전압 차이를 부여함으로써) 전하 차이를 부여하고, 분석물의 존재에 응답하여 감지 소자의 특성을 감시함으로써 측정될 수 있다. 그러한 감시는 본 명세서에서 이후에 기술되는 바와 같은 조작 회로(28/128)의 사용에 의해 행하여 질 수 있다.
- [0031] 분석물-응답성 유기실리케이트 층(10/110)(용어 "층"은 총칭적으로 사용되고 임의의 물리적 형태를 포함함)은 비결정성이고 미세다공성이며 소수성인 분석물-응답성 유기실리케이트 재료를 적어도 일부분 포함한다.
- [0032] 유기실리케이트 조성물은 실리카 프레임워크뿐만 아니라 유기작용기를 포함하는 하이브리드 조성물이다. 유기실리케이트 조성물은 다리형 Si-O-Si 결합을 통해 결합된 RSiO_3 단위를 포함하며, 여기서, R은 탄화수소 기 또는 치환된 탄화수소 기일 수 있다. R 기는 공유 Si-C 결합에 의해서 실리카 매트릭스에 결합된다.
- [0033] 본 발명의 유기실리케이트 조성물은 비교적 높은 유기 함량을 갖는 것으로서 설명될 수 있다. 유기실리케이트 조성물의 비교적 높은 유기 함량은, 하기에 논의된 바와 같이, 유기실리케이트 조성물의 소수성에 영향을 주기 때문에 바람직한 특성이다. 비교적 높은 유기 함량이 다수의 방식으로 달성될 수 있다. 예를 들어, 비교적 작은 탄화수소 기, 예를 들어, 메틸, 에틸, 프로필 등인 R을 갖는 다수의 RSiO_3 단위가 존재하여 고도의 유기 함량을 제공할 수 있거나, 또는 비교적 큰 탄화수소 기, 예를 들어, 아릴인 R을 갖는 더 적은 수의 RSiO_3 단위가 존재할 수 있다.
- [0034] 매우 다양한 유기작용기(RSiO_3 단위 중의 R 기)가 유기실리케이트 조성물에 사용하기에 적합하다. 유기작용기는 단순한 알킬 또는 알킬렌 기, 예를 들어, 메틸, 에틸, 프로필, 메틸렌, 에틸렌, 프로필렌 등일 수 있거나, 또는 더 복잡한 알킬 또는 알킬렌 기일 수 있다. 유기작용기는 또한 방향족 기, 예를 들어, 아릴, 치환된 아릴 등일 수 있다. 일부 실시 형태에서, R 기는 2개의 SiO_3 단위에 결합된 알킬렌 또는 아릴렌 기일 수 있다(예를 들어, $-\text{O}_3\text{Si}-\text{R}-\text{SiO}_3-$). 적합한 아릴 및 아릴렌 기의 예에는, 예를 들어, 페닐, 톨릴, 나프틸, 페닐렌, 톨릴렌, 비스페닐렌 등이 포함된다.
- [0035] 일부 실시 형태에서, 유기실리케이트 조성물은 적어도 일부의 방향족 함량(즉, 아릴 및/또는 아릴렌 기)을 포함할 수 있다. 아릴렌 기가 2개의 규소 원자에 결합되는 경우, 아릴렌 기가 특히 적합한데, 이는 경질의 방향족 환이 바람직한 기공 구조를 제공하는 데 도움이 되는 것으로 여겨지기 때문이다. 특히 적합한 아릴 및 아릴렌 기 중에는 페닐, 나프틸, 및 비스페닐렌이 있다.
- [0036] 유기 기는 본래 친유성(oleophilic)(문자 그대로, "기름을 좋아함")이며 물보다는 다른 유기작용성 화학종과 더욱 상용성(compatible)이기 때문에, 유기실리케이트의 유기작용성 특성은 조성물을 소수성으로 만드는 경향이 있다. 조성물의 소수성 특성은 이러한 재료가 대기로부터의 수분을 흡착할 가능성을 줄여준다. 대기로부터의 수분의 흡착은, 특히 이러한 재료가 유기 분자의 감지를 요구하는 센서 응용에 이용되는 경우에 바람직하지 않다. 기공이 환경으로부터 실질적으로 수분을 흡착하는 경우, 기공이 관심 유기 분석물을 흡착하는 능력이 감소될 것이다. 그러나, 본 조성물은 소수성이기 때문에, 환경으로부터의 수분에 의해 비교적 영향을 받지 않는다.
- [0037] 소수성은 다양한 방식으로 측정될 수 있다. 특히 유용한 한 가지 기술은 흡착된 물과 대기 중의 물이 평형을 이루도록 충분한 기간동안 실온에서 소정 상대 습도, 예를 들어, 50% 상대 습도를 갖는 환경에 소수성이고 비결정성이며 실질적으로 미세다공성인 유기실리케이트 조성물을 노출시키는 것이다. 이러한 평형 상태는 시간 대 흡착의 그래프를 그리고 프로파일 곡선이 평탄역을 이루는 곳을 관측하여 결정할 수 있다. 본 발명의 일부 실시 형태에서, 필름은 평형에서 50%의 상대 습도에서, 이용가능한 기공 부피의 50% 미만에 물을 흡착한다. 일부 실시 형태에서, 필름은 평형에서 50%의 상대 습도에서, 이용가능한 기공 부피의 30% 미만에 물을 흡착한다.

- [0038] 유기실리케이트 조성물은 비결정성이거나 실질적으로 비결정성이며, 이는 결정성이 없거나 본질적으로 없음을 의미한다. 이론에 의해 제한하고자 하지는 않지만, 비결정성 유기실리케이트는 더욱 다양한 다공성 구조를 포함하며 그로 인해, 예를 들어, 감지 응용에서, 광범위한 분석물에 대해 적합하다고 믿어진다.
- [0039] 유기실리케이트 조성물의 비결정성 특성은, 예를 들어, X-선 회절계를 사용하여 측정될 수 있다. 전형적으로, X-선 회절계로 스캔하는 경우, 조성물은 0.5 내지 80도(2θ)로 스캔할 때 식별가능한 X-선 회절 패턴을 나타내지 않는다. 식별가능한 X-선 회절 패턴이 없다는 것은 X-선 회절 데이터가 본질적으로 특징이 없음을 의미하며, 이는 구조적 규칙성(structural order)이 존재한다는 증거가 없음을 나타낸다.
- [0040] 유기실리케이트 조성물은 실질적으로 미세다공성이다. 다공성 재료는 많은 상이한 방식으로 분류되어 왔다. 다공성 재료에 대한 IUPAC 정의는 평균 기공 직경이 2 나노미터 미만인 다공성 재료를 미세다공성으로, 평균 기공 직경이 2 내지 50 나노미터인 다공성 재료를 메조다공성으로, 그리고 평균 기공 직경이 50 나노미터 초과인 다공성 재료를 거대다공성(macroporous)으로 정의한다. 본 발명의 유기실리케이트 조성물에서는, 전체 기공 부피의 50% 이상이 2.0 나노미터 이하의 직경을 갖는 기공을 포함한다. 일부 실시 형태에서, 전체 기공 부피의 50% 이상이 0.6 내지 1.3 나노미터의 직경을 갖는 기공을 포함한다.
- [0041] 일부 실시 형태에서, 본 발명의 필름은 포로젠이 없는 전구체 혼합물로부터 제조된다. 이러한 맥락에서, 포로젠은 다공성 구조의 형성에 도움을 주기 위해 전구체 혼합물에 첨가되는 화학 화합물을 지칭한다. 상이한 목적을 위해 반응 혼합물에 첨가되는 용매 및 다른 성분은 포로젠으로서 간주되지 않는다. 다른 실시 형태에서, 원한다면 선택적인 포로젠이 첨가될 수 있다.
- [0042] 전형적으로 전구체 혼합물을 제조하고, 기재 상에 코팅하고, 가열하여 전구체 혼합물을 건조 및/또는 하소시켜서, 소수성이고 비결정성이며 실질적으로 미세다공성인 유기실리케이트 필름을 형성한다.
- [0043] 전구체 혼합물은 다양한 상이한 재료를 포함할 수 있다. 적합한 재료 중에는 용매, 적어도 2개의 가수분해성 실란, 선택적인 포로젠 및 산이 있다. 사용된 산이 수성 산이 아닌 경우에, 선택적으로 물이 또한 첨가될 수 있다.
- [0044] 전형적으로 전구체 혼합물은 적어도 하나의 용매를 포함한다. 용매 또는 용매들은 반응물을 용해시키거나 희석시키는 기능을 하며 전구체 혼합물에서 일어나는 가수분해 및 축합 반응을 위한 반응 매질로서 기능한다. 용매는 반응물을 적어도 부분적으로 용해시킬 수 있어야 한다. 흔히 수성 시약, 예를 들어, 수성 산이 사용되기 때문에, 전형적으로 용매는 물과 적어도 부분적으로 혼화성이다. 적합한 용매에는, 예를 들어, 알코올, 예를 들어, 메탄올, 에탄올, 아이소프로판올, tert-부탄올; 케톤, 예를 들어, 아세톤 및 메틸 에틸 케톤; 에테르, 예를 들어, 테트라하이드로푸란; 에스테르, 예를 들어, 에틸 아세테이트; 아마이드, 예를 들어, 다이메틸포름아미드; 또는 그 혼합물이 포함된다.
- [0045] 전구체 혼합물은 적어도 하나의 가수분해성 실란을 포함한다. 가수분해성 실란은 일반식 $R_n-\{Si(Z)_{4-n}\}_x$ (여기서, R은 x-원자가 탄화수소 기 또는 치환된 탄화수소 기이고, x는 1 이상의 정수이고, Z는 가수분해성 기이고, n은 1, 2 또는 3의 정수임)의 화합물이다. 적합한 가수분해성 기에는 알콕시, 할로, 아세톡시, 또는 아미노 기가 포함된다. 일부 실시 형태에서, x는 1이고, n은 1이고, R 기는 탄화수소 기, 예를 들어, 알킬 또는 아릴 기이고, Z는 알콕시이다. 다른 실시 형태에서, x는 2이고, n은 1이고, R은 알킬렌, 아릴렌, 아르알킬렌 기이고, Z는 알콕시이다.
- [0046] 일부 실시 형태에서, 전구체 혼합물은 적어도 2개의 가수분해성 실란을 포함한다. 일부 실시 형태에서, 전구체 혼합물은 일반식 $R^1-Si(OR^2)_3$ 의 가수분해성 실란뿐만 아니라 일반식 $(R^3O)_3Si-R^5-Si(OR^4)_3$ 의 가수분해성 실란을 포함하며, 여기서, R^1 , R^2 , R^3 , 및 R^4 는 알킬 또는 아릴 기이고, R^5 는 알킬렌, 아릴렌, 또는 아르알킬렌 기이다. 적합한 가수분해성 실란의 예에는, 예를 들어, 메틸 트라이메톡시 실란, 에틸 트라이메톡시 실란, 페닐 트라이메톡시 실란, 4,4'-비스(트라이에톡시실릴)-1,1'-바이페닐 등이 포함된다. 일부 실시 형태에서, 전구체 혼합물은 페닐 트라이메톡시 실란과 4,4'-비스(트라이에톡시실릴)-1,1'-바이페닐을 포함한다.
- [0047] 전구체 혼합물 중에 존재하는 가수분해성 실란의 양은 가수분해성 실란 또는 실란들의 특성 및 형성되는 유기실리케이트 조성물의 원하는 특성에 따라 달라질 것이다. 전형적으로, 가수분해성 실란은 전구체 혼합물의 총 중량을 기준으로 약 5 내지 25 중량%의 범위로 존재한다.
- [0048] 전구체 혼합물은 가수분해성 실란의 가수분해 및 축합 반응을 촉진하기 위해 산을 포함한다. 전구체 혼합물과

상용성이고 가수분해 반응에 도움이 되기만 한다면 임의의 적합한 산이 사용될 수 있다. 적합한 산의 예에는, 예를 들어, 유기산, 포스포늄산, 암모늄산 및 무기산이 포함된다. 유기산은, 예를 들어, 카르복실산, 예를 들어, 아세트산, 설펡산, 예를 들어, 알킬 설펡산, 포스포산, 예를 들어, 일반식 $RP(O)(OH)_2$ (여기서, R은 알킬 기임)의 알킬 포스포산, 및 포스핀산, 예를 들어, 일반식 $R_2P(O)(OH)$ (여기서, 각각의 R은 독립적으로 알킬 기임)의 알킬 포스핀산을 포함한다. 포스포늄산은 R_3PH^+ (여기서, 각각의 R은 독립적으로 수소이거나, 알킬, 또는 아릴 기임) 유형의 화합물을 포함한다. 암모늄산은 R_3NH^+ (여기서, 각각의 R은 독립적으로 수소이거나, 알킬, 또는 아릴 기임) 유형의 화합물을 포함한다. 무기산은 예를 들어, 염산, 질산, 황산, 붕산, 인산, 플루오르화수소산 등을 포함하는 무기산이다. 전형적으로 무기산은 수성 형태로 사용되며, 즉, 산이 물에 용해된다. 일반적으로, 이용가능성 및 사용의 용이성으로 인해, 수성 무기산이 사용된다. 일부 실시 형태에서, 산은 수성 염산이다.

[0049] 전구체 혼합물은 선택적으로 적어도 하나의 포로젠을 포함할 수 있다. 포로젠은 다공성 구조의 형성을 촉진하는 물질이다. 포로젠은 유기실리케이트 조성물에 공유적으로 부착되지 않으며 전형적으로 하소 동안 또는 후에 유기실리케이트 조성물 혼합물로부터 제거된다. 일반적으로 포로젠은 전구체 혼합물 중 반응성 화학종과 반응하는 임의의 작용기를 포함하지 않는다.

[0050] 적합한 포로젠의 예에는 폴리에테르 계면활성제, 알킬 암모늄 염, 탄화수소, 예를 들어, 1,3,5-트라이메틸 벤젠 등이 포함된다. 일부 실시 형태에서, 포로젠은 할라이드 반대이온을 갖는 암모늄 염, 예를 들어, 알킬 암모늄 염이다. 그러한 염의 예에는 테트라메틸암모늄 클로라이드, 테트라에틸암모늄 클로라이드, 테트라프로필암모늄 클로라이드, 테트라-n-부틸암모늄 클로라이드, 옥틸트라이메틸암모늄 브로마이드, 데실트라이메틸암모늄 브로마이드, 세틸트라이메틸암모늄 브로마이드 등이 포함된다. 한 가지 특히 적합한 포로젠은 옥틸트라이메틸암모늄 브로마이드이다. 전형적으로, 포로젠은 전구체 혼합물 중에 1 내지 25 중량% 범위의 양으로 존재한다.

[0051] 미세다공성 구조의 형성을 방해하지만 않는다면 다른 선택적인 첨가제가 전구체 혼합물에 첨가될 수 있다. 구체적으로, 특히 수성 산이 사용되지 않는 경우, 물이 전구체 혼합물에 첨가될 수 있다.

[0052] 전구체 혼합물은 기재 상에 침착되어 층을 형성할 수 있다. 기재는 센서 소자의 일부를 형성할 수 있거나, 또는 기재는 전구체가 분석물-감응성 유기실리케이트 재료의 예비형성 필름을 형성하도록 하는 일시적인 기재일 수 있다. 전구체는 예를 들어, 스핀 코팅, 딥 코팅, 스프레이 코팅, 롤 코팅, 및 예를 들어 잉크젯 인쇄와 스크린 인쇄를 포함하는 인쇄 기술과 같은 다양한 코팅 기술을 사용하여 기재 상에 침착될 수 있다. 스핀 코팅이 특히 유용하다.

[0053] 기재는, 위에서 유기실리케이트 층을 제조하는 것이 바람직하며 유기실리케이트 층을 형성하기 위한 하소 단계를 견뎌낼 수 있는 임의의 적합한 기재일 수 있다. 기재의 예에는, 예를 들어, 금속 및 금속 산화물 플레이트 및 포일, 유리 플레이트, 세라믹 플레이트 및 용품, 규소 웨이퍼, 하소 단계를 견뎌낼 수 있는 중합체, 예를 들어, 폴리아미드 및 실리콘 등이 포함된다.

[0054] 일단 전구체 혼합물이 기재 상에 코팅되면, 혼합물을 건조 및 하소시키기 위해 전형적으로 열처리를 거친다. 가열 단계는 예를 들어, 30 내지 100°C와 같은 비교적 낮은 온도로 될 수 있다. 일반적으로, 가열 단계는 더 높은 온도를 수반한다. 전형적으로, 코팅된 전구체 혼합물은 약 200°C 내지 약 500°C 범위의 온도로 가열된다. 일부 실시 형태에서, 가열 단계는 약 450°C로 된다.

[0055] 열처리 후에 추가적인 선택 가공 단계가 수행될 수 있다. 예를 들어, 처리제로 유기실리케이트 필름을 처리하는 것이 바람직할 수 있다. 처리제는 유기실리케이트 필름을 추가로 개질하여 예를 들어 더욱 소수성으로 만들 수 있다. 적합한 처리제의 예는 유기실란 처리제, 예를 들어, 알킬 다이실라잔, 예를 들어, 헥사메틸 다이실라잔이다. 그러한 처리는 층을 헥사메틸 다이실라잔의 증기에 노출시켜 수행될 수 있다.

[0056] 센서 소자는 전극뿐만 아니라 유기실리케이트 층을 포함한다. 도 1 및 도 2를 참조하면, 제1 전극(20/120) 및 제2 전극(30/130)은 임의의 적합한 전도성 물질을 포함할 수 있다. 충분한 전체적인 전도성이 제공되는 한(예를 들어, 전극 물질이 약 10^{-2} 옴-미터 미만의 일정한 저항률을 포함함), 상이한 물질들(전도성 및/또는 비전도성)의 조합이 상이한 층으로서 또는 혼합물로서 사용될 수 있다. 제1 전극 및/또는 제2 전극을 제조하기 위해 사용될 수 있는 물질의 예에는 유기 물질, 무기 물질, 금속, 합금, 및 이들 물질 중 임의의 것 또는 모두를 포함하는 다양한 혼합물 및 복합체가 포함되지만 이로 한정되지 않는다. 소정 실시 형태에서 코팅된(예를 들어

증기 코팅된, 스퍼터 코팅된, 등등) 금속 또는 금속 산화물, 또는 그 조합이 사용될 수 있다. 적합한 전도성 물질에는 예를 들어 알루미늄, 주석, 인듐-주석 산화물, 금, 은, 백금, 팔라듐, 구리 등이 포함된다. 일 실시 형태에서, 2개 전극 모두는 동일한 물질을 포함하고; 대안적 실시 형태에서, 제1 전극 및 제2 전극은 상이한 물질을 포함한다.

[0057] 다양한 실시 형태에서, 전극들 중 어느 하나 또는 둘 모두는 유기 분석물에 대해 투과성일 수 있다. 그러한 전극 투과성은 도 1에 도시된 바와 같이 평행판 커패시터의 일반적인 방식으로 구성되는 감지 소자의 경우에 특히 유용할 수 있다. 그러한 경우에, 제2 전극(30)이 투과성이라면, 유기 분석물은 더 느린 공정일 수 있는 에지(edge, 15)를 경유한 분석물-응답성 유기실리케이트 층(10)으로의 진입보다는 주 표면(major surface, 13)을 통해 분석물-응답성 유기실리케이트 층(10)으로 진입할 수 있다. 마찬가지로, 제1 전극(20)이 투과성이라면, 유기 분석물은 주 표면(11)을 통해 분석물-응답성 유기 실리케이트 층(10)으로 진입할 수 있다(그러나, 배킹(40)이 분석물에 대해 투과성이 아니라면, 투과성 형태의 제1 전극(20)을 제공하는 것이 유용하지 않을 수 있다).

[0058] 다양한 실시 형태에서, 전극은 불연속적이라는 것에 의해 분석물-투과성일 수 있다. 이와 관련하여, 용어 "불연속적"은 전극이 서로 전기적으로 접촉하지 않는 유닛(스팟(spot), 섬(island) 등)들을 포함한다는 것을 의미하지는 않는다. 오히려, "불연속적"은 전극의 전체적인 경계 내에서, 일부 영역이 전도성 물질을 포함하지 않는다는 것을 의미한다. 그러한 불연속적 전극은 미시적으로 불연속적일 수 있다. 예를 들어, 전극은 전도성 물질의 입자(예를 들어, 나노입자)를 포함하는 졸의 침착에 의해(예를 들어, 코팅, 잉크-젯 인쇄 등에 의해) 형성될 수 있다. 그러한 경우에, 전극은 전극이 전도성인 것을 보장하기에 충분히 접촉하지만, 전극이 유기 분석물에 대해 투과성이 되게 하도록 입자들 사이에서 충분한 공간을 갖는 전도성 입자들을 포함한다. 다른 실시 형태에서, 전극은 거시적으로 불연속적인 구조를 포함할 수 있다. 예를 들어, 전도성 물질이 증기 코팅된 금속(전형적으로 불투과성임)을 포함한다면, 전도성 금속은 연속적인 층으로서보다는 패턴으로(예를 들어, 그리드 패턴으로, 또는 "빗 모양(comb)" 패턴으로) 침착될 수 있다.

[0059] 도 1 및 도 2를 참조하면, 제1 전극(20/120)의 전기적 접근가능 영역(25/125), 및 제2 전극(30/130)의 전기적 접근가능 영역(35/135)이 제공되어, 이들 영역을 통해 감지 소자에 조작 회로(28/128)를 연결시킬 수 있도록 한다. 그러한 전기적 접근가능 영역은 임의의 편리한 위치에 제공될 수 있다. 예를 들어, 그러한 전기적 접근가능 영역은 도 1 및 도 2의 예시적인 도면에서 전극의 에지 상에 보여지고, 도 3의 예시적인 도면에서 전극의 주 표면(123, 133) 상에 보여진다. 일 실시 형태에서, 연결 디바이스(예를 들어, 접촉 패드 또는 탭(tab))(22/122)는 감지 소자(1/101)와 조작 회로(28/128) 사이에 전기적 연결이 (예를 들어, 전선(24/124)의 부착을 통해) 이루어질 수 있도록 제1 전극(20)의 접근가능 영역과 접촉하여 위치된다(예를 들어, 접근가능 영역에 부착된다). 유사한 연결 디바이스(32/132)가 마찬가지로 제2 전극(30)의 접근가능 영역과 접촉하여 위치될 수 있다.

[0060] 일 실시 형태에서, 도 1의 단면도에서 예시적인 방식으로 도시된 바와 같이 평행판 커패시터의 일반적인 방식으로 구성되는 감지 소자(1)가 제조될 수 있다. 그러한 형태에서, 감지 소자는 2개의 대체로 평면형인 평행한 대향 전극들을 포함하는데, 이때 분석물-응답성 유기실리케이트 층이 전극들 사이에 존재하여 2개 전극들 사이에서의 직접적인 전기적 접촉을 방지한다.

[0061] 그러한 감지 소자를 제조하는 예시적인 공정에서, 전극들 중 적어도 하나에 근접하여 있고 완성된 감지 소자에 물리적 강도 및 완전성을 제공하도록 역할을 할 수 있는 배킹(40)이 제공된다(배킹은 물질의 연속적인 슬래브(slab), 층 또는 필름일 수 있음). 유리, 세라믹, 플라스틱 등을 비롯한 임의의 적합한 물질이 사용될 수 있다. 대규모 생산에서, 중합체성 필름(예를 들어, 폴리에스테르)이 사용될 수 있다. 일부 실시 형태에서, 배킹은 분석물-투과성 물질(예를 들어, 실리콘 고무, 미세다공성 멤브레인 등)이다.

[0062] 일 실시 형태에서, 제1 전극(20)으로 역할을 하는 전도성 층이 배킹(40) 상에 제공된다. 전도성 층은 전도성 및 비전도성 물질의 블렌드 또는 혼합물을 비롯한 전술된 재료들 중 임의의 것을 포함할 수 있고, 스핀(spin) 코팅, 딥(dip) 코팅, 스크린 인쇄, 전사 코팅, 스퍼터-코팅, 물리 증착, 화학 증착, 또는 그러한 방법들 중 둘 이상의 방법의 조합을 포함하지만 이로 한정되지 않는 임의의 적합한 방법에 의해 침착될 수 있다. 대안적 실시 형태에서, 전도성 층은 배킹(40)의 상부에 사전 제조된 필름(예를 들어, 금속 포일(foil), 전도성 테이프 등)을 배치함으로써 제공될 수 있다. 이러한 제1 전극(20)은 앞서 기술된 바와 같이 연속적인 층으로서 또는 불연속적인 층으로서 제공될 수 있다.

[0063] 일 실시 형태에서, 전도성 층은 전극(20)의 제1 표면(21)이 배킹(40)의 제1 표면(41)의 적어도 일부분에 근접하고/하거나 이에 접촉하도록 제공된다. 대안적인 실시 형태에서, 선택적인 층이 전극(20)의 제1 표면(21)의 적

어도 일부분과 배킹(40)의 제1 표면(41) 사이에 존재한다. 그러한 선택적인 층은 이 층이 감지 소자(1)의 기능을 방해하지 않는 한, 임의의 목적(예를 들어, 제1 전극(20)과 배킹(40) 사이의 결합을 향상시키는 것)을 위해 사용될 수 있다.

[0064] 감지 소자(1)의 제조시, 분석물-응답성 유기실리케이트 층(10)이 또한 제공된다. 일 실시 형태에서, 분석물-응답성 유기실리케이트 층(10)은 층(10)의 제1 주 표면(11)이 (조작 회로에 대한 연결을 위해 접근가능한 제1 전극(20)의 적어도 일부분을 남기면서) 제1 전극(20)의 제2 표면(23)의 적어도 일부분과 직접 접촉하도록 제공된다.

[0065] 일 실시 형태에서, 분석물-응답성 유기실리케이트 재료는, 예를 들어, 상기에 기재된 스핀 코팅, 딥 코팅, 인쇄 기술 등을 포함하지만 이로 한정되지 않는 코팅 공정에 의해 제1 전극에 근접하여 배치된다. 소정 실시 형태에서, 유전체 물질은 감지 소자의 성능을 손상시키는 역할을 할 수도 있는 결함, 핀홀(pinhole) 등의 존재를 최소화하는 방식으로 침착된다.

[0066] 분석물-응답성 유기실리케이트 층(10)은 또한 다른 방법에 의해 제공될 수 있다. 예를 들어, 분석물-응답성 유기실리케이트 재료의 사전 형성된 필름이 제1 전극의 제2 표면 상에 배치될 수 있다. 대안적인 실시 형태에서, 반응물-응답성 유기실리케이트 재료는 미립자 형태로(예를 들어, 분말로서, 현탁물로서, 또는 졸로서) 제공될 수 있고, 제1 전극 상에 그러한 형태로 침착되어 미립자 코팅을 형성할 수 있다. 필요하다면, 그러한 물질은 분석물-응답성 유기실리케이트 재료의 연속적인 매트릭스를 형성하도록 압밀될 수 있다.

[0067] 다양한 실시 형태에서, 분석물-응답성 유기실리케이트 층(10)에 근접하여 제2 전도성 층을 배치함으로써 제2 전극(30)이 형성될 수 있다. 제2 전극(30)은 전술된 바와 같은 전도성 물질을 포함할 수 있고, 전술된 방법에 따라 침착될 수 있다. 소정 실시 형태에서(특히, 배킹(40)이 분석물에 대해 불투과성인 경우에), 제2 전극은 유기 분석물에 대해 투과성이 되도록 (다시 앞서 기술된 바와 같은) 불연속적인 구조를 포함할 수 있다.

[0068] 도 1을 참조하면, 선택적인 보호 커버 또는 장벽 층(50)이 전극들 중 적어도 하나에 근접하여 제공될 수 있다. 일 실시 형태에서, 커버 층(50)은 (전기적 접촉을 위해 접근가능한 제2 전극(30)의 영역을 남기면서) 제2 전극(30)의 상부에 배치될 수 있다. 임의의 그러한 커버 층(50)은 감지 소자(1)의 기능을 상당히 방해하여서는 안 된다. 예를 들어, 감지 소자가 관심대상의 분석물이 분석물-응답성 유기실리케이트 층(10)에 도달하기 위해 커버 층(50)을 통과해야만 하도록 구성된다면, 커버 층은 분석물에 대해 충분히 투과성이어야 한다.

[0069] 커버 층(50)은 코팅(예를 들어, 스핀 코팅, 딥 코팅, 용매 코팅, 증기 코팅, 전사 코팅, 스크린 인쇄, 플렉소그래픽(flexographic) 인쇄 등)을 비롯한, 당업계에 공지된 임의의 방법에 의해 침착될 수 있다. 대안적인 실시 형태에서, 커버 층(50)은 제2 전극(30) 상에 배치된 사전 제조된 층(예를 들어, 필름 또는 테이프)을 포함할 수 있다. 일 실시 형태에서, 커버 층(50)은 커버 층(50)의 제1 표면(51)이 제2 전극(30)의 제2 표면(33)의 적어도 일부분과 직접적으로 접촉하도록 제공된다. 커버 층의 제2 표면은 감지 소자의 최외측 표면일 수 있거나, 필요하다면 그 자체가 부가적인 코팅 또는 층을 수용할 수 있다.

[0070] 일 실시 형태에서, 제1 전극(20)의 제2 표면(23) 및 분석물-응답성 유기실리케이트 층(10)의 제1 주 표면(11)은 이들 사이에 개재 층(들)이 없이 직접 접촉된다. 마찬가지로, 일 실시 형태에서, 제2 전극(30)의 제1 표면(31) 및 분석물-응답성 유기실리케이트 층(10)의 제2 주 표면(13)은 이들 사이에 개재 층(들)이 없이 직접 접촉된다. 그러한 실시 형태가 도 1에 도시되어 있다. 그러나, 다른 선택적인 층들이 제1 전극(20)과 분석물-응답성 유기실리케이트 층(10) 사이에 그리고/또는 제2 전극(30)과 분석물-응답성 유기실리케이트 층(10) 사이에 존재할 수 있음이 또한 고려된다. 그러한 경우에, 전극들 중 어느 하나 또는 둘 모두는 분석물-응답성 유기실리케이트 재료의 표면의 일부 또는 전체와 직접 접촉하지 않을 수 있다. 예를 들어, 타이 층 또는 층들이 전극과 분석물-응답성 유기실리케이트 층 사이의 결합을 향상시키기 위해 사용될 수 있다. 또는, 전극들 사이에서의 아크 발생의 가능성을 최소화하기 위해, 패시베이션 층 또는 층들(예를 들어, 이산화규소의 층)이 분석물-응답성 유기실리케이트 층의 표면과 전극 표면 사이에 배치될 수 있다. 일부 실시 형태에서, 다수의 그러한 선택적인 층들이 사용될 수 있고; 대안적으로 단일 층이 다수의 기능을 제공할 수 있다. 전술된 타이 층, 패시베이션 층, 보호 층, 커버 층 등과 같은 임의의 그러한 선택적인 층 또는 층들이 감지 소자의 요구되는 기능을 상당히 방해하지 않는 한, 이들은 어떠한 목적을 위해서도 사용될 수 있다. 예를 들어, 선택적인 층은, 분석물이 분석물-응답성 유기실리케이트 층(10)에 도달하기 위해 선택적인 층을 통과해야만 하도록 감지 소자가 구성된다면, 관심대상의 분석물에 대해 충분히 투과성이어야 한다.

[0071] 일반적으로, 다양한 층들의 예지는 (도 1의 예시적인 실시 형태에서 도시된 바와 같이) 서로 동일 평면에서 정

렬될 수 있다. 대안적으로, 다양한 층들이 다른 층들과 중첩될 수 있고/있거나 소정 층들의 에지가 다른 층들에 대해 뒤로 들어가 있을 수 있다.

[0072] 제1 전극(20)의 상부에서의 분석물-응답성 유기실리케이트 재료의 침착시, 전기적 접근가능 영역(25)은 전극과 조작 회로 사이에서 전기적 접촉이 가능하도록 제1 전극(20) 상에 제공되어야 한다. 유사하게, 커버 층이 제2 전극(30)의 상부에 배치된다면, 전기적 접근가능 영역(35)이 유사하게 제공되어야 한다. 그러한 전기적 접근가능 영역은 임의의 편리한 위치에 제공될 수 있다. 일 실시 형태에서, 연결 디바이스(예를 들어, 접촉 패드, 탭 등)(22)는 제1 전극(20)의 접근가능 영역(25)과 전기적으로 접촉하여 배치될 수 있다. 유사하게, 연결 디바이스(32)는 마찬가지로 제2 전극(30)의 접근가능 영역(35)과 접촉하여 배치될 수 있다.

[0073] 다른 실시 형태에서, 상호맞물림형 커패시터의 일반적인 방식으로 구성되는 감지 소자가 제조될 수 있다. 상호맞물림형 감지 소자의 예시적인 실시 형태들이 도 2의 평면도에, (도 2에서 "2a"로 표시된 선을 따라 취해진) 도 2a의 단면도에, 그리고 도 3의 사시도에 도시되어 있다. 이와 관련하여, 용어 "상호맞물림형"은 상호맞물림형 형태로 존재하는 적어도 2개의 전극들을 포함하는 임의의 배열을 포함한다. 그러한 형태에는 (도 2, 도 2a 및 도 3에 도시된 바와 같은) 상호맞물림형 빗 모양의 패턴뿐만 아니라 당업계에 잘 알려진 상호맞물림형 나선 또는 사행(serpentine) 패턴이 포함된다. 그러한 설계 모두는, (적어도) 2개의 전극들이, 전극들 사이에 전기장이 성립될 때 분석물-응답성 유기실리케이트 층 내에 포함된 분석물-응답성 유기실리케이트 물질이 전기장과 상호작용할 수 있도록 분석물-응답성 유기실리케이트 층이 전극들에 근접하여 존재하는 상태로 대체로 동일 평면상의 상호맞물림형 배열로 존재한다는 공통의 특징을 갖는다. 분석물-응답성 유기실리케이트 층/물질은 전극들 사이에 (즉, 2개의 전극의 평면 내에 그리고 제1 전극과 제2 전극에 가까운 임의의 2개 지점들 사이에서 가장 가까운 선형 경로에 개재되어) 제공될 수 있다. 대안적으로, 전극들과 동일 평면상에 있지 않더라도, 분석물-응답성 유기실리케이트 재료가 2개 전극들의 인접한 섹션들 사이에 성립된 가장자리 전기장에 적어도 노출되도록, 분석물-응답성 유기실리케이트 층/물질이 제공될 수 있다. 또 다른 대안적인 실시 형태에서, 분석물-응답성 유기실리케이트 층은 2개의 위치에 제공될 수 있다.

[0074] 상호맞물림형 전극들은 물질의 패턴화된 침착을 위해 잘 알려져 있는 방법들 중 임의의 방법(예를 들어, 마스크링된(masked) 증착, 스크린-인쇄, 잉크-젯 인쇄)에 의해 2개의 상호맞물림형 패턴으로 전도성 물질을 침착함으로써 제공될 수 있다. 전극 패턴의 특정 기하학적/치수적 특성(간격, 높이, 길이 등)이 요구되는 대로 설계될 수 있다.

[0075] 일 실시 형태에서, 상호맞물림형 전극들은 전술된 물질로 구성될 수 있는 배킹(140) 상에 제공된다. 제1 전극(120) 및 제2 전극(130)은 전형적으로 동일한 배킹(140) 상에 제공된다. (도 2, 도 2a 및 도 3에 도시된) 일 실시 형태에서, 제1 전극(120)의 제1 표면(121), 및 제2 전극(130)의 제1 표면(131) 둘 모두는 배킹(140)의 제1 표면(141)의 적어도 일부 부분과 직접 접촉된다. 대안적 실시 형태(도면으로 도시되지 않음)에서, 선택적인 층 또는 층들은, 전술된 선택적인 층과 유사하게, 전극(120) 및/또는 전극(130)과 배킹(140) 사이에 존재할 수 있고, 동일한 문제점 및 제한 사항을 받기 쉬울 수 있다.

[0076] 도 2, 도 2a, 및 도 3의 예시적인 실시 형태에서 도시된 바와 같이, 제1 전극(120) 및 제2 전극(130)의 패턴화된 침착은 배킹(140)의 표면(141)(또는, 그 상부의 임의의 선택적인 층의 표면)의 소정 영역을 노출된 상태로 남길 수 있다. 이어서, 분석물-응답성 유기실리케이트 층은 평행판 유형의 감지 소자와 관련하여 전술된 것들과 유사한 방법을 통해, 배킹(140) 상으로 침착될 수 있다. 따라서, 침착된 분석물-응답성 유기실리케이트 재료는 2개의 전극들 사이의 공간(예를 들어, 도 2, 도 2a, 및 도 3에 도시된 공간(117))을 채울 것이다. 따라서, 이 실시 형태에서, 분석물-응답성 유기실리케이트 층(110)의 제1 표면(111)은 배킹(140)의 표면(141)의 적어도 일부분과 직접 접촉할 것이다. 침착 공정은 또한 (침착이 예를 들어 전극들 중 하나 또는 둘 모두가 마스크링된 상태로 선택적으로 수행되지 않는다면) 분석물-응답성 유기실리케이트 층(110)이 도 2a 및 도 3에 도시된 바와 같이 제1 전극의 제2 표면(123) 및 제2 전극의 제2 표면(133)을 덮게 하고 이들과 접촉되게 할 수 있다. 따라서, 다양한 실시 형태에서, 분석물-응답성 유기실리케이트 층(110)의 제1 표면(111)은 제1 전극(120)의 제2 표면(123) 및/또는 제2 전극(130)의 제2 표면(133)과 직접 접촉한다.

[0077] 대안적인 실시 형태에서, 선택적인 층(도 2, 도 2a 또는 도 3에 도시되지 않음)이 제1 전극(120)의 제2 표면(123)의 상부에 그리고/또는 제1 전극(130)의 제2 표면(133)의 상부에 제공될 수 있다. (이 실시 형태에서, 분석물-응답성 유기실리케이트 층(110)의 제1 표면(111)과 제1 전극(120)의 제2 표면(123), 및/또는 제2 전극(130)의 제2 표면(133) 사이의 직접 접촉이 일어나지 않을 수 있다.) 그러한 선택적인 층은 앞서 기술된 것들과 유사한 목적(보호 목적 등)을 제공할 수 있다. 그러나, 상호맞물림형 유형의 감지 소자에서, 1개 또는 2개

의 전극의 상부의 선택적인 층은 분석물에 대해 반드시 투과성일 필요는 없을 수 있는데, 그 이유는 분석물이 분석물-응답성 유기실리케이트 층(110)의 영역(117)에 도달하기 위해 선택적인 층에 침투할 필요가 없을 수 있기 때문이다.

[0078] 일 실시 형태에서, 선택적인 커버 층(150)(보호 층, 절연 층, 장식 층 등으로 역할을 할 수 있음)은 커버 층(150)의 제1 표면(151)이 분석물-응답성 유기실리케이트 층(110)의 제2 표면(113)의 상부에 침착될 수 있도록 제공된다. 임의의 그러한 커버 층은 감지 소자의 기능을 상당히 방해해서는 안된다(예를 들어, 이는 관심대상의 분석물에 대해 충분히 투과성이어야 한다). 커버 층은 임의의 공지된 코팅 공정(예를 들어, 스핀 코팅, 딥 코팅, 용매 코팅, 증기 코팅, 전사 코팅, 스크린 인쇄, 플렉소그래픽 인쇄 등)에 의해 침착된 코팅을 포함할 수 있다. 대안적인 실시 형태에서, 커버 층(150)은 층(110)의 제2 표면(113)의 상부에 배치되는 사전 제조된 층(예를 들어, 필름 또는 테이프)을 포함할 수 있다.

[0079] 분석물-응답성 유기실리케이트 재료(및 임의의 선택적인 커버 층)의 침착시, 각각의 전극과 조작 회로 사이에 전기적 접촉을 허용하도록, 제1 전극(120) 상에 전기적 접근가능 영역(125)이 그리고 제2 전극(130) 상에 접근가능 영역(135)이 제공되어야 한다. 그러한 전기적 접근가능 영역은 임의의 편리한 위치에 제공될 수 있다. 예를 들어, 그러한 전기적 접근가능 영역(125, 135)들은 도 2의 예시적인 도시에서 전극의 예지 상에서 보여지고, 도 3의 예시적인 도시에서 전극의 표면(123, 133)들 상에서 보여진다.

[0080] 일 실시 형태에서, 연결 디바이스(예를 들어, 접촉 패드, 탭 등)(122)는 제1 전극(120)의 접근가능 영역(125)과 전기적으로 접촉하여 배치될 수 있다. 유사하게, 연결 디바이스(132)는 마찬가지로 제2 전극(130)의 접근가능 영역(135)과 접촉하여 배치될 수 있다.

[0081] 제조의 용이성을 위하여, 직렬 연결된 다수의 평행한 커패시터를 포함하는 디바이스를 제조하는 것이 유용할 수 있다. 이러한 실시 형태의 일 예가 도 4에 도시되어 있다.

[0082] 감지 소자(201)의 제조시, 분석물-응답성 유기실리케이트 층(210)이 또한 제공된다. 일 실시 형태에서, 분석물-응답성 유기실리케이트 층(210)은 층(210)의 제1 주 표면(211)이 제1 전극(220)의 제2 표면(223)의 적어도 일 부분과 직접 접촉하도록 제공된다.

[0083] 일 실시 형태에서, 분석물-응답성 유기실리케이트 재료는, 예를 들어, 상기에 기재된 스핀 코팅, 딥 코팅, 인쇄 기술 등을 포함하지만 이로 한정되지 않는 코팅 공정에 의해 제1 전극에 근접하여 배치된다. 소정 실시 형태에서, 유기 실리케이트 재료는 감지 소자의 성능을 손상시키는 역할을 할 수도 있는 결함, 핀홀(pinhole) 등의 존재를 최소화하는 방식으로 침착된다.

[0084] 분석물-응답성 유기실리케이트 층(210)은 또한 다른 방법에 의해 제공될 수 있다. 예를 들어, 분석물-응답성 유기실리케이트 재료의 사전 형성된 필름이 제1 전극의 제2 표면 상에 배치될 수 있다.

[0085] 다양한 실시 형태에서, 분석물-응답성 유기실리케이트 층(210)에 근접하여 불연속적인 제2 전도성 층을 배치함으로써 제2 전극(230)이 형성될 수 있다. 제2 전극(230)은 전술된 바와 같은 전도성 물질을 포함할 수 있고, 전술된 방법에 따라 침착될 수 있다.

[0086] 일 실시 형태에서, 제1 전극(220)의 제2 표면(223) 및 분석물-응답성 유기실리케이트 층(210)의 제1 주 표면(211)은 이들 사이에 개재 층(들)이 없이 직접 접촉된다. 마찬가지로, 일 실시 형태에서, 제2 전극(230)의 제1 표면(231) 및 분석물-응답성 유기실리케이트 층(210)의 제2 주 표면(213)은 이들 사이에 개재 층(들)이 없이 직접 접촉된다. 그러한 실시 형태가 도 4에 도시되어 있다. 그러나, 다른 선택적인 층들이 제1 전극(220)과 분석물-응답성 유기실리케이트 층(210) 사이에 그리고/또는 제2 전극(230)과 분석물-응답성 유기실리케이트 층(210) 사이에 존재할 수 있음이 또한 고려된다. 그러한 경우에, 전극들 중 어느 하나 또는 둘 모두는 분석물-응답성 유기실리케이트 재료의 표면의 일부 또는 전체와 직접 접촉하지 않을 수 있다. 예를 들어, 타이 층 또는 층들이 전극과 분석물-응답성 유기실리케이트 층 사이의 결함을 향상시키기 위해 사용될 수 있다. 또는, 전극들 사이에서의 아크 발생의 가능성을 최소화하기 위해, 패시베이션 층 또는 층들(예를 들어, 이산화규소의 층)이 분석물-응답성 유기실리케이트 층의 표면과 전극 표면 사이에 배치될 수 있다. 일부 실시 형태에서, 다수의 그러한 선택적인 층들이 사용될 수 있고; 대안적으로 단일 층이 다수의 기능을 제공할 수 있다. 전술된 타이 층, 패시베이션 층, 보호 층, 커버 층 등과 같은 임의의 그러한 선택적인 층 또는 층들이 감지 소자의 요구되는 기능을 상당히 방해하지 않는 한, 이들은 어떠한 목적을 위해서도 사용될 수 있다. 예를 들어, 선택적인 층은, 분석물이 분석물-응답성 유기실리케이트 층(210)에 도달하기 위해 선택적인 층을 통과해야만 하도록 감지 소자가 구성된다면, 관심대상의 분석물에 대해 충분히 투과성이어야 한다.

- [0087] 일반적으로, 다양한 층들의 에지는 (도 1의 예시적인 실시 형태에서 도시된 바와 같이) 서로 동일 평면에서 정렬될 수 있다. 대안적으로, 다양한 층들이 다른 층들과 중첩될 수 있고/있거나 소정 층들의 에지가 다른 층들에 대해 뒤로 들어가 있을 수 있다.
- [0088] 제2 전극(230)의 침착에 있어서, 전기적 접근가능 영역(235)이 제공되어야 한다. 그러한 전기적 접근가능 영역은 임의의 편리한 위치에 제공될 수 있다. 일 실시 형태에서, 연결 디바이스(예를 들어, 접촉 패드, 탭 등)(235)는 제2 전극(230)의 접근가능 영역과 전기적으로 접촉하여 배치될 수 있다. 전극(230)과 전기적 접근가능 영역(235)사이의 접촉인, 계면(233)은 직접 접촉일 수 있거나 또는 그 사이에 층이 있을 수 있다.
- [0089] 일 실시 형태에서, 전도성 층은 전극(220)의 제1 표면(221)이 배킹(240)의 제1 표면(241)의 적어도 일부분에 근접하고/하거나 이에 접촉하도록 제공된다. 선택적인 배킹(240)은 상기에 기재된 배킹(40, 140)과 동일할 수 있다. 대안적인 실시 형태에서, 선택적인 층이 전극(220)의 제1 표면(221)의 적어도 일부분과 배킹(240)의 제1 표면(241) 사이에 존재한다. 그러한 선택적인 층은 이 층이 감지 소자(201)의 기능을 방해하지 않는 한, 임의의 목적(예를 들어, 제1 전극(220)과 배킹(240) 사이의 결합을 향상시키는 것)을 위해 사용될 수 있다.
- [0090] 다양한 실시 형태에서, 전극들 중 어느 하나 또는 둘 모두는 유기 분석물에 대해 투과성일 수 있다. 그러한 전극 투과성은 도 1에 도시된 바와 같이 평행판 커패시터의 일반적인 방식으로 구성되는 감지 소자의 경우에 특히 유용할 수 있다. 그러한 경우에, 제2 전극(230)이 투과성이라면, 또는 투과성이 아니더라도, 유기 분석물은 더 느린 공정일 수 있는 에지(215)를 경유한 분석물-응답성 유기실리케이트 층(210)으로의 진입보다는 주 표면(213)을 통해 분석물-응답성 유기실리케이트 층(210)으로 진입할 수 있다. 마찬가지로, 제1 전극(220)이 투과성이라면, 유기 분석물은 주 표면(211)을 통해 분석물-응답성 유기 실리케이트 층(210)으로 진입할 수 있다(그러나, 배킹(240)이 분석물에 대해 투과성이 아니라면, 투과성 형태의 제1 전극(220)을 제공하는 것이 유용하지 않을 수 있다).
- [0091] 분석물-응답성 유기실리케이트 층에 의한 충분한 분석물의 흡수시, 감지 소자와 관련된 전기적 특성(커패시턴스, 임피던스, 어드미턴스, 전류 또는 저항을 포함하지만 이로 한정되지 않음)의 검출가능한 변화가 일어날 수 있다. 그러한 검출가능한 변화는 제1 전극 및 제2 전극과 전기적으로 연통하는 조작 회로(28/128/228)에 의해 검출될 수 있다. 이와 관련하여, "조작 회로"는 일반적으로 제1 전극과 제2 전극에 전압을 인가(따라서, 전극들에 전하 차이를 부여)하고/하거나 감지 소자의 전기적 특성을 감시하기 위해 사용될 수 있는 전기 장치를 말하는데, 여기서 전기적 특성은 유기 분석물의 존재에 응답하여 변할 수 있다. 다양한 실시 형태에서, 조작 회로는 인덕턴스, 커패시턴스, 전압, 저항, 컨덕턴스, 전류, 임피던스, 위상각, 손실률(loss factor), 또는 소산(dissipation) 중 임의의 것 또는 이의 조합을 감시할 수 있다.
- [0092] 그러한 조작 회로는 전극들에의 전압의 인가 및 전기적 특성의 감시 둘 모두를 행하는 단일 장치를 포함할 수 있다. 대안적 실시 형태에서, 그러한 조작 회로는 2개의 별개의 장치들, 즉 전압을 제공하기 위한 장치 및 신호를 감시하기 위한 장치를 포함할 수 있다. 조작 회로는 전선(24/124) 및 전선(34/134)에 의해 제1 전극(20/120) 및 제2 전극(30/130)에 연결될 수 있다. 대안적인 실시 형태에서, 조작 회로는 연결 디바이스(22/122) 및 연결 디바이스(32/132)를 통해서, 또는 조작 회로의 일부 부분을 각각의 전극의 전기적 접근가능 영역에 직접 접촉시킴으로써, 제1 전극 및/또는 제2 전극과 직접 접촉하여 제공될 수 있다. 예를 들어, 회로 기관 또는 가요성 회로(이들 중 어느 것도 또한 배킹(40/140)으로서 역할을 할 수 있음)에 존재하는 조작 회로가 제공될 수 있다. 이어서, 제1 전극은 조작 회로의 일부분과 직접 접촉하도록 회로 기관/배킹(40) 상으로 직접 침착될 수 있다. 다른 대안적인 실시 형태(도 4)에서, 제2 전극(230)은 전선(224, 234)에 의해서 연결 디바이스(235)를 통해 조작 회로에 연결된다. 이러한 배열은 직렬로 작동하는 2개의 감지 소자를 제공한다.
- [0093] 조작 회로(28/128/228)는, 예를 들어, 전원(배터리 또는 배선형(hardwired) 전원을 포함할 수 있으며; 대안적으로, 전력은 예를 들어 조작 회로 내에 내장된 RFID 회로의 충전을 통해 간접적으로 제공될 수 있음)을 포함할 수 있다. 조작 회로(28/128/228)는 또한 전극들의 충전을 제어하고/하거나 충전된 감지 전극 쌍의 하나 이상의 전기적 특성의 변화를 감시하도록 구성된 하나 이상의 마이크로프로세서를 포함할 수 있다. 또한, 아날로그-디지털 변환기(analog-to-digital converters), 감지 소자로부터 유래하는 데이터를 저장하는 메모리 디바이스, 감지 소자를 작동시키기 위한 소프트웨어, 데이터 이력 기록(data logging) 및/또는 일방 또는 양방 원격측정(telemetry) 능력을 제공하는 구성요소 등이 존재할 수 있다.
- [0094] 본 명세서에 개시된 것과 같은 감지 소자는 유기 분석물 또는 분석물들의 존재를 (정성적이든 정량적이든) 검출하고/하거나 감시하는 데 사용될 수 있다. 그러한 분석물은 탄화수소, 플루오르카본, 알칸, 사이클로알칸, 방향족 화합물, 알코올, 에테르, 에스테르, 케톤, 할로카본, 아민, 유기산, 시안산염, 질산염, 및 니트릴, 예를

들어 n-옥탄, 사이클로헥산, 메틸 에틸 케톤, 아세톤, 에틸 아세테이트, 이황화탄소, 사염화탄소, 벤젠, 스티렌, 톨루엔, 자일렌, 메틸 클로로포름, 테트라하이드로푸란, 메탄올, 에탄올, 아이소프로필 알코올, n-부틸 알코올, t-부틸 알코올, 2-에톡시에탄올, 아세트산, 2-아미노피리딘, 에틸렌 글리콜 모노메틸 에테르, 톨루엔-2,4-다이아아미노시아네이트, 니트로메탄, 및 아세토니트릴 등을 포함할 수 있지만, 이로 한정되지 않는다. 분석물은 상대적으로 비극성인 유기 분자 또는 상대적으로 극성인 유기 분자일 수 있다. 분석물은 소위 증기; 즉 분석물이 경험하게 되는 온도 및 압력의 주위 조건 하에서 고체 또는 액체를 형성할 수 있는 분자(예를 들어, 톨루엔, 아세톤, 헵탄 등)일 수 있다. 분석물은 소위 가스; 즉 통상 상태에서는 주위 조건 하에서 액체 또는 고체를 형성할 수 없는 분자일 수 있다(하지만, 그러한 분자는 위에서 논의된 바와 같이 분석물-응답성 유기실리케이트 재료의 내부 기공 내에서 더욱 고도로 응축된 상태를 여전히 포함할 수 있다). 그러한 가스는 메탄, 에탄 등을 포함할 수 있다. 유기 분석물 분자들의 혼합물은 일부 환경에서 검출될 수 있다.

[0095] 실시예

[0096] 이들 실시예는 단지 예시 목적만을 위한 것이며, 첨부된 특허청구범위의 범주를 제한하려는 것이 아니다. 달리 지시되지 않는 한, 실시예 및 본 명세서의 나머지 부분에서 모든 부, 백분율, 비 등은 중량을 기준으로 한다. 사용한 용매 및 기타 시약은 달리 지시되지 않는 한, 미국 위스콘신주 밀워키 소재의 시그마-알드리치 케미칼 컴퍼니(Sigma-Aldrich Chemical Company)로부터 입수하였다.

약어표

약어 또는 상표명	설명
OTAB	옥틸트라이메틸암모늄 브로마이드
BTSBP	4,4'-비스(트라이에톡시실릴)-1,1'-바이페닐
PTMS	페닐(트라이메톡시)실란
HMDS	헥사메틸다이실라잔
규소 웨이퍼	P<100>, 0-100 $\Omega \cdot \text{cm}$ 500 $\pm$ 20 μm 두께 규소 웨이퍼, 유니버시티 웨이퍼스(University Wafers)로부터 구매 가능, 사용 전에 아세톤으로 세정함.
나노은 잉크	어드밴스드 나노프로덕츠(Advanced Nanoproducts)로부터 DGP-40LT-25C, 로트 ANP-3M-071031 로서 구매가능한 나노은 잉크.

[0097]

[0098] 시험 방법

[0099] 기공 크기의 측정

[0100] 100 mm 직경 규소 웨이퍼 상에 혼합물을 코팅하여 질소 흡착 측정을 위해 실시예 1에서와 동일한 재료를 제조하였다. 웨이퍼를 스핀 코팅법을 사용하여 반복 코팅하였고 이어서 실시예에 기재된 바와 같이 하소시켰다. 필름을 규소 웨이퍼로부터 제거하여 질소 흡착 측정에 사용하였다. 74 포인트 마이크로 기공 분석을 사용하여 제조사의 지시에 따라 작동시킨 상표명 "퀀타크롬 오토소르브(QUANTACHROME AUTOSORB IC)"(미국 플로리다주 보인튼 비치 소재의 퀀타크롬 인스트루먼트(Quantachrome Instruments))로 입수가 가능한 기체 흡착 분석기를 사용하여 질소 흡착에 의해서 총 기공 부피를 측정하였다.

[0101] X-선 산란

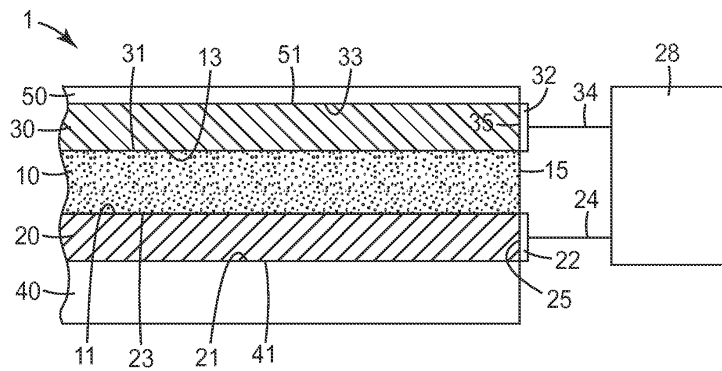
[0102] X-선 산란에 대해 샘플을 시험하여 샘플의 비결정성 특성을 측정하였다. 필립스(Philips) 수직 회절계, 구리 K_α 방사선, 및 산란된 방사선의 비례 검출기 레지스트리(proportional detector registry)를 사용하여 반사 기하학 데이터(reflection geometry data)를 서베이 스캔(survey scan)의 형태로 수집하였다. 회절계를 가변 입사 비임 슬릿, 고정 회절 비임 슬릿 및 그래파이트 회절 비임 모노크로메이터(monochromator)에 장착하였다. 서베이 스캔은 0.04도 단계 크기 및 4초 체류 시간(dwell time)을 사용하여 5 내지 80 도(2 θ)에서 수행하였다. 45kV 및 35mA의 X-선 발생기 세팅을 적용하였다. 허버(Huber) 4-서클 회절계, 구리 K_α 방사선, 및 산란된 방사선의 신틸레이션 검출기 레지스트리를 사용하여 추가적인 반사 기하학 저각 데이터를 수집하였다. 입사 빔을 700 μm 핀홀로 시준하고 니켈 여과하였다. 0.01도 단계 간격 및 60초 체류 시간을 사용하여 0.5 내지 15도(2 θ)에서 스캔을 수행하였다. 40 kV 및 20 mA의 X-선 발생기 설정치를 이용하였다.

[0103] 커패시턴스 응답 시험

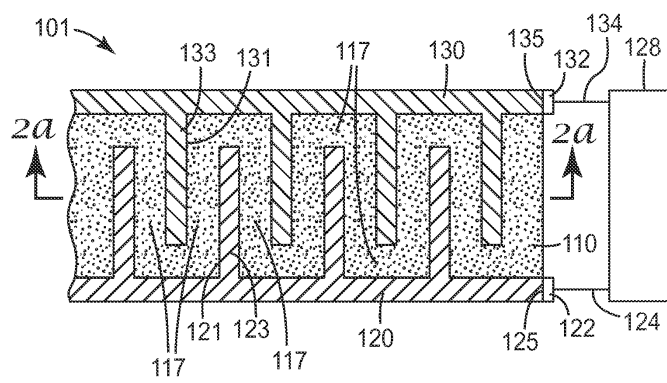
- [0104] 측정용 샘플에 알려진 농도의 아세톤을 전달하기 위해 간단한 관류형 전달 시스템(flow-through delivery system)을 사용하였다. 테플론 배관이 전달 시스템 전체에 사용되었다. 케이디 사이언티픽(kd Scientific) 200 시리즈 시린지 펌프 및 1 ml 해밀턴(Hamilton) 1000 시리즈 기밀형 시린지에 의해서 증발 플라스크 내로의 아세톤 유동을 측정하여 노출 농도를 생성하였다. 증발 플라스크는 42.5 mm 직경의 #1 유형 여과지를 포함하여 매테슨(Matheson) 가스 유량계에 의해 제어되는 질소 스트림과 함께 증발 과정을 향상시켰다. (원하는 농도의 아세톤 증기를 얻기 위한) 시린지 펌프 및 질소 유량에 대한 설정치에 대한 계산은 문헌["Gas Mixtures: Preparation and Control" (Gary O. Nelson, Lewis Publishers, 1992)]을 사용하여 행하였다. 기체 흐름 내의 아세톤의 농도를 적외선 분광계(미국 매사추세츠주 월섬 소재의 써모일렉트론(ThermoElectron)으로부터 명칭 미란 사파이어(Miran Sapphire)로 입수가가능함)를 사용하여 감시하였다. 기체 아세톤 스트림을 샘플을 포함하는 샘플 챔버(제어된 온도로 유지됨) 내로 도입하였다. 샘플의 제1 전극 및 제2 전극을 스프링 탐침(spring loaded probe)을 이용하여 LCR 미터(미국 캘리포니아주 치노 소재의 인스텍 아메리카, 코포레이션(Instek America, Corp.)으로부터 명칭 인스텍 모델 821 LCR 미터로 입수가가능함)를 포함하는 조작 회로에 연결하였다. 샘플의 커패시턴스(피코패럿 단위)의 변화를 증기 시험(vapor test)의 전체 과정 동안에 특정 시간 간격 및 1 kHz의 주파수에서 감시하였다(도 5에 도시한 바와 같음).
- [0105] 실시예 1
- [0106] 유리 플레이트의 $25 \times 25 \text{ mm}^2$ 섹션 상에 알루미늄의 100 나노미터 두께 층을 증착하여 기재를 제조하였다. 산 화규소의 20 나노미터 두께 층을 증착하여 알루미늄을 코팅하였다.
- [0107] 다음 순서대로 폴리에틸렌 병에서 조합하여 코팅 용액을 제조하였다: OTAB(0.124 그램), 에탄올(2.106 그램), BTSBP(0.392 그램), PTMS(0.102 그램), 및 0.1 M HCl(aq)(0.205 그램).
- [0108] 이러한 코팅 용액의 샘플을 사용하여 기공 크기를 측정하기 위한 샘플을 제조하였다. 상기 시험 방법에 나타낸 기공 크기 측정 시험을 사용하여 시험을 행하였다. 시험 결과는 총 기공 부피의 75%가 2.0 나노미터 이하의 기공 직경을 갖는 기공을 포함하며, 총 기공 부피의 70%가 1.5 나노미터 이하의 직경을 갖는 기공을 포함하는 것으로 나타났다.
- [0109] 이러한 코팅 용액의 샘플을 사용하여 X-선 산란 분석을 위한 샘플을 제조하였다. 115분 후에, 2 센티미터 직경 척(chuck)을 갖는 헤드웨이 리서치(Headway Research) EC101 DT-R790 스핀 코팅기를 사용하여 코팅 용액을 규소 웨이퍼 상에 스핀-코팅하였다 스핀닝 전에 몇 방울의 용액으로 섹션이 잠기게 하였다. 1000 rpm에서 60초 동안 스핀-코팅을 수행하였다. 코팅된 샘플을 퍼니스 내에서 공기 중에서 450℃의 온도로 하소시켰다. 상기에 기재된 시험 방법을 사용하여 X-선 산란 분석을 행하였다. 시험 결과는 구조적 규칙성이 존재한다는 증거가 없는 것으로 나타났다. 얻어진 저각 및 광각 데이터가 본질적으로 특징이 없었다.
- [0110] 코팅 용액의 다른 부분을 사용하여 시험 전극을 제조하였다. 115분 후에, 2 센티미터 직경 척을 갖는 헤드웨이 리서치EC101 DT-R790 스핀 코팅기를 사용하여 코팅 용액을 상기에 기재된 기재 상에 스핀-코팅하였다 스핀닝 전에 몇 방울의 용액으로 섹션이 잠기게 하였다. 1000 rpm에서 60초 동안 스핀-코팅을 수행하였다. 코팅된 샘플을 퍼니스 내에서 공기 중에서 450℃의 온도로 하소시켰다. 샘플 코팅을 HMDS에 노출시켜 후처리하고 HMDS(1 내지 2 밀리리터)의 저장소를 갖는 폴리스티렌 페트리 접시에 놓았다. 페트리 접시를 덮고, 샘플이 24시간 동안 HMDS 증기와 반응하게 두었다. 나노은 잉크를 사용하여 침투성 전극을 샘플의 표면 상에 페인팅하였다. 얻어진 구조물을 공기 중에 오븐에서 150℃로 1 시간 동안 가열하였다. 상기 시험 방법에 기재된 바와 같이 커패시턴스 응답 시험을 행하였다. 그 결과는 도 5에 나타낸다.

도면

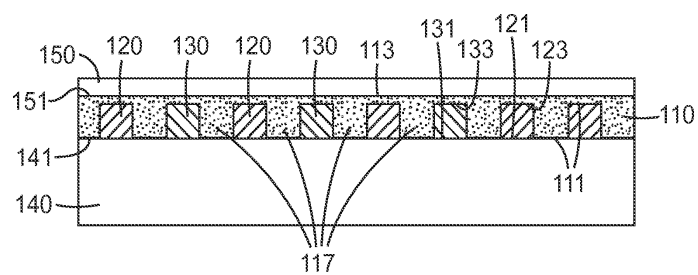
도면1



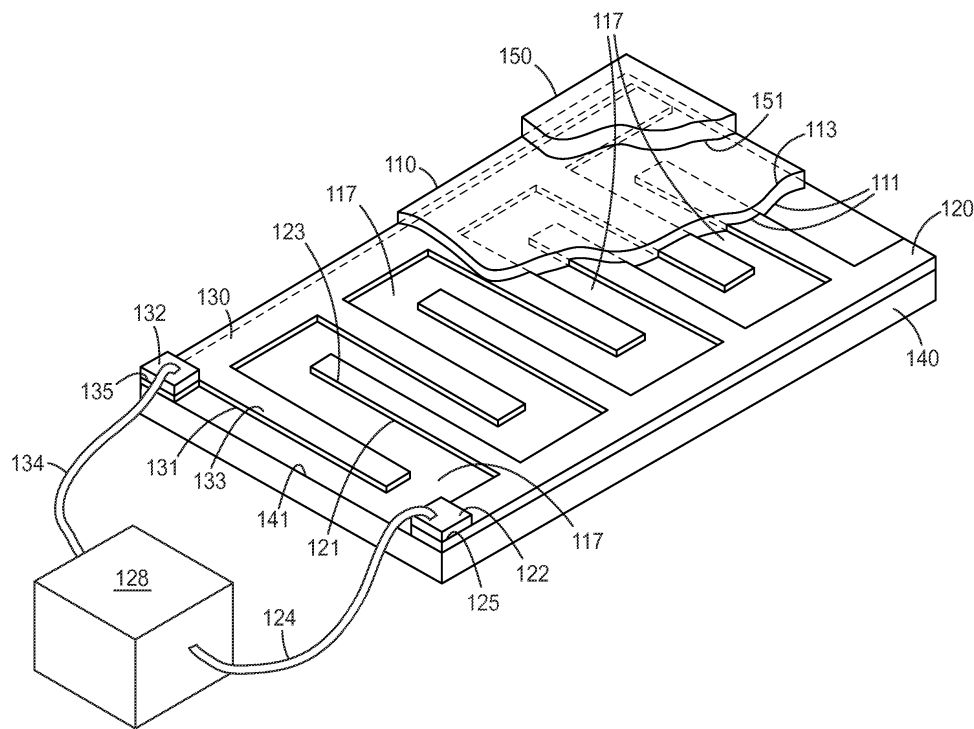
도면2a



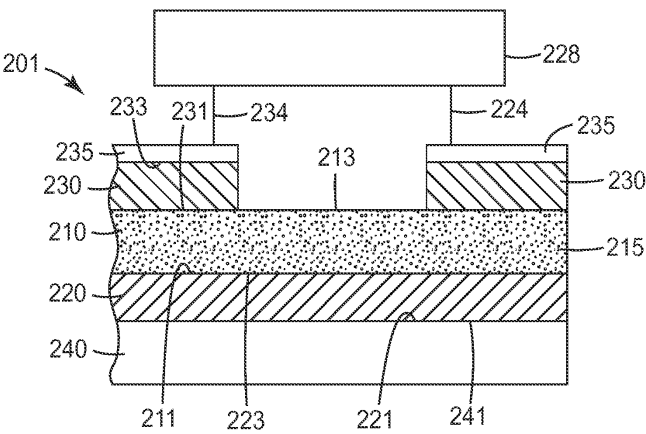
도면2b



도면3



도면4



도면5

