



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2017-0001728
(43) 공개일자 2017년01월04일

- (51) 국제특허분류(Int. Cl.)
G01N 21/78 (2006.01) G01N 21/25 (2006.01)
G01N 21/45 (2006.01) G01N 21/77 (2006.01)
G01N 31/22 (2006.01)
- (52) CPC특허분류
G01N 21/78 (2013.01)
G01N 21/25 (2013.01)
- (21) 출원번호 10-2016-7036176(분할)
- (22) 출원일자(국제) 2010년05월19일
심사청구일자 2016년12월23일
- (62) 원출원 특허 10-2011-7030461
원출원일자(국제) 2010년05월19일
심사청구일자 2015년05월06일
- (85) 번역문제출일자 2016년12월23일
- (86) 국제출원번호 PCT/US2010/035387
- (87) 국제공개번호 WO 2010/135417
국제공개일자 2010년11월25일
- (30) 우선권주장
61/180,492 2009년05월22일 미국(US)

- (71) 출원인
쓰리엠 이노베이티브 프로퍼티즈 컴파니
미국 55133-3427 미네소타주 세인트 폴 피.오.박스 33427 쓰리엠 센터
- (72) 발명자
라코우 닐 에이
미국 55133-3427 미네소타주 세인트 폴 포스트 오피스 박스 33427 쓰리엠 센터
웬드랜드 마이클 에스
미국 55133-3427 미네소타주 세인트 폴 포스트 오피스 박스 33427 쓰리엠 센터
- (74) 대리인
양영준, 김영

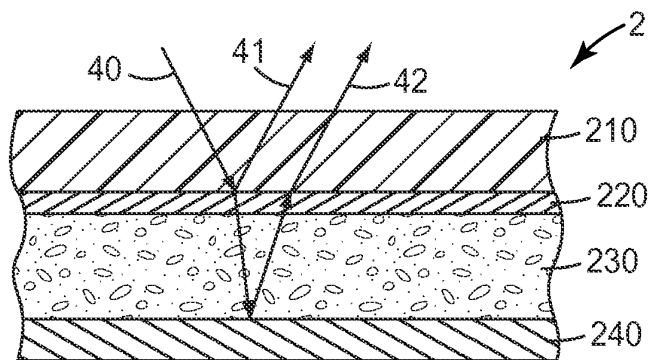
전체 청구항 수 : 총 2 항

(54) 발명의 명칭 다층 비색 센서 어레이

(57) 요약

분석물의 존재를 검출하기 위한 방법 및 장치가 본 명세서에 개시된다. 그러한 방법 및 장치는, 관심 분석물에 대한 반응이 상이한 2개 이상의 감지 요소를 포함할 수 있다. 감지 요소 각각은 적어도 고도의 분석물-반응성 하위층을 포함하는 적어도 광학 반응성 층을 포함한다. 어레이의 적어도 하나의 감지 요소는 광학 반응성 층의 두께의 일부를 구성하는 최소의 분석물-반응성 하위층을 추가로 포함한다. 그러한 감지 요소의 어레이의 제조 방법 및 사용 방법이 또한 개시된다.

대표도 - 도1



(52) CPC특허분류

G01N 21/45 (2013.01)

G01N 31/22 (2013.01)

G01N 2021/7723 (2013.01)

명세서

청구범위

청구항 1

2개 이상의 개별적으로 광학적으로 조사가능한(optically interrogatable) 감지 요소를 포함하는, 분석물을 광학적으로 검출하기 위한 어레이로서,

각각의 감지 요소는 2개의 반사 층 사이에 광학 반응성 층을 포함하고,

각각의 감지 요소의 광학 반응성 층은 적어도 분석물-반응성 제1 하위층 및 분석물-반응성 제2 하위층을 포함하고,

제2 하위층은 제1 하위층보다 분석물-반응성이 낮으며,

제1 감지 요소의 제1 하위층의 두께는 제2 감지 요소의 제1 하위층의 두께와 적어도 20 nm 상이하고, 제1 감지 요소의 제2 하위층의 두께는 제2 감지 요소의 제2 하위층의 두께와 적어도 20 nm 상이하며,

상기 감지 요소의 각각의 광학적 반응이, 상기 광학적 반응을 일으키는데 필요한 농도의 분석물이 존재하지 않는 상태에서의 제1 외관으로부터, 상기 광학적 반응을 일으키는데 필요한 농도의 분석물이 존재하는 상태에서의 제2 외관으로 변화하며,

상기 어레이의 하나의 감지 요소를 제2 외관으로부터 제1 외관으로 다시 변화시키는데 필요한 분석물의 농도가, 상기 어레이의 다른 하나의 다른 감지 요소가 제1 외관으로부터 제2 외관으로 변화하는데 필요한 분석물 농도보다 높은, 어레이.

청구항 2

제1항에 있어서, 상기 2개의 반사 층은 500 nm의 파장에서 90% 이상의 반사성을 갖는 반사 층과, 500 nm의 파장에서 30% 내지 90%의 반사성을 갖는 반반사 층을 포함하는 어레이.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 화학적 분석물(analyte), 예를 들어, 유기 화학적 분석물을 검출하는 능력은 환경 감시 등을 비롯한 많은 응용에서 중요하다. 분석물의 그러한 검출 및/또는 감시는, 예를 들어 (예컨대, 개인에 의해 착용되거나 휴대될 수 있는) 개인용 모니터 및/또는 (예컨대, 원하는 환경에 배치될 수 있는) 구역 모니터(area monitor)에서 특별한 용도를 발견할 수 있다.

배경 기술

[0002] 화학적 분석물의 검출을 위한 많은 방법들, 예를 들어, 광학적, 중량측정식(gravimetric), 미세전기기계적, 및 비색적 방법이 개발되어 왔다. 비색 장치가 현재 소정 범위의 분석물에 대해 존재하지만, 대부분은 검출을 위해 염료 또는 착색된 화학 지시약(chemical indicator)을 이용하는 것에 기초한다. 그러한 화합물들은 전형적으로 선택적이며, 이는 다수의 센서가 다양한 부류의 화합물들을 검출하기 위해 필요할 수 있음을 의미한다. 또한, 이들 시스템 중 다수는 광 탈색(photo-bleaching) 또는 바람직하지 않은 부반응(side reaction)으로 인해 수명 제한의 문제를 갖는다. 다수의 그러한 시스템은 또한 복잡하거나 부피가 큰 광전자적 구성요소에 의존하여 광학적 조사(optical interrogation)를 수행한다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0003] 분석물의 존재를 검출하기 위한 방법 및 장치가 본 명세서에 개시된다. 그러한 방법 및 장치는, 관심 분석물에 대한 반응이 상이한 2개 이상의 감지 요소를 포함할 수 있다. 감지 요소 각각은 적어도 고도의 분석물-반응성

하위층을 포함하는 적어도 광학 반응성 층을 포함한다. 어레이의 적어도 하나의 감지 요소는 광학 반응성 층의 두께의 일부를 구성하는 최소의 분석물-반응성 하위층을 추가로 포함한다.

과제의 해결 수단

[0004] 따라서, 일 태양에서, 2개 이상의 개별적으로 광학적으로 조사가능한(optically interrogatable) 감지 요소를 포함하는, 분석물을 광학적으로 검출하기 위한 어레이로서, 각각의 감지 요소는 2개의 반사 층들 사이에 광학 반응성 층을 포함하고, 각각의 감지 요소의 광학 반응성 층은 적어도 고도의 분석물-반응성 제1 하위층을 포함하고, 적어도 하나의 감지 요소의 광학 반응성 층은 최소의 분석물-반응성 제2 하위층을 추가로 포함하며, 각각의 감지 요소의 제1 하위층 및 제2 하위층은 각각 일정 두께를 포함하고, 하나의 감지 요소의 제1 하위층 및 제2 하위층의 두께는 각각 다른 감지 요소의 제1 하위층 및 제2 하위층의 두께와 상당히 상이한 어레이가 본 명세서에 개시된다.

[0005] 따라서, 다른 태양에서, 감시되는 대기 중에 제1 저농도 분석물의 존재 시에 제1 외관으로부터 제2 외관으로 변화하고, 제2 고농도 분석물의 존재 시에 제2 외관으로부터 다시 제1 외관으로 변화하는 적어도 제1 감지 요소와, 제1 저농도 분석물의 존재 시에 제1 외관으로부터 제2 외관으로 변화하지 않고, 저농도와 고농도 사이인 제3 중간 농도의 분석물의 존재 시에 제1 외관으로부터 제2 외관으로 변화하고, 제2 고농도 분석물의 존재 시에 제2 외관으로부터 다시 제1 외관으로 변화하지 않는 적어도 제2 감지 요소를 포함하는 어레이를 제공하는 단계; 및 분석물을 잠재적으로 포함하는 대기에 감지 요소의 어레이를 노출시키는 단계를 포함하는, 감시되는 대기에서 분석물을 검출하는 광학적 방법이 본 명세서에 제공된다.

[0006] 본 발명의 이들 태양 및 다른 태양들이 하기의 상세한 설명으로부터 명백해질 것이다. 그러나, 어떠한 경우에도 상기 개요는 청구된 요지에 대한 제한으로서 해석되어서는 안되며, 그 요지는 절차의 수행 동안 보정될 수 있는 첨부된 특허청구범위에 의해서만 한정된다.

발명의 효과

[0007] 분석물의 존재를 검출하기 위한 방법 및 장치가 본 명세서에 개시된다.

도면의 간단한 설명

- [0008] 도 1은 예시적인 감지 요소의 일부의 측단면도.
- 도 2는 예시적인 감지 요소에 의해 나타나는 반사 스펙트럼의 일반적 표현.
- 도 3은 예시적인 감지 요소의 일부의 측단면도.
- 도 4a, 도 4b 및 도 4c는 예시적인 감지 요소의 일부의 측단면도.
- 도 5는 감시되는 대기 중 다양한 분석물 농도에서 2개의 감지 요소의 예시적인 어레이의 반응의 대표적인 설명.
- 도 6은 감지 요소의 어레이를 포함하는 교체가능한 흡수 카트리지를 사용하는 호흡 기구의 사시도.
- 도 7은 도 6의 호흡 기구에 사용하기 위한 교체가능한 카트리지의 측단면도.
- 도 8은 다양한 감지 요소에 대한, 다양한 농도의 시험 분석물에 노출 시 관찰되는 파장 이동(wavelength shift)을 보여주는 실험적으로 얻어진 데이터의 플롯.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0009] 다양한 도면들에서의 유사한 도면 부호는 유사한 요소를 나타낸다. 달리 지시되지 않는 한, 본 명세서의 모든 도면은 축척대로 도시된 것이 아니며 본 발명의 상이한 실시 형태들을 예시하는 목적을 위해 선택된다. 특히, 다양한 구성요소들의 치수는 단지 예시의 관점에서 도시되며, 다양한 구성요소들의 치수들 사이의 관계는 그렇게 지시되지 않는 한 도면으로부터 추론되어서는 안 된다. "상단", "하단", "상부", "하부", "아래", "위", "전방", "후방", "외향", "내향", "상방" 및 "하방", 및 "제1" 및 "제2"와 같은 용어들이 본 개시 내용에 사용될 수 있지만, 이들 용어는 달리 언급되지 않는다면 그들의 상대적 의미로만 사용됨을 이해하여야 한다. 특히, 주어진 문맥에서 소정의 파라미터 (예를 들어, 농도)를 "저", "중", 및/또는 "고"로 특징짓는 것은 주어진 문맥 내에서 상대적인 (비교적인) 의미로 해석되는 것으로 이해되어야만 한다 (예를 들어, "중" 농도는 동일한 문맥에서 지칭된 "저" 농도와 "고" 농도의 사이임).

- [0010] (예를 들어, 도 5 및 도 6에 예시적인 방식으로 도시된 바와 같은) 적어도 제1 감지 요소(2') 및 제2 감지 요소(2'')를 포함하는 어레이(1)가 본 명세서에 개시된다. 각각의 감지 요소는, 본 명세서에서 나중에 상세히 기재되는, 광학 반응성 층(230)을 포함한다. 제2 감지 요소(2'')가 적어도 특정 농도의 관심 분석물에 대해 제1 감지 요소(2')와는 상이하게 반응하도록, 제2 감지 요소(2'')의 층(230)은 제1 감지 요소(2')의 층(230)과 상이하다(본 명세서에서 농도에 대한 이러한 및 모든 다른 언급은 감지 요소가 노출되는 대기 중 분석물의 농도를 지칭한다).
- [0011] 구체적으로, 제2 감지 요소(2'')는 제1 감지 요소(2')가 광학적으로 반응하는 특정 저농도 분석물에 대해 (예를 들어, 15 nm 이상의 반사 스펙트럼 이동에 의해서, 및/또는 시각적으로 관찰가능한 변화에 의해서 (둘 모두 본 명세서에서 나중에 상세히 기재되는 바와 같음)) 광학적으로 반응하지 않으며, 상이한 고농도 분석물에 광학적으로 반응한다. 이렇게 저농도 분석물에 반응성인 제1 감지 요소(2')와 이렇게 고농도 분석물에 반응성인 제2 감지 요소(2'')의, 2개 이상의 감지 요소로 구성되는 어레이는 임의의 단일 감지 요소에서 가능한 것보다 (분석물 농도의) 더 넓은 동적 범위에 걸쳐 광학적으로 반응하는 것이 가능할 수 있다. 일부 실시 형태에서, 어레이(1)는 더욱 증대된 동적 범위를 제공할 수 있는, 복수 (예를 들어, 3개, 4개, 5개, 6개 또는 그 이상)의 감지 요소를 포함한다. 본 명세서에 개시된 바와 같은 그러한 어레이의 사용은 다른 이점을 또한 제공할 수 있으며, 이는 상세히 기재될 것이다.
- [0012] 감지 요소(2) (총칭되는 것으로, 본 명세서에 언급된 구성들 (2', 2'' 등)을 포함함)가 도 1의 예시적인 실시 형태에 도시된다. 감지 요소(2)는 반사 층(240)과 반반사 층(220) 사이에 있는 광학 반응성 층(230)을 적어도 포함하는 다층 구조체이며, 층들은 분석물의 존재 시에 변화할 수 있는 반사 스펙트럼을 나타내는 소위 간섭 필터를 포함하도록 조합된다. 감지 요소(2)는 도 2에 일반적 표현으로 나타나있는 일반적인 유형의 반사 스펙트럼을 나타내며, 이는 상이한 파장들에서 하나 이상의 피크(peak; 예를 들어, 181, 183, 및 184) 및 밸리(valley; 예를 들어, 185)를 포함하고 분석물의 존재 시 또는 분석물의 농도 변화 시 변화할 수 있다. 예를 들어, 충분한 분석물의 존재는 도 2의 피크 및 밸리가 더 큰 (더 긴) 파장으로 이동되게 할 수 있다. 시각적 검사 시에, 감지 요소(2)에 의해 나타나는 반사 스펙트럼은 충분한 분석물에 노출 시 변화할 수 있는 외관 (예를 들어, 비교적 주된 색상(color), 색조(hue), 또는 음영(shade))으로서 분명하게 나타날 수 있다. 따라서, 충분한 농도의 분석물에 노출 시, 감지 요소(2)는 외관이 제1 (초기) 외관으로부터 제1 외관과 시각적으로 구별되는 제2 외관으로 변화할 수 있다.
- [0013] 감지 요소(2)는 (도 1에 도시된 바와 같이) 감지 요소(2)를 입사 광선 (40)에 노출시키고 감지 요소(2)로부터 반사되는 광을 관찰함으로써 광학적으로 조사될 수 있다. 광선(40)을 제공하기 위해 전용(외부) 광원이 필요하지는 않다 (그러나 원하는 경우 하나 이상의 전용 광원이 그와 같이 사용될 수 있다). 광선(40)은 단 하나의 개별 광으로부터 유래할 수 있거나; 또는 (몇 개의 개별 광원으로부터, 직접 광원으로부터의 광과 반사된 광으로부터의 광의 조합으로부터, 일광 등으로부터 유래할 수 있는) 주변광이 광선(40)의 광원으로 사용될 수 있다.
- [0014] 도 1에 나타낸 디자인을 포함하는 실시 형태에서, 감지 요소(2)는 순서대로 (선택적인) 기재(210), 반반사 층(220), 광학 반응성 층(230) 및 반사 층(240)을 포함한다. 광선(40)은 기재(210)에 충돌하여 통과한다. 광선(40)의 일부는 반반사 층(220)으로부터 반사되어 감지 요소(2)로부터 광선(41)으로서 나올 수 있다. 광선(40)의 다른 부분은 반반사 층(220)을 통과하고 광학 반응성 층(230)을 통과하여 반사 층(240)과 만날 수 있다. 이러한 광선의 적어도 일부는 반사 층(240)으로부터 반사되어 감지 요소(2)로부터 광선(42)으로서 나올 수 있다. 광선들(41, 42)이 (예를 들어, 보강 간섭 및/또는 상쇄 간섭에 의해서) 조합되어, 분석물의 존재 시에 또는 분석물의 농도 변화 시에 변화할 수 있는 반사 스펙트럼을 총체적으로 제공할 수 있다.
- [0015] 도 1의 예시적인 디자인에서, 분석물은 반사 층(240)을 통해 투과하여 광학 반응성 층(230)으로 들어갈 수 있다. 이는 층(230)의 적어도 일부 (예를 들어, 본 명세서에서 나중에 상세히 개시되는 것과 같은, 층(230)의 하위층)의 광학 특성 (예를 들어, 광학 두께)을 변화시킬 수 있어, 감지 요소(2)로부터 반사된 광의 반사 스펙트럼이 충분히 변하여 분석물의 존재 및/또는 농도가 검출되거나 감시되게 할 수 있다. 도 1에 도시된 디자인을 포함하는 실시 형태에서, 반사 층(240)은 분석물-투과성일 수 있거나 또는 분석물-투과성이 아닐 수 있다. 도 1의 예시적인 디자인에서, 광은 기재(210)를 통과할 수 있으며, 따라서 기재(210)는 관심 파장에서 광학적으로 투명하여야 한다.
- [0016] 다른 디자인이 가능하다. 예를 들어, 반사 층(240)보다는, 또는 그 대신에 반반사 층(220)이 분석물에 투과성일 수 있다. 광학 반응성 층(230), 및, 존재한다면, 기재(210), 반반사 층(220), 및/또는 반사 층(240)의 특성

이 이제 더욱 상세하게 논의될 것이며, 일반적으로 반사성 (예를 들어, 간섭-기반) 감지 요소의 제조에 적용가능한 것으로 이해된다. 동일한 도면 부호가 어레이의 상이한 감지 요소에서 전술된 층들을 지시하기 위해 사용될 수 있더라도, 당업자는 그와 같이 지시된 층들이 동일하거나 상이한 형상 및/또는 조성을 가질 수 있음을 쉽게 이해할 것이다.

[0017] 광학 반응성 층(230)은 광학 두께 (물리적 두께 곱하기 굴절률)를 포함하며, 그의 적어도 일부분이 분석물에 반응하여 변화할 수 있어, 감지 요소(2)가 관심 수준의 관심 분석물에 노출될 때, 적합한 반사 층(240) 및 반반사 층(220)과 조합된 광학 반응성 층(230)에 의해 확립되는 반사 스펙트럼이 충분히 이동될 수 있는 (예를 들어, 감지 요소(2)가 사용되는 보통의 조건 하에서 감지 요소(2)의 시각적 외관의 변화가 관찰될 수 있는) 층으로서 정의된다. 구체적으로, 광학 반응성 층(230)은, 적합한 반사 층(240) 및 반반사 층(220) 사이에 제공되는 경우, 적합한 대표적인 관심 유기 분석물인 스티렌을 1000 ppm 포함하는 대기에 노출 시, 약 15 nm 이상 이동하는 반사 스펙트럼을 나타낸다. 반사 스펙트럼의 이동에 대한 본 명세서에서의 이러한 및 모든 다른 언급은 본 명세서의 "시험 분석물에 대한 샘플의 반응" 부분에 요약된 절차에 따라 수행된 측정을 참조한다. 층(230)과 관련하여 광학 반응성은, 그의 모든 하위층을 고려한, 층(230)의 전체 (물리적) 두께가 일반적으로 가시광 파장 (즉, 약 100 nm 내지 약 2000 nm) 정도, 또는 그 근처임을 또한 의미한다. 다양한 특정 실시 형태에서, 층(230)의 전체 물리적 두께는 약 200 nm 내지 약 1500 nm, 약 400 nm 내지 약 1000 nm, 또는 약 500 nm 내지 약 800 nm일 수 있다. (본 명세서에 열거된 모든 두께는 그렇게 명시되지 않는다면 광학 두께가 아니라 물리적 두께를 지칭한다).

[0018] 광학 반응성 층(230)은 도 3에 도시된 바와 같이 적어도 2개의 하위층(232, 236)을 포함할 수 있다. 하위층(232)은 본 명세서에 정의된 바와 같이 고도의 분석물-반응성 하위층이고; 하위층(236)은 본 명세서에 정의된 바와 같이 최소의 분석물-반응성 하위층이다. 다양한 실시 형태에서, 고도의 분석물-반응성 하위층(232)의 두께는 약 100 nm 내지 약 800 nm일 수 있다. 다양한 실시 형태에서, 최소의 분석물-반응성 하위층(236)의 두께는 약 700 nm 내지 약 0 nm일 수 있다 (즉, 어레이(1)의 하나 이상의 감지 요소(2)에서, 최소의 분석물-반응성 하위층(236)이 존재하지 않을 수 있다). 다양한 실시 형태에서, 하위층들(232, 236)의 합쳐진 두께는 약 200 nm 내지 약 1500 nm일 수 있다. 특정 실시 형태에서, 하위층들(232, 236)의 합쳐진 두께는 약 400 nm 내지 약 1000 nm, 또는 약 500 nm 내지 약 800 nm일 수 있다.

[0019] 따라서 본 명세서에 도시된 바와 같은 어레이(1)는 2개 이상의 감지 요소(2)를 포함하며, 2개 이상의 그러한 감지 요소 (2', 2'')는 2개의 감지 요소의 하위층(232)의 두께 및/또는 하위층(236)의 두께에 있어서 상당한 차이를 포함한다. 2개의 감지 요소의 각각의 제1 및 제2 고도의 분석물-반응성 하위층(232)의 두께 사이의 차이는 약 20 nm 이상인 경우에 유의미한 것으로 정의된다. 예를 들어, 하위층(232)의 두께가 600 nm인 것과 하위층(232)의 두께가 580 nm인 것의 2개의 감지 요소의 경우에는 차이가 유의미하다. 마찬가지로, 2개의 감지 요소의 각각의 제1 및 제2 최소의 분석물-반응성 하위층(236)의 두께 사이의 차이는 약 20 nm 이상인 경우에 유의미한 것으로 정의된다. 예를 들어, 하위층(236)의 두께가 130 nm인 것과 하위층(236)의 두께가 150 nm인 것의 2개의 감지 요소의 경우에는 차이가 유의미하다. 다양한 실시 형태에서, 2개의 감지 요소의 각각의 하위층(236)의 두께는 약 50 nm 이상, 또는 약 100 nm 이상이다.

[0020] 3개의 예시적인 감지 요소 (2', 2'', 2''')가 도 4에 측면면도로 도시되며, 그 중 2개 이상이 어레이(1)에 조합되어 사용될 수 있다. 각각의 감지 요소는 유사한 (이러한 문맥에서, 약 15% 이내) 물리적 두께를 갖는 광학 반응성 층(230)을 포함한다 (즉, 3개의 감지 요소 각각은 분석물의 부재 시에는 유사한 광학 두께의 광학 반응성 층(230)을 포함하여, 예를 들어, 분석물의 부재 시에는 유사한 외관을 나타낸다). 도 4a의 예시적인 감지 요소(2')의 광학 반응성 층(230)은 최소의-반응성 하위층(236)이 존재하지 않은 채로 고도의 분석물-반응성 하위층(232)으로 구성된다. 도 4b의 예시적인 감지 요소(2'')의 광학 반응성 층(230)은 대략 동일한 두께의 하위층(232)과 하위층(236)으로 구성된다. 도 4c의 예시적인 감지 요소 (2''')의 광학 반응성 층(230)은 하위층(232)과 하위층(236)으로 구성되며, 이때 하위층(236)은 하위층(232)의 두께의 대략 2배이다.

[0021] 하위층(232)은 관심 분석물에 고도로 반응성이며, 이러한 특성은 하위층(232)을 구성하는 재료의 선택에 의해 달성된다. 이러한 맥락에서, 분석물에 대해 고도의 반응성이라는 것은 하위층(232)이 분석물에 대해 충분히 투과성이며, 하위층(232) 내의 분석물의 존재가 하위층(232)의 광학 두께 및 따라서 층(230)의 광학 두께의 충분한 변화를 가져와서, 감지 요소(2)에 의해 나타나는 반사 스펙트럼의 관찰가능한 이동이 제공됨을 의미한다. 구체적으로, 고도의 분석물-반응성이라는 용어는 하기, 즉 하위층(232)이, 적합한 반사 층과 반반사 층 사이에 두께 400 내지 800 nm의 층으로 이루어지는 경우, 50 ppm의 스티렌을 포함하는 대기에 노출 시 약 15 nm 이상으로 이동하는 반사 스펙트럼을 나타내는 재료로 제조됨을 의미한다 (상기에 언급된 바와 같이, 스티렌은 본 명세

서의 이곳 및 다른 곳에서 유용한 대표적인 유기 분석물로서, 즉 본 명세서에서 본 발명에 유용한 재료의 반응성을 특성화하기 위해 편리한 분석물로서 사용될 수 있다. 이러한 방식으로의 스티렌의 사용은 결코 본 명세서의 본 발명을 스티렌의 감지에 제한하는 것으로 해석되어서는 안된다. 다양한 실시 형태에서, 고도의 분석물-반응성 하위층(232)은, 적합한 반사 층과 반반사 층 사이에 두께 400 내지 800 nm의 층으로 이루어지는 경우, 50 ppm의 스티렌을 포함하는 대기에 노출 시 약 25 nm 이상, 약 35 nm 이상, 또는 약 45 nm 이상으로 이동하는 반사 스펙트럼을 나타내는 재료로 제조된다.

[0022] 하위층(236)은 관심 분석물에 대해 최소로 반응성이며, 이러한 특성은 하위층(236)을 구성하는 재료의 선택에 의해 달성된다. 이러한 맥락에서, 분석물에 대해 최소의 반응성이라는 것은 하위층(236)이 분석물에 대해 충분한 정도로 투과성이지 않고/않거나, 하위층(236) 내의 분석물의 존재가, 감지 요소(2)에 의해 나타나는 반사 스펙트럼의 관찰가능한 이동을 야기하는, 층(230)의 광학 특성의 변화로서 분명하게 나타나는, 하위층(236)의 광학 두께의 변화를 가져오지 않음을 나타낸다. 구체적으로, 최소의 분석물-반응성이라는 용어는, 하위층(236)이, 적합한 반사 층과 반반사 층 사이에 두께 400 내지 800 nm의 층으로 이루어지는 경우, 20 ppm의 스티렌을 포함하는 대기에 노출 시 약 10 nm 이하로 이동하는 반사 스펙트럼을 나타내는 재료로 제조됨을 의미한다. 다양한 실시 형태에서, 최소의 분석물-반응성 층(236)은, 적합한 반사 층과 반반사 층 사이에 두께 400 내지 800 nm의 층으로 이루어지는 경우, 20 ppm의 스티렌을 포함하는 대기에 노출 시 약 5 nm, 약 3 nm, 또는 약 1 nm 이하로 이동하는 반사 스펙트럼을 나타내는 재료로 제조된다.

[0023] 고도의 분석물-반응성 재료를 포함하는 하위층(232)과 최소의 분석물-반응성 재료를 포함하는 하위층(236)을 포함하는 광학 반응성 층(230)을 사용함으로써, 소정 수준의 분석물에 대한 층(230)의 (따라서, 감지 요소(2)의) 반응이 하위층 둘 모두의 기여에 의해 좌우될 수 있다. 예를 들어, 최소의 분석물-반응성 하위층(236)을 포함하는 광학 반응성 층(230)을 포함하는 감지 요소는, 하위층(236)을 포함하지 않는 유사한 두께의 광학 반응성 층(230)을 포함하는 감지 요소와 비교하여, 반사 스펙트럼의 유사한 이동을 야기하기 위해 더 높은 농도의 분석물이 존재할 필요가 있을 수 있다.

[0024] 예를 들어, 일 실시 형태에서, 감지 요소(2)는, (고도의 분석물-반응성 하위층(232)이, 적합한 반사 층과 반반사 층 사이에 두께 400 내지 800 nm의 층으로 이루어지는 경우, 200 ppm의 스티렌을 포함하는 대기에 노출 시 예를 들어, 약 100 nm로 이동하는 반사 스펙트럼을 나타내는 재료로 제조될 수 있다고 하더라도) 200 ppm의 스티렌을 포함하는 대기에 노출 시 감지 요소(2)가 약 40 nm 이하의 반사 스펙트럼 이동을 나타내도록 구성된, 고도의 분석물-반응성 하위층(232) 및 최소의 반응성 하위층(236)을 포함하는 광학 반응성 층(230)을 포함할 수 있다. 추가의 실시 형태에서, 그러한 감지 요소는, 200 ppm의 스티렌을 포함하는 대기에 노출 시 감지 요소(2)가 약 30 nm 이하, 또는 약 20 nm 이하의 반사 스펙트럼 이동을 나타내도록 구성된, 하위층(232) 및 하위층(236)을 포함할 수 있다.

[0025] 다수의 개별 감지 요소(2) - 각각은 하위층(232) 및/또는 하위층(236)의 두께가 상이함 - 를 포함하는 어레이는 따라서 관심 분석물 농도의 넓은 동적 범위를 커버하며, 이는 본 명세서에서 나중에 논의되는 바와 같은 이점을 갖는다.

[0026] 추가로, 선택된 두께의 최소의 분석물-반응성 하위층(236)을 사용함으로써 - 이러한 두께는 하위층(232)의 선택된 두께와 합쳐져 광학 반응성 층(230)의 선택된 전체 두께를 제공하도록 선택됨 - , 감지 요소(2)의 (예를 들어, 분석물 부재 시 또는 불검출 수준의 분석물 존재 시의) 초기 반사 스펙트럼이 (예를 들어, 시각적 검사 시의 특정 외관 (예를 들어, 색상)을 감지 요소(2)에 부여하도록) 확립될 수 있다. 즉, 하위층들(232, 236)을 이용하는 감지 요소(2)는 오직 고도의 분석물-반응성 재료만을 이용하는 (예를 들어, 하위층(236)을 갖지 않는) 감지 요소(2)에 의해 나타나는 것과 유사한 초기 외관으로 제조될 수 있으나, 오직 고도의 분석물-반응성 재료만을 이용하는 감지 요소(2)가 반응하는 것과는 상이한 (예를 들어, 더 높은) 농도의 분석물에 반응한다. 따라서, 다수의 개별 감지 요소(2)를 포함하는 어레이에서, 개별 감지 요소의 일부 또는 전부는 유사한 초기 외관을 포함할 수 있지만, 주어진 수준의 분석물에 상이하게 반응할 수 있고, 이는 본 명세서에서 나중에 논의되는 바와 같은 이점을 제공할 수 있다.

[0027] 요약하면, 하위층들(232, 236)을 포함하는 광학 반응성 층(230)을 사용함으로써, 감지 요소(2)가 반응할 수 있는 분석물의 농도 범위의 선택을 가능하게 하며 또한 감지 요소(2)의 초기 색상, 외관 등을 선택할 수 있게 한다. 이러한 조합은 상당한 이점을 제공할 수 있다.

[0028] 고도의 분석물-반응성 하위층(232)을 최소의 분석물-반응성 하위층(236)과 조합하여 사용하는 것은 적어도 일부 실시 형태에서 추가의 이점을 제공할 수 있다. 특히, 본 명세서에 기재된 일반적인 유형의 반사 센서는 랩어라

운드(wraparound)라고 불리는 현상을 잠재적으로 나타내는 것으로 당업자에게 공지되어 있다. (충분히 높은 농도의 분석물에 노출 시) 랩어라운드에서는, 반사 스펙트럼이 너무 멀리 이동하여 감지 요소가 분석물의 부재 시 감지 요소에 의해 나타나는 초기 외관과 유사한 외관으로 다시 외관을 변화시킨다 (훨씬 더 높은 농도의 분석물에 노출 시 추가의 외관 변화가 가능할 수 있다). 본 발명자들은 뜻밖에도 고도의 분석물-반응성 하위층(232)을 최소의 분석물-반응성 하위층(236)과 함께 포함하는 광학 반응성 층(230)의 사용이 랩어라운드에 덜 민감한 감지 요소(2)를 제공할 수 있음을 알아내었다. 특정 실시 형태에서, 하위층들(232, 236)의 특성 및 두께는 극히 높은 수준의 분석물이 존재할 때조차 감지 요소(2)가 랩어라운드를 나타내지 않을 수 있도록 선택될 수 있다. 예를 들어, 다양한 실시 형태에서, 감지 요소(2)는 200, 400, 또는 심지어 1000 ppm의 유기 분석물, 예를 들어, 스티렌에 노출될 때조차 랩어라운드를 나타내지 않을 수 있다.

[0029] 다양한 특정 실시 형태에서, 랩어라운드를 나타내지 않는 그러한 능력은, 200 ppm의 유기 분석물, 예를 들어, 스티렌에 노출 시, 약 100 nm 미만, 약 80 nm 미만, 또는 약 60 nm 미만의 반사 스펙트럼 이동을 나타내는 감지 요소에 상응할 수 있다. 추가의 특정 실시 형태에서, 랩어라운드를 나타내지 않는 그러한 능력은, 400 ppm의 유기 분석물, 예를 들어, 스티렌에 노출 시, 약 100 nm 미만, 약 80 nm 미만, 또는 약 60 nm 미만의 반사 스펙트럼 이동을 나타내는 감지 요소에 상응할 수 있다. 추가의 특정 실시 형태에서, 랩어라운드를 나타내지 않는 그러한 능력은, 1000 ppm의 유기 분석물, 예를 들어, 스티렌에 노출 시, 약 100 nm 미만, 약 80 nm 미만, 또는 약 60 nm 미만의 반사 스펙트럼 이동을 나타내는 감지 요소에 상응할 수 있다. 따라서, 예상되는 최고 수준의 유기 분석물이 존재할 때조차 하나 이상의 감지 요소(2)가 랩어라운드를 나타내지 않는 어레이가 제공될 수 있다. 그러한 배열은 본 명세서에서 나중에 논의되는 바와 같은 이점을 제공할 수 있다.

[0030] 고도의 분석물-반응성 하위층(232)은, 예를 들어, 그와 조합하여 사용되는 특별한 최소의 분석물-반응성 하위층(236)과 비교하여, 분석물에 대해 충분히 높은 반응을 나타내는 임의의 재료를 포함할 수 있다. 따라서, 하위층(232)은 관심 분석물에 대해 충분히 투과성이며, 선택된 농도의 분석물에 노출 시 충분히 변화할 수 있는 광학 두께를 포함하여 본 명세서에 기재된 바와 같은 감지 요소(2)의 원하는 기능을 가능하게 한다. 임의의 이론 또는 메커니즘에 의해 구애되거나 제한되기를 원하지는 않지만, 하위층(232)의 광학 두께는, 예를 들어, 적어도 굴절률 증가에 의해 광학 두께를 증가시키는 역할을 할 수 있는 (예를 들어, 적어도 부분적으로 하위층(232)을 구성하는 다공성 재료의) 기공-채움(pore-filling)을 통해, 분석물에 반응하여 변화할 수 있다. 하위층(232)의 광학 두께는 또한, 적어도 층의 물리적 두께의 증가에 의해 광학 두께를 증가시키는 역할을 할 수 있는 팽창에 의해서 분석물에 반응하여 변화할 수 있다. 일부 재료는 두 반응 모두를 혼합하여 나타낼 수 있으며, 소정 분석물 농도에서는 하나의 반응을 주로 나타내고 다른 분석물 농도에서는 다른 반응을 주로 나타낼 수 있으며, 기타 등등일 수 있다.

[0031] 일부 실시 형태에서, 하위층(232)은 다공성 재료를 포함한다. 이러한 맥락에서, "다공성"은 재료가 적어도 부분적으로 상호 연결되는 내부 기공(pore)들을 포함함을 의미한다. 예를 들어, 재료는 (예컨대 등은 흡착 과정 (sorption isotherm procedure)에 의해 특징지워지는) 평균(중위) 기공 크기가 약 100 nm 미만인 것이 선택될 수 있다. 다양한 실시 형태에서, 재료는 평균 기공 크기가 20 nm 미만, 약 10 nm 미만, 또는 약 2 nm 미만인 것이 선택될 수 있다. 하위층(232)은 균질 또는 비균질일 수 있으며, 예를 들어, 하나 이상의 무기 성분, 하나 이상의 유기 성분, 또는 무기 성분과 유기 성분의 혼합물로 제조될 수 있다. 하위층(232)에 사용될 수 있는 대표적인 무기 재료에는 금속 산화물, 금속 질화물, 금속 산질화물, 및 적합한 광학적 반응을 생성하기에 적절한 두께의 투명한 (그리고 원한다면 다공성인) 층으로 형성될 수 있는 다른 무기 재료가 포함된다.

[0032] 다공성 실리카가 특히 바람직한 무기 분석물-반응성 층 재료일 수 있다. 다공성 실리카는, 예를 들어, 졸-겔 혼합물이 실리카 내에 기공들의 네트워크를 포함하는 실리케이트로 변환될 수 있는 졸-겔 처리를 사용하여 제조될 수 있다. 플라즈마 화학 증착이 또한 다공성 무기 분석물-반응성 재료를 생성하기 위해 채용될 수 있다. 이러한 방법은 대체로 기체 전구체로부터 플라즈마를 형성하는 단계, 플라즈마를 기재 상에 침착시켜 비정질 랜덤 공유 네트워크 층을 형성하는 단계, 이어서 비정질 공유 네트워크 층을 가열하여 다공성 비정질 랜덤 공유 네트워크 층을 형성하는 단계를 포함한다. 그러한 방법 및 재료는 발명의 명칭이 '플라즈마-침착된 미공성 층을 포함하는 유기 화학적 센서, 및 이를 제조 및 사용하는 방법'(ORGANIC CHEMICAL SENSOR COMPRISING PLASMA-DEPOSITED MICROPOROUS LAYER, AND METHOD OF MAKING AND USING)인 국제 (PCT) 특허 출원 US2008/078281호에 더 상세하게 기재되어 있으며, 이는 이러한 목적을 위해 본 명세서에 참고로 포함된다.

[0033] 일부 실시 형태에서, 광학 반응성 층(230)은 본 명세서에서 일부 유기-작용기 R을 갖는 공유 결합된 3차원 실리카 네트워크(-Si-O-Si-)를 포함하는 하이브리드인 조성물로서 정의되는 다공성 유기-실리케이트 재료로 적어도 일부 구성되며, 여기서 R은 적어도 하나의 Si-C 결합에 의해 실리카 네트워크에 결합되는 탄화수소 또는 헤테로

원자 치환된 탄화수소 기이다. 그러한 재료들 및 그들의 제조 방법은 발명의 명칭이 '비정질 미공성 유기실리 케이트 조성물'(Amorphous Microporous Organosilicate Compositions)인 미국 가특허 출원 제61/140131호에 더 상세하게 기재되어 있다.

[0034] 일부 실시 형태에서, 고도의 분석물-반응성 층(232)은 소위 "고유 미공성의 중합체(polymer of intrinsic microporosity)" (이하, PIM으로 칭함)를 포함하는 재료의 부류로부터 선택되는 성분으로 적어도 부분적으로 제조된다. 이러한 부류의 중합체는 예를 들어 문헌["Polymers of Intrinsic Microporosity (PIMs): Robust, Solution-Processable, Organic Microporous Materials," Budd et al., Chem. Commun., 2004, pp. 230-231]; 문헌["Polymers of Intrinsic Microporosity (PIMs)," McKeown et al., Chem. Eur. J., 2005, 11, No. 9, 2610-2620]; 맥커운(McKeown) 등의 미국 특허 출원 공개 제2006/0246273호; 및 맥커운 등의 국제 특허 공보 WO 2005/012397A2호에 설명되고 그 특성이 기술되어 있으며, 이들 문헌들 모두는 이러한 목적을 위해 본 명세서에 참고로 포함된다.

[0035] PIM은 뒤틀린 구조를 유도하기에 충분한 구조적 특징부가 내부에 있는 매우 강성인 중합체로 이어지는 단량체들의 임의의 조합의 사용을 통해 제형화될 수 있다. 다양한 실시 형태에서, PIM은 강성 링커에 의해 연결된 대체로 평면형인 화학종들로 이루어진 유기 거대분자를 포함할 수 있고, 상기 강성 링커는 링커에 의해 연결된 2개의 인접한 평면형 화학종들이 비-동일 평면상 배향으로 유지되도록 하는 뒤틀림 점을 갖는다. 추가의 실시 형태에서, 그러한 재료는 대체로 평면형인 제1 화학종들로 이루어진 유기 거대분자를 포함할 수 있고, 상기 제1 화학종들은 강성 링커에 의해 최대 2개의 다른 상기 제1 화학종에 우세하게 연결되며, 상기 강성 링커는 링커에 의해 연결된 2개의 인접한 평면형 제1 화학종들이 비-동일 평면상 배향으로 유지되도록 하는 뒤틀림 점을 갖는다. 다양한 실시 형태에서, 그러한 뒤틀림 점은 제한된 회전이 있는 스피로 기(spiro group), 가교된 고리 부분(bridged ring moiety) 또는 입체구조적으로 밀집된(sterically congested) 단일 공유 결합을 포함할 수 있다.

[0036] 그러한 강성의 뒤틀린 구조를 갖는 중합체에서, 중합체 사슬들은 효율적으로 함께 패키징될 수 없어서, 중합체는 고유 미공성을 보유한다. 따라서, PIM은 이 재료의 열적 이력에 상당히 의존적이지 않은 미공성을 보유하는 이 점을 갖는다. 따라서, PIM은 대량으로 재현가능하게 제조될 수 있다는 면에서, 그리고 에이징(aging), 저장 수명(shelf life) 등의 동안에 변화하는 특성을 나타내지 않는다는 면에서 이점을 제공할 수 있다.

[0037] 일부 실시 형태에서, 광학 반응성 층(230)은 다공성의 고도로 가교결합된 중합체성 재료, 예를 들어, "스타이로 소브스(Styrosorbs)"로서 공지된 초가교결합된 스티렌계 수지 (예를 들어, 문헌[V. A. Davankov and P. Tsyurupa, Pure and Appl. Chem., vol. 61, pp. 1881-89 (1989)] 및 문헌[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)]에 기재된 바와 같음)로 적어도 일부분 구성되며, 퓨로라이트(Purolite) (미국 펜실베이니아주 발라 신워드 소재)로부터 상표명 스타이로소브로 입수가 가능한 재료가 포함된다.

[0038] 다수의 응용에서, 하위층(232)은 소수성인 것이 유리할 수 있다. 그러한 실시 형태에서, 이는 수증기 (또는 액체 물)가 하위층(232)의 반응에 변화를 일으켜 분석물의 검출, 예를 들어, 유기 용매 증기의 검출을 방해할 가능성을 감소시킬 수 있다. 일부 실시 형태에서, 고도의 분석물-반응성 하위층(232)은, 적합한 반사 층과 적합한 반반사 층 사이에 두께 400 내지 800 nm의 층으로서 제공되는 경우, 90% 습도를 포함하는 대기에 노출 시 15 nm 이하로 이동하는 반사 스펙트럼을 나타내는 재료로 제조된다.

[0039] 하위층(232)에 유용한 적합한 재료의 추가의 상세 사항 및 속성, 및 그러한 재료로부터 하위층(232)의 제조 방법이 예를 들어 미국 특허 출원 공개 제2008/0063874호에 기술되어 있으며, 이는 이러한 목적을 위해 본 명세서에 참고로 포함된다.

[0040] 최소의 분석물-반응성 하위층(236)은, 첫째로, 그와 조합하여 사용되는 특정 고도의 분석물-반응성 하위층(232)과 비교하여, 분석물에 대해 (그리고 관심 분석물의 감지를 방해할 수 있는 임의의 다른 물질에 대해) 충분히 낮은 (비존재 및/또는 측정불가능 포함) 광학 반응을 나타내며; 둘째로, (본 명세서에서 나중에 설명되는 바와 같은) 하위층(232)을 생성하는 데 사용되는 가공 방법과 상용성이 있고; 셋째로, 하위층(232)과 광학적 상용성이 있는, 임의의 재료로 구성될 수 있다. 광학적 상용성은 하위층(236)이, 광에 충분히 투명하며 하위층(232)의 굴절률과 충분히 유사한 굴절률을 포함하는 재료 또는 재료들로 구성되어, 감지 요소(2)의 기능을 가능하게 함을 의미한다. 즉, 하위층들(232, 236)의 굴절률 차이는 (예를 들어, 광이 하위층(236)을 통과하여 하위층(232)에 도달해야 하는 구조에서, 예를 들어, 소정량의 광이 고도의 분석물-반응성 하위층(232)에 도달하는 것을 허용불가능하게 방지함으로써) 감지 요소(2)의 기능을 방해하기에 충분한, 하위층들(232, 236) 사이의 계면

으로부터 나오는 반사를 야기할 만큼 크지 않아야만 한다. 하위층(236)과 관련하여 광학적 상용성은 하위층(236)이, 광을 충분히 반사, 흡수, 및/또는 산란시켜 감지 요소(2)의 반사 스펙트럼을 허용불가능하게 방해하는 임의의 계면, 입자, 충전제, 공동 등을 포함하지 않음을 또한 의미한다.

[0041] 하위층(236)은 관심 분석물에 대해 비교적 불투과성이어서 반응을 야기하기에 불충분한 분석물이 하위층(236)으로 침투하기 때문에 하위층(236)은 분석물에 대해 최소-반응성일 수 있다. 따라서, 다양한 실시 형태에서, 하위층(236)은 증대된 장벽 특성을 갖는 재료로 구성될 수 있다 (그러한 경우에, 하위층(236)은 바람직하게는 감지 요소(2) 내로 분석물이 침투하는 고도의 분석물-반응성 하위층(232)의 반대쪽 면에 위치하므로, 분석물이 하위층(232)에 도달할 수 있다). 하위층(236)은 따라서 (예를 들어, 높은 용점 (T_m)을 갖는) 반결정질 중합체성 재료, 및/또는 (예를 들어, 높은 유리전이온도 (T_g)를 갖는) 유리질 재료, (상호 연결하는 기공이 없는) 무기 네트워크 재료 등으로 적어도 부분적으로 구성될 수 있다. 일부 실시 형태에서, 하위층(236)은 분석물에 대해 적어도 다소 투과성일 수 있으나, 하위층(236) 내의 분석물의 존재 (적어도 소정 수준 이하)가 광학 반응 (예를 들어, 하위층(236)의 광학 두께의 변화)을 야기하지 않도록 하는 특성을 가질 수 있다. 따라서, 소정 재료 (예를 들어, 물, 유기 증기 등)의 존재 시, 예를 들어, 팽창하는 경향을 거의 나타내지 않도록 적합하게 가교결합된 재료가 선택될 수 있다.

[0042] 일부 실시 형태에서, 하위층(236)은 비다공성 재료를 포함한다. 다른 실시 형태에서, 하위층(236)은 다공성인 재료를 포함하나, 그러한 다공성은 재료가 최소의 분석물-반응성이 되는 것을 막지 않는다. 예를 들어, 그러한 재료는 매우 낮은 수준의 다공성을 포함할 수 있고/있거나 (분석물이 재료 내로 투과하는 능력이 낮도록) 상호 연결되지 않는 기공들을 포함할 수 있거나, 또는 감지 요소가 관심 농도 범위보다 더 큰 농도의 분석물의 존재 하에 있을 때까지 관심 분석물이 기공 내에서 응축되지 않도록 하는 큰 크기의 기공들을 포함할 수 있다.

[0043] 다양한 실시 형태에서, 하위층(236)은 (물이 소정 분석물의 검출을 방해할 가능성을 최소화시킬 수 있는) 소수성 재료 또는 재료들로 구성된다. 일부 실시 형태에서, 최소의 분석물-반응성 하위층(236)은, 적합한 반사 층과 적합한 반반사 층 사이에 두께 400 내지 800 nm의 층으로 이루어지는 경우에, 90% 습도를 포함하는 대기에서 15 nm 이하로 이동하는 반사 스펙트럼을 나타내는 재료로 제조된다.

[0044] 특히 고도의 분석물-반응성 하위층(232)이 (나중에 논의되는 바와 같은) 용액 코팅을 통해 최소의 분석물-반응성 하위층(236) 상에 침착되는 실시 형태에서, 하위층(236)의 재료는 하위층(232)을 침착하는 데 사용되는 용매에 의해 용해되거나, 분해되거나, 또는 달리 손상되는 것에 대해 저항성인 것이 유리할 수 있다. 층(232)이 전술한 고유 미세다공성의 중합체 (PIM)를 포함하는 경우에, 하위층(236)은 PIM을 가용화하는 데 보통 사용되는 것과 같은 그러한 용매 (예를 들어, 클로로벤젠, 클로로포름, 테트라하이드로피란, 테트라하이드로퓨란, 및/또는 그 혼합물)에 대해 저항성인 것이 유용할 것이다.

[0045] 일부 실시 형태에서, 하위층(236)은 비가교결합된 유기 중합체성 재료를 포함한다. 그러한 경우에, 중합체성 재료는 관심 분석물 또는 분석물들 (예를 들어, 유기 증기 등)을 흡수하고/흡수하거나, 흡수의 결과로서의 팽창하는 데 저항성이도록 선택될 수 있다. 유용할 수 있는 예시적인 재료에는 폴리(메타크릴로니트릴) 및 그의 공중합체 및 블렌드가 포함된다. 이러한 유형의 소정 재료를 이용하는 감지 요소의 예는 샘플 1 내지 샘플 5의 논의에 나타나 있다. (예를 들어, 비교적 높은 T_m 및/또는 T_g 를 포함하고 비교적 소수성이기 때문에) 적합한 후보자일 수 있는 다른 중합체성 재료에는, 예를 들어, 폴리(시아노메틸 아크릴레이트), 폴리(3,5-다이메틸아다만틸 크로토네이트), 폴리(1-아다만틸 아크릴레이트), 폴리(아다만틸 크로토네이트), 폴리(펜타브로모벤질 아크릴레이트), 폴리(펜타클로로페닐 아크릴레이트), 폴리(아다만틸 메타크릴레이트), 폴리(4-시아노페닐 메타크릴레이트), 폴리(3,5-다이아다만틸 메타크릴레이트), 폴리(3-테트라사이클로도데실 메타크릴레이트), 폴리(2,6-자일렌 메타크릴레이트), 폴리(메틸 β -클로로아크릴레이트), 폴리[4-(4-바이페닐일)스티렌], 폴리[3-(4-바이페닐일)스티렌], 폴리(2-카르복시스티렌), 폴리(2,4-다이아이소프로필스티렌), 폴리(2,5-다이아이소프로필스티렌), 폴리[4-(1-하이드록시-1-메틸에틸)스티렌], 폴리[4-(1-하이드록시-1-메틸프로필)스티렌], 폴리(2-하이드록시메틸스티렌), 폴리(4-하이드록시메틸스티렌), 폴리(4-요오도스티렌), 폴리(α -메틸스티렌), 폴리(피플루오로스티렌), 및 폴리(4-페닐스티렌)이 포함될 수 있다.

[0046] 일부 실시 형태에서, 하위층(236)은 가교결합된 유기 중합체성 재료를 포함한다. 그러한 가교결합은 관심 분석물 또는 분석물들의 흡수, 및/또는 흡수의 결과로서의 팽창에 대한 증대된 저항성을 갖는 재료를 제공할 수 있으며, 따라서 매우 다양한 재료를 하위층(236)에 사용하기에 유용하게 만들 수 있다. 예를 들어, 하위층(236)은 가교결합된 폴리스티렌 재료를 포함할 수 있다. 그러한 재료를 이용하는 감지 요소의 예가 샘플 7의 논의에

나타나있다. 그러나, 임의의 원하는 조성 또는 구조이며, 본 기술 분야에 잘 알려진 바와 같은 첨가제 등을 선택적으로 포함하는, 임의의 적합한 가교결합성 유기 중합체성 재료가 사용될 수 있다.

[0047] 일부 실시 형태에서, 하위층(236)은, 잘 알려진 아크릴레이트 및 메타크릴레이트 단량체와 같은 다작용성 단량체의 중합 및/또는 반응에 의해 달성되는, 가교결합된 유기 중합체성 네트워크를 포함한다. 그러한 단량체들의 혼합물은, 예를 들어, (액체로서, 또는 미국 특허 제5877895호에 개시된 것과 같은 증기-응축 방법을 통해) 침착되고 반응되어 (예를 들어, 방사선 경화되어) 가교결합된 층을 형성할 수 있다. 그러한 목적을 위해 사용될 수 있는 적합한 단량체, 올리고머 등은 예를 들어, 이러한 목적을 위해 본 명세서에 참고로 포함된 미국 특허 제7,449,146호에 개시된다. 언급된 바와 같이, 그러한 층은 그를 하위층(236)의 역할을 하기에 적합하게 만드는 특성 (예를 들어, 고도의 가교결합)을 달성하도록 하는 조건 하에서 제조되어야 한다. 예를 들어, 다양한 공급처로부터 상표명 파릴렌(Parylene)으로 입수가 가능한 잘 알려진 코팅을 포함하는, 다른 증기 코팅된 유기 중합체성 재료가 하위층(236)에 사용될 수 있다. 가교결합되든지 또는 비가교결합되든지, 하위층(236)은 앞서 언급된 바와 같이 소수성인 것이 바람직할 수 있다.

[0048] 하위층(236)은, 예를 들어, 다공성을 포함하지 않는, 무기 재료를 또한 포함할 수 있다. 상기에 논의된 바와 같이, 감지 요소(2)의 적절한 기능을 허용하도록 무기 재료의 굴절률은 하위층(232)의 굴절률과 충분히 유사하여야 한다. 예를 들어, 하위층(236)은 (예를 들어, 증기 코팅에 의해 침착된) 산화규소를 포함할 수 있다. 그러한 무기 재료는 하위층(236)의 전체 두께를 구성할 수 있다. 또는, 하위층(236)은 하위층(232)에 인접한 무기 재료의 장벽 하위층을 포함할 수 있는데, 배킹 하위층 (예를 들어, 유기 중합체성 재료)이 무기 장벽 하위층 뒤에 있으며 하위층(236)의 원하는 전체 두께를 제공하도록 존재한다 (그러한 접근법을 사용하는 감지 요소의 예가 샘플 6의 논의에 나타나있다). 무기 재료가 분석물에 충분히 불투과성인 경우, 배킹 층은 (예를 들어, 분석물에 대해 불투과성이어야 하는 임의의 필요성과 특정한 관련 없이) 임의의 적합한 재료로 구성될 수 있는데, 이러한 구성에서는 이것이 단순히 공간 충전재의 역할을 할 수 있고 따라서 그의 장벽 특성 및/또는 분석물에 대한 반응성이 중요하지 않을 수 있기 때문이다.

[0049] 다양한 실시 형태에서, 하위층(236)은 상기에 열거한 재료들의 조합 (예를 들어, 혼합물, 블렌드, 복합 구조체 등), 및/또는 그러한 재료의 다수의 층을 포함할 수 있다.

[0050] 감지 요소(2)는 반사 층(240)을 포함할 수 있다. 일부 실시 형태에서, 반사 층(240)은 미리 형성된 광학 반응성 층(230)의 표면 상에 (예를 들어, 공지의 다양한 방법에 의해서) 침착될 수 있거나; 또는, 반사 층(240)이 기재(210) 상에 침착되고, 이어서 감지 요소(2)의 다른 층 및/또는 하위층이 그 위에 침착될 수 있다.

[0051] 반사 층(240)은 충분한 반사율을 제공할 수 있는 임의의 적합한 재료를 포함할 수 있다. 반사 층을 위해 적합한 재료에는 알루미늄, 크롬, 금, 니켈, 규소, 티타늄, 백금, 팔라듐, 및 은과 같은 금속 또는 반금속이 포함될 수 있다. 반사 층에 포함될 수 있는 다른 적합한 재료에는 금속 산화물이 포함될 수 있다. 일부 실시 형태에서, 반사 층은 약 500 nm의 파장에서 약 90% 이상 반사성(즉, 많아야 약 10% 투과성)이며, 일부 실시 형태에서 약 99% 반사성(즉, 약 1% 투과성)일 수 있다.

[0052] (예를 들어, 도 2의 디자인을 포함하는) 일부 실시 형태에서, 반사 층(240)은 유리하게는 관심 분석물에 대해 투과성일 수 있다. 이는 예를 들어 구슬(marble)들의 스택에 가까운 형태로 배열되는 금속 나노입자들로 된 반사 층(240)을 형성함으로써 제공될 수 있으며, 이 반사 층을 통해 분석물이 투과하여 광학 반응성 층(230)에 도달하여 들어갈 수 있다. 층(240)은 금속 나노입자의 희석 코팅 용액 또는 현탁액을 광학 반응성 층(230)에 도포하고 이 용액 또는 현탁액이 건조되게 하여 투과성 반사 층(240)을 형성함으로써 형성될 수 있다. 금속 나노입자는 물 및 유기 용매 (예를 들어, 메탄올, 헵탄, 데칸 등)를 포함하는 다양한 캐리어에 담지될 수 있다. 금속 나노입자는 또한 중합가능한 단량체 결합체에 담지될 수 있으나, 바람직하게는 투과성 나노입자 층을 제공하도록 그러한 결합체는 (예를 들어, 용매 추출 또는 소결을 이용하여) 도포된 코팅으로부터 제거된다.

[0053] 반사 층(240)에 유용한 적합한 분석물-투과성 재료, 특히 금속 나노입자 재료의 추가 상세 사항 및 속성이 예를 들어 미국 특허 출원 공개 제2008/0063874호에 기술되어 있으며, 이 문헌은 이러한 목적을 위해 본 명세서에 참고로 포함된다.

[0054] 감지 요소(2)는 반반사 층(220)을 포함할 수 있다. 다양한 실시 형태에서, 반반사 층(220)은 미리 형성된 광학 반응성 층(230)의 표면 상에 (예를 들어, 공지의 다양한 방법에 의해서) 침착될 수 있거나; 또는, 반반사 층(220)이 기재(210) 상에 침착되고, 그 후에 감지 요소(2)의 다른 층 및/또는 하위층이 반반사 층(220) 상에 침착될 수 있다.

- [0055] 반반사 층(220)은 반사 층(240)과 유사하거나, 또는 그보다 낮은 반사율을 포함할 수 있다. 반반사 층(220)은 (예를 들어, 적절한 두께일 때) 적절한 반반사율을 제공할 수 있는 임의의 적합한 재료를 포함할 수 있다. 적합한 재료에는 알루미늄, 크롬, 금, 니켈, 규소, 팔라듐, 백금, 티타늄 및 은과 같은 금속 또는 반금속이 포함될 수 있다. 다른 적합한 재료에는 금속 산화물이 포함될 수 있다.
- [0056] 다양한 실시 형태에서, 반반사 층(220)은 약 500 nm의 파장에서 약 30 내지 약 70% 반사성, 또는 약 40 내지 약 60% 반사성일 수 있다.
- [0057] 일부 실시 형태에서, 반반사 층(220)은 유리하게는 관심 분석물에 대해 투과성일 수 있다. 따라서, 이러한 경우에, 분석물이 반반사 층(220)을 통해 투과하여 광학 반응성 층(230)에 도달하여 들어가는 것을 허용하면서 적절한 반사율을 제공하기 위해 적절한 두께로 반반사 층(220)을 제공하는 것이 바람직할 수 있다. 일부 경우에, (예를 들어, 반반사 층(220)이 증착에 의해 침착되어 금속 층을 형성하는 경우) 5 내지 10 nm의 일반적인 범위의 두께가 바람직할 수 있다. 바람직한 구체적인 두께는 층을 형성하는 데 사용되는 재료, 검출될 분석물에 좌우될 것이며, 필요한 대로 구성될 수 있다.
- [0058] 적합한 반반사 층 및 반사 층, 그들의 특성 및 제조 방법의 추가 상세 사항은 예를 들어 미국 특허 출원 공개 제2008/0063874호에 기술되어 있으며, 이는 이러한 목적을 위해 본 명세서에 참고로 포함된다.
- [0059] 존재하는 경우, 기재(210)는 감지 요소에 대한 지지를 제공할 수 있는 임의의 적합한 재료 (예를 들어, 유리, 플라스틱 등)로 구성될 수 있다. 감지 요소(2)를 조사하기 위하여 광이 기재(210)를 통과하는 실시 형태에서, 기재(210)는 광학적으로 투명하여야 하며 (즉, 관심 파장에서 충분한 투명성을 포함하여야 함) 광학 신호에 허용불가능하게 영향을 주는 다른 특성 (예를 들어, 형광)을 갖지 않아야 한다. 기재(210)에 적합한 재료에는, 예를 들어, 잘 알려진 폴리에스테르 부류의 중합체 (예를 들어, 폴리(에틸렌 테레프탈레이트) 및 폴리(에틸렌 나프탈레이트))가 포함될 수 있다.
- [0060] 사용 전에, 본 명세서에 개시된 것과 같은 감지 요소는 관심 분석물이 사실상 없는 환경에서 유지될 수 있다 (예를 들어, 포장됨). 그러한 환경에서, 및/또는 반응을 야기하기에 충분한 분석물 대기 농도에 노출되기 전에, 감지 요소는 제1 외관 (예를 들어, 색상)을 나타낼 수 있다. 충분히 높은 농도의 관심 분석물을 포함하는 대기에 노출 시, 감지 요소에 의해 나타나는 반사 스펙트럼이 변화하여 (예를 들어, 전형적으로 더 긴 파장으로, 수 나노미터 이동하여) 감지 요소가 제1 외관으로부터 제1 외관과 상이한 제2 외관으로의 시각적으로 관찰 가능한 변화를 겪을 수 있다.
- [0061] 감지 요소에 의해 나타나는 광학 반응은 전형적으로 가시광 범위에서 관찰 가능하며 인간의 눈에 의해 외관의 변화로서 검출될 수 있다. 그러한 외관의 변화는, 예를 들어, 제1 색상으로부터 제2 색상으로의 변화, (예를 들어, 일반적으로 동일 색상 범위에서 유지되면서) 감지 요소의 지각되는 밝기의 변화, 비교적 무색인 외관으로부터 더욱 다채로운 외관으로의 변화, 대체로 균일한 외관으로부터 더욱 불균일한 (예를 들어, 얼룩덜룩한) 외관으로의 변화 등을 포함할 수 있다. 일부 실시 형태에서, 어레이(1)는, 모두 유사한 제1 외관 및 유사한 제2 외관을 포함하는 감지 요소(2)로 구성되는 것이 바람직할 수 있지만, 다른 실시 형태에서는, 어레이(1)의 상이한 감지 요소들이 어레이(1)의 다른 감지 요소의 외관과 상이한 제1 외관 또는 제2 외관을 포함할 수 있다. 따라서 일부 실시 형태에서 광학적 조사가 (예를 들어, 개인에 의한) 시각적 검사에 의해 수행될 수 있지만, 일부 실시 형태에서, 예를 들어 분광 광도계, 광 검출기, 전하 결합 소자, 포토다이오드(photodiode), 디지털 카메라 등과 같은 외부 조사 장치를 포함하는 다른 조사 방법이 사용될 수 있다. 감지 요소(2)의 조사를 위한 그러한 광전자적 방법의 사용은, 이러한 목적을 위해 본 명세서에 참고로 포함된, 미국 가특허 출원 제61/164496호에 개시된다.
- [0062] 일부 유형의 감지 요소(2)의 구성요소 및 구조의 추가적인 상세 사항은 본 출원과 동일자로 출원된, 발명의 명칭이 '다층 비색 센서'(MULTILAYER COLORIMETRIC SENSORS)인 공개류 중인 미국 가특허 출원 제xx/xxxxxx호, 문서 번호 65358US002에서 논의되며, 이는 본 명세서에 참고로 포함된다.
- [0063] 본 명세서에 개시된 바와 같은, 다수의 감지 요소를 포함하는 어레이는, 단일 감지 요소를 사용하여 가능할 수 있는 것보다 더 넓은 농도 범위에 걸쳐, 하나 이상의 관심 분석물을 검출 및/또는 감시하는 데 사용될 수 있다. 그러한 분석물은 감지하기를 원하는 환경 (흔히, 공기 대기)에 존재할 수 있는 증기 또는 기체를 포함할 수 있다. 일부 실시 형태에서, 분석물은 유기 증기 (예를 들어, 휘발성 유기 화합물)이다. 특정 실시 형태에서, 분석물은, 본 명세서에서 비점이 100°C 이상인 유기 화합물로서 정의되는, 고비점 유기 화합물이다. 대표적인 유기 분석물에는, 알칸, 사이클로알칸, 방향족 화합물, 알코올, 알데히드, 에테르, 에스테르, 케톤, 할로카본, 아

민, 유기산, 시아네이트, 티올, 니트레이트 및 니트릴을 포함하는 치환되거나 비치환된 탄소 화합물, 예를 들어, n-옥탄, 사이클로헥산, 메틸 에틸 케톤, 아세톤, 에틸 아세테이트, 이황화탄소, 사업화탄소, 벤젠, 톨루엔, 스티렌, 자일렌, 클로로포름, 테트라하이드로퓨란, 메탄올, 에탄올, 아이소프로필 알코올, n-부틸 알코올, t-부틸 알코올, 2-에톡시에탄올, 아세트산, 2-아미노피리딘, 에틸렌 글리콜 모노메틸 에테르, 톨루엔-2,4-다이아이소시아네이트, 니트로메탄, 아세토니트릴 등이 포함될 수 있다. (물론, 본 명세서에 논의된 바와 같이, 스티렌은 감지 요소(2), 광학 반응성 층(230), 고도의 분석물-반응성 하위층(232), 및/또는 최소의 분석물-반응성 하위층(236)의 반응을 특성화하는 데 유용한 대표적인 유기 분석물의 역할을 할 수 있다. 다른 것들이 또한 그러한 역할을 할 수 있다).

[0064] 일부 경우에, 어레이(1)는 물을 검출하는 데 사용될 수 있다 (예를 들어, 습도 센서로서). 다른 실시 형태에서, 어레이(1)의 일부 또는 전부의 감지 요소(2)는 (예를 들어, 하위층(232) 및/또는 하위층(236)을 위한 소수성 재료의 선택을 통해) 물의 존재에 최소한으로 반응하도록 설계될 수 있다.

[0065] 본 명세서에서 앞서 논의된 바와 같이, 본 명세서에 기재된 바와 같은 어레이는 주어진 관심 분석물의 (감시되는 대기 중) 농도에 대한, 확장된 동적 범위의 반응을 제공할 수 있다. 즉, 각각 상이한 농도 범위의 관심 분석물에 광학적으로 반응하는, 몇 개의 감지 요소가 제공될 수 있다 (본 명세서에 논의된 바와 같이, 개별 감지 요소의 동적 범위는 적어도 부분적으로 중첩될 수 있다). 따라서, 예를 들어, 제1 감지 요소는 20 ppm의 관심 분석물에 광학적으로 반응할 수 있으며, 제2 감지 요소는 40 ppm에 반응할 수 있으며, 제3 감지 요소는 80 ppm에 반응할 수 있고, 제4 감지 요소는 100 ppm에 반응할 수 있는 것 등이다. 또한 언급된 바와 같이, 어레이는, (분석물의 부재 시에 또는 그러한 감지 요소에 의해 검출불가능한 농도의 분석물의 존재 시에) 감지 요소의 각각이 유사한 초기 색상 또는 외관을 나타내는 다수의 감지 요소를 포함할 수 있다.

[0066] 일부 실시 형태에서, 어레이(1)는, 어레이가 노출될 것으로 예상되는 최고 예상 분석물 농도의 존재 시에 전술한 랩어라운드 현상을 겪지 않을 수 있는 적어도 하나의 감지 요소(2)를 포함한다. 따라서, 적어도 하나의 그러한 랩어라운드-저항성 감지 요소의 존재는 매우 높은 분석물 농도 (예를 들어, 특정 용도에서 만나게 될 것으로 예상되는 최고 농도)에 노출되는 경우에조차 증대된 동적 범위의 어레이가 분석물의 성공적인 검출을 가능하게 할 수 있도록 보장할 수 있다.

[0067] 추가의 실시 형태에서, 감지 요소는 2개 이상의 요소의 동적 범위가 중첩되도록 디자인될 수 있다. 즉, 2개 이상의 감지 요소, 낮은 분석물 농도에서 광학적으로 반응하도록 디자인된 제1 감지 요소 - 제1 감지 요소는 특정 분석물 농도에서 랩어라운드를 나타냄 - 와 높은 분석물 농도에서 광학적으로 반응하도록 디자인된 제2 감지 요소가 제공될 수 있다. 제2 감지 요소는 제1 감지 요소의 랩어라운드를 유발하는 특정 분석물 농도보다 낮은 분석물 농도에서 (예를 들어, 제1 색상으로부터 제2 색상으로의) 외관 변화를 나타내어, 제2 감지 요소의 동적 범위가 제1 감지 요소의 동적 범위와 중첩되도록 디자인될 수 있다 (제2 감지 요소는 예상되는 최고 분석물 수준에서조차 랩어라운드를 나타내지 않는 것일 수 있거나; 또는 소정 수준의 분석물에서 여전히 랩어라운드를 나타낼 수 있는, "중간-민감성" 감지 요소일 수 있다).

[0068] 따라서, 본 명세서에 기재된 방법은 반사성 (예를 들어, 간섭-기반) 감지 요소를 사용하는 기술 분야에서 근본적 발전을 제공할 수 있다. 감지 요소의 각각이 상이한 수준의 분석물에 반응할 수 있는, 감지 요소의 어레이의 사용은 (그 안의 감지 요소들의 총체적인 반응으로 인한) 매우 넓은 동적 범위를 갖는 기구의 생산을 가능하게 한다. 게다가, 예상되는 최고 분석물 수준에서 랩어라운드를 나타내지 않을 수 있는 적어도 하나의 감지 요소의 존재, 및 감지 요소의 적어도 일부의 쌍의 동적 범위 사이의 전술한 중첩의 추가적인 존재는, 따라서 매우 유리한 방식의 감지를 가능하게 한다.

[0069] 예를 들어, 검출가능한 수준의 분석물의 부재 시에 개별 감지 요소 모두가 유사한 제1 (초기) 외관 (예를 들어, 색상)을 갖는 어레이가 제공될 수 있다. "낮은" 수준의 관심 분석물에 노출 시에는, 적어도 제1 감지 요소 (예를 들어, 최저 수준의 분석물에 반응할 수 있는 것)가 제2 외관으로 변화할 수 있다. 중간 수준의 분석물에 노출 시에는, 제1 감지 요소가 랩어라운드를 나타내어 제1 외관으로 다시 변화하기 전에, 제2 감지 요소가 제2 외관으로 변화할 수 있다. 높은 수준의 분석물에 노출 시에는, 제2 감지 요소가 랩어라운드를 나타내어 제1 외관으로 다시 변화하기 전에, 또한 제3 감지 요소가 제2 외관으로 변화할 수 있다. 예상되는 최고 수준의 분석물에 어레이가 노출될 때, 그러한 수준의 분석물에 노출 시에 랩어라운드를 나타내지 않도록 디자인된 적어도 하나의 감지 요소가 제2 외관에서 유지될 수 있다. 따라서, 임의의 검출가능한 수준의 분석물의 존재 시에, 적어도 하나의 감지 요소가 제2 외관을 나타내는 어레이가 제공될 수 있다. 따라서, 그러한 어레이의 사용자는 (어레이의 임의의 다른 감지 요소의 외관과 관계 없이) 어레이의 적어도 하나의 감지 요소에 의한 제2 외관의

출현, 및/또는 어레이의 임의의 2개의 감지 요소 사이의 외관 차이의 존재가 일부 검출가능한 수준의 분석물의 존재를 나타낼 수 있음을 인식할 수 있다. 그러한 어레이는 또한 감시되는 대기 중에 존재하는 관심 분석물의 농도의 반정량적 또는 정량적 표시를 제공하는 데 사용될 수 있다.

[0070] 다양한 감지 요소의 그러한 외관 변화가 일어나는, 분석물의 특정 수준은, 특정 관심 분석물, 특정 분석물을 위한 작업장 요건 등에 따라 개별 감지 요소의 특정 디자인에 의해 달라질 수 있다. 몇 개의 상이한 감지 요소 사이에 존재하는 상기한 중첩이 다수의 감지 요소에 제공될 수 있다.

[0071] 제1 예시적 감지 요소(2') 및 제2 예시적 감지 요소(2'') (반드시 도 4a 및 도 4b와 관련하여 기재된 예시적 감지 요소(2', 2'')의 정확한 디자인이어야 하고/하거나, 그에 상응하여야 하지는 않음)를 포함하는 예시적인 어레이(1)의 광학 반응이 도 5에 일반적으로 예시된다. 도 5와 관련하여, 검출가능한 수준의 분석물의 부재시에, 감지 요소 둘 모두는 제1 상태 (예를 들어, 외관)로 유지될 수 있다. 제1의, 낮은 수준의 분석물에 노출 시에는, 제2 감지 요소(2'')가 제1 상태로 유지된 채로, 제1 감지 요소(2')가 제2 상태로 변화할 수 있다. (제1의, 낮은 수준보다 더 높은) 중간 수준의 분석물에 노출 시에는, 제1 감지 요소(2')가 제2 상태로 유지된 채로 제2 감지 요소(2'')가 제2 상태로 변화할 수 있다 (따라서, 어레이가 진술한 동적 범위의 중첩을 나타냄). (중간 수준보다 더 높은) 높은 수준의 분석물에 노출 시에는, 제1 감지 요소(2')가 랩어라운드를 나타내어 제1 상태로 되돌아갈 수 있으나, 제2 감지 요소(2'')는 랩어라운드를 나타내지 않고 따라서 제2 상태로 유지될 수 있다. 2개의 감지 요소 중 어느 하나의 제2 상태의 존재는, 따라서, 검출가능한 수준의 분석물이 존재한다는 것을 나타낸다.

[0072] 따라서 이러한 간단한 예는 본 발명의 방법에 의해 제공될 수 있는, 동적 범위, 신뢰성 및/또는 정확성의 증대를 예시한다. (2개를 초과하는) 부가적인 감지 요소의 사용, 감지 요소의 특정 디자인 등이 추가적인 증대를 제공할 수 있다. 본 명세서에 제공된 예에서는, 제1 및 제2 상태가, 시각적으로 감시되는 경우에는 제1 및 제2 외관에 상응하거나, 또는 광전자적 방법을 통해 감시되는 경우에는 제1 및 제2 파장 스펙트럼 (그 사이의 이동을 가짐)에 상응하지만, 이러한 일반적인 방법은 예를 들어 다른 방법에 의해 측정되는 상태에 널리 적용가능할 수 있다.

[0073] 이러한 방법의 추가적인 확장에서, 다른 특징이 제공될 수 있다. 예를 들어, 사용자가 색상 변화를 지각하는데 도움이 되도록 (예를 들어, 불변 외관의) 하나 이상의 참조 요소가 제공될 수 있다. 그러한 참조 요소는, 예를 들어, 착색되거나 도색된 재료 또는 영역을 포함할 수 있거나, 또는 특정 농도 (예를 들어, 저농도)의 분석물에 대해 광학 반응을 나타내지 않도록 디자인된 (예를 들어, 본 명세서에 기재된 일반적 유형의) 감지 요소를 포함할 수 있다. 유사한 초기 외관을 갖는 다수의 감지 요소를 갖는 어레이의, 본 명세서에 기재된 사용은 유용하게는 어레이의 "자기-참조" 특성을 제공할 수 있어서 별도로 제공되는 참조 요소가 필요하지 않을 수 있음에 주목하여야 한다. 어떻게 달성되느냐에 상관 없이, 일부 실시 형태에서, 어레이(1)는, 검출가능한 수준의 분석물의 존재 시에, 사용자가 (예를 들어, 개별 감지 요소의 외관이 그의 이전의 외관과 상이함을 지각하는 대신에, 또는 그에 더하여) 어레이(1)의 적어도 임의의 2개의 개별 감지 요소 사이의 외관 차이를 지각할 수 있도록 배열될 수 있다.

[0074] 본 명세서에 기재된 어레이, 및 사용 방법은 개인용 호흡 보호 기구 (예를 들어, 대기로부터의 소정 물질의 제거를 위한, 필터 요소, 흡수 매체 등을 함유할 수 있는 것과 같은 호흡 기구)와 관련하여, 예를 들어, 호흡 보호 기구에 존재하는 필터 요소, 흡수 매체 등을 적어도 부분적으로 통과한 기류를 포함하는 대기를 감시할 수 있어서, 예를 들어, 필터 요소, 흡수 매체 등이 기류로부터 분석물을 제거하는 능력을 소진하고 있을 수 있다는 것을 나타낼 수 있는 수명 종료 표시기(end of service life indicator; ESLI)로서 유용할 수 있다. 그러한 사용에서는, 예를 들어, 소위 작업장 노출 한계 (Occupational Exposure Limit; OEL)의 농도에서 (예를 들어, 필터 요소 또는 흡수 베드.bed)를 통과한, 또는 통과하고 있는 기류 중의) 관심 분석물을 검출하는 것이 바람직할 수 있다. 그러나, 그러한 개인용 호흡 기구는 일부 경우에 OEL의 최대 10배, 또는 심지어 50배의 수준으로 분석물을 포함하는 대기에서 사용될 수 있다. 따라서, 낮은 수준의 분석물을 검출할 수 있으나, 더 높은 수준의 분석물에 노출되는 경우에는 (예를 들어, 흡수 매체의 포화 또는 소진 시 분석물이 급증하는 경우에는) 랩어라운드를 나타낼 수 있는 단일 감지 요소의 사용은 다수의 감지 요소를 포함하는 어레이의 사용만큼 유리하지 않을 수 있다. 즉, 낮은 수준의 분석물을 검출하는 능력이 보존되지만, 높은 수준의 분석물을 검출하는 능력이 또한 가능해진다.

[0075] 도 6을 참고하면, 일부 실시 형태에서, 어레이(1)가 사용될 수 있는 개인용 호흡 기구(101)는 한 쌍의 교체가능한 공기 정화용 호흡 기구 카트리지(103)가 장착된 안면 마스크(102)를 포함한다. 카트리지(103)는 각각 도 6

에 도시되지 않은 흡수 재료 (예를 들어, 활성탄)를 위한 인클로저(enclosure)로서 역할을 한다. 각 카트리지(103)의 전방 커버(104)는 가스 유입구로서 역할을 하는 복수의 개구(105)를 포함하여, 외부 환경으로부터의 주변 공기가 흡수 재료를 통과하고 이어서 카트리지(103)로부터의 가스 유출구 및 안면 마스크(102)로의 유입구로서 역할을 하는 통로(도 6에 분류되어 있지 않음)를 통과하여 카트리지(103) 내로 유동하게 한다. 호기된 공기(exhaled air)는 호기 밸브(109)를 통하여 호흡 기구(101)를 나간다. 다양한 호흡 보호 기구에 표시기가 사용될 수 있다. 예를 들어, 표시기는 또한 단일 카트리지 호흡 기구 또는 동력식 공기 정화용 호흡 기구에 활용될 수 있다. 각각의 카트리지(103)의 측벽(106)은 하나 이상의 투명한 관찰 포트(107; port)를 포함할 수 있으며, 그를 통해 어레이(1)의 감지 요소(2)를 볼 수 있다. 또는, 카트리지(103)의 전체, 또는 측벽(106)의 전체가 투명할 수 있다 (예를 들어, 광학적으로 투명한 플라스틱 재료로 구성될 수 있다).

[0076] 도 7은 호흡 기구 카트리지(103)의 측면면도이다. 원한다면, 개구(105)는, 예를 들어, 사용 전에 제거되는 제거가능한 커버 (도 6 및 도7에는 도시되지 않음)를 사용하여, 사용 시까지 밀봉될 수 있다. 흡수 재료(121)의 베드는 개구(105)로부터 유출구(123)로 통과하는 하나 이상의 관심 분석물 (예를 들어, 유기 증기)의 적어도 일부를 흡수하거나 흡착한다. 포트(127) 상에 장착된 일방향 흡기 밸브(125)는 호기된 공기가 카트리지(103)로 들어가는 것을 방지한다. 나사식 또는 바람직하게는 베이오넷형(bayoneted) 커넥터 또는 커넥터들(129)이 카트리지(103)를 마스크(102)에 제거가능하게 결합시키는 데 사용될 수 있다. 측벽(106)은 상기에 언급된 바와 같이 하나 이상의 투명한 관찰 포트(107)를 포함할 수 있다. 관찰 포트(107)는 측벽(106)의 광학적으로 투명한 부분으로 구성될 수 있거나, 또는 관찰 포트(107)는 포트(107)를 폐쇄하는 방식(예를 들어, 감지 요소(2)의 기재(210)가 폐쇄형 장벽으로서 역할을 함)으로 하나 이상의 감지 요소(2)가 장착되어 있는 측벽(106)의 개구로 구성될 수 있다. 포트(107)는 광 (예를 들어, 주변 광)이 감지 요소(2)에 닿을 수 있게 하고 그로부터 반사된 광이 카트리지(103)에서 나오는 것을 가능하게 한다. 원한다면, 제거가능하거나 교체가능한 쉴드(shield) 또는 다른 커버링(covering) (도 7에는 도시하지 않음)이 선택적으로 사용되어 포트(107)를 페인트 또는 폼 오버스프레이(foam overspray), 먼지, 또는 다른 차폐물(obscuration)로부터 보호할 수 있다. 일부 용도에서, 적어도 하나의 감지 요소(2)의 외관의 시각적으로 식별가능한 변화 (예를 들어, 외관의 변화)가, 카트리지(103)를 교체할 필요성을 나타내는 일정 수준의 분석물이 (흡수 재료(121)의 하류의) 기류에 존재함 (예를 들어, 흡수 재료(121)가 노출 조건에서 분석물과 평형을 이루었음)을 나타내는 경우 카트리지(103)는 제거되고 새로운 카트리지(103)로 교체될 것이다. 흡수 재료(121)를 통과하고 있는 또는 통과한 기류 중 분석물의 농도를 적절히 보고하도록 감지 요소가 위치되기만 한다면, 감지 요소(2)는 임의의 적합한 구성으로 카트리지(103) 내에 그리고 흡수 재료(121)에 대하여 배치될 수 있다. 일부 실시 형태에서, 도 1에 도시된 일반적인 유형의 감지 요소(2)가 바람직할 수 있다 (예를 들어, 분석물-투과성 반사 층(240)을 사용함). 그러한 경우에, 감지 요소(2)는 (카트리지(103) 내의 기류 중 분석물이 감지 요소(2)를 쉽게 투과할 수 있도록) 분석물-투과성 반사 층(240)이 카트리지(103)의 내부를 향해 내향하도록 그리고 (광학적으로 투명한) 기재(210)가 외향하도록 배치되어 (예를 들어, 투명한 관찰 포트(107)를 포함하는 광학적으로 투명한 재료에 인접하거나 그와 접촉하여 배치되어) 감지 요소(2)가 광학적으로 조사될 수 있다. 일부 실시 형태에서, 감지 요소(2)는 그 평면이 카트리지(103)를 통과하는 기류 경로에 대체로 평행하도록 그리고 선택적으로 그 길이가 기류 경로의 전체 길이에 연장하도록 배향될 수 있어서, 감지 요소(2) 내에서 볼 수 있는 외관 변화 (예를 들어, 색상 변화) "선단"(front)이 흡수 재료(121)를 통과하는 분석물의 유동과 함께 진행할 수 있다. 다른 구성이 가능하다. 예를 들어, 감지 요소(2)는 유동 경로의 끝(예를 들어, 흡수 재료(121)의 하류)을 향해 배치될 수 있다.

[0077] 어레이(1)의 감지 요소(2)는 임의의 적합한 방법 또는 장치에 의해서 카트리지(103) 상의 제자리에 (예를 들어, 카트리지(103)의 내부 안에) 유지될 수 있다. 예를 들어, 각각의 개별 감지 요소(2)는 흡수 재료(121)에 의해 가해지는 압력에 의해서 제자리에 (예를 들어, 측벽(106)의 투명한 관찰 포트(107)의 내부 표면에 대항하여) 유지될 수 있다. 그렇지 않으면, 감지 요소(2)는 나사, 못, 클램프, 클립, 브래킷, 후크 및 루프 커넥터 등과 같은 하나 이상의 기계적 부착 장치를 통해 (측벽(106)에 또는 카트리지(103)의 일부 다른 부분에) 부착될 수 있다. 또는, 센서(99)는 용매 용접, 초음파 용접, 액체 접착제 (예를 들어, 방사선-경화 접착제, 시아노아크릴레이트, 에폭시 등)에 의해서 부착될 수 있다. 성형된 슬롯, 하우징, 또는 다른 지지 구조체가 카트리지(103) 내에 제공되어 감지 요소(2)를 고정할 수 있다.

[0078] 일부 실시 형태에서, 감지 요소(2)는 광학적으로 투명한 양면 감압 접착제에 의해 제자리에 유지될 수 있다. 특정 실시 형태에서, 그러한 접착제는 (예를 들어, 광학적으로 투명한 기재(210)와 접촉하는) 감지 요소(2)의 적어도 일부분과 투명한 관찰 포트(107)의 적어도 일부분 사이에 층으로서 제공될 수 있다. 그러한 경우에, 감지 요소(2)의 광학적 조사는 투명한 관찰 포트(107), 광학적으로 투명한 접착제, 및 광학적으로 투명한 기재(210)를 투과하는 광을 통해 일어난다. 일부 실시 형태에서, 광학적으로 투명한 기재(210)보다 상당히 더 두꺼

을 수 있으며 투명한 관찰 포트(107)의 일부분에 인접하여 위치되고/위치되거나 그에 부착될 수 있는 광학적으로 투명한 캐리어 (예를 들어, 유리, 투명한 플라스틱 등의 섹션) 상에 하나 이상의 감지 요소가 제공될 수 있다 (예를 들어, 그에 라미네이팅될 수 있다).

[0079] 어레이(1)의 감지 요소(2)는 서로 근접하여 배열될 수 있거나, 또는 (예를 들어, 상이한 관찰 포트(107)를 통해 관찰되는, 카트리지(103)의 상이한 측벽(106) 상에) 떨어져 있을 수 있다. 감지 요소(2)는 원한다면 격자 등으로 선형으로 배열될 수 있다. 원한다면, 감지 요소(2)는 사용자가 감지 요소들 사이의 외관의 변화를 지각하는 능력을 증대시키도록 배열될 수 있다 (예를 들어, 감지 요소는 근접하여 나란히 놓일 수 있음, 하나의 감지 요소가 다른 감지 요소를 둘러쌀 수 있음 등등).

[0080] 본 명세서에 개시된 감지 요소 및/또는 어레이를 호흡 기구 카트리지에 포함시키는 데 사용될 수 있는 방법 및 장치의 추가적인 상세 사항은 공개류중인 미국 특허 출원 제xx/xxxxxx호, 문서 번호 65372US002 (발명의 명칭이 '마스킹 수명 표시기를 위한 커버를 갖는 필터 카트리지'(FILTER CARTRIDGE HAVING COVER FOR MASKING SERVICE LIFE INDICATOR)임); 미국 특허 출원 제xx/xxxxxx호, 문서 번호 65373US002 (발명의 명칭이 '수명 종료 표시기를 위한 위치 등록 관찰창을 갖는 필터 카트리지(FILTER CARTRIDGE HAVING LOCATION-REGISTERD VIEW WINDOW FOR END-OF- SERVICE-LIFE INDICATOR)임); 및 미국 특허 출원 제xx/xxxxxx호, 문서 번호 65374US002 (발명의 명칭이 '수명 종료 표시기(ESLI)를 위한 원추의 가시성을 갖는 필터 카트리지'(Filter Cartridge having Cone of Visibility for End-of-Service-Life-Indicator (ESLI))임)에서 논의되며; 이들은 모두 본 출원과 동일자로 출원되었고, 전체적으로 본 명세서에 참고로 포함된다.

[0081] 다른 실시 형태에서, 어레이(1)가 사용될 수 있는 개인용 호흡 기구(101)는, 감지 요소(2)를 포함하는 어레이(1)를 포함하도록 변형된 (예를 들어, 미국 특허 제6,234,171호에 도시된, 예를 들어, 일반적인 유형의) 일회용 마스크를 포함한다. 그러한 실시 형태에서, 마스크는 대체로 컵 형상인 셸 또는 흡수 재료의 층을 포함하는 호흡 기구 본체를 가질 수 있다. 마스크는 (흡수 재료의 하부에 있는) 감지 요소(2)를 관찰할 수 있는 투명한 관찰 포트를 포함할 수 있다. 그러한 호흡 기구의 구성과 관련된 추가의 상세 사항은 본 기술 분야의 숙련자에게 친숙할 것이다.

[0082] 감지 요소(2)를 포함하는 어레이(1)는 또한 개인용 모니터 및/또는 구역 모니터, 예를 들어, 이러한 목적으로 본 명세서에 참고로 포함된 미국 가특허 출원 제61/148228호에 논의된 것들에 사용될 수 있다.

[0083] 실시예

[0084] 이들 실시예에 사용된 모든 시약 및 재료는 달리 언급되지 않는다면 미국 미주리주 세인트 루이스 소재의 시그마-알드리치(Sigma-Aldrich)로부터 입수하였다.

[0085] TFTN-PIM 1의 제조:

[0086] 2.0 L 3구 둥근 바닥 플라스크에서, 33.4357 g의 3,3,3',3' -테트라메틸-1,1' -스피로비스인단-5,5',6,6' -테트라올(테트롤) 및 19.8016 g의 테트라플루오로테레프탈로니트릴 (TFTN)을 900 ml의 무수 N,N-다이메틸 포름아미드 (DMF)에 용해시켰다. 용액을 기계적 교반기로 교반하고, 1시간 동안 용액을 통해 질소를 버블링하였다. 이 용액에 81.4491 g의 탄산칼륨 (미국 뉴저지주 김스타운 소재의 이엠디 케미칼스(EMD Chemicals))을 첨가하였다. 플라스크를 68°C의 오일조에 넣었다. 65시간 동안 질소 분위기 하에 이러한 승온에서 혼합물을 교반하였다. 중합 혼합물을 9.0 L의 물에 부었다. 형성된 침전물을 진공 여과에 의해 단리하고 600 ml의 MeOH (미국 펜실베이니아주 웨스트 체스터 소재의 브이더블유알(VWR))로 세척하였다. 단리된 물질을 팬에 펼쳐놓고 하룻밤 공기 건조되게 하였다. 고체를 병에 넣고 진공 하에 68°C에서 4시간 동안 건조하였다. 생성된 황색 분말을 450 ml의 THF (EMD)에 용해시켰다. 이 용액을 9.0 L의 메탄올에 천천히 부었다. 형성된 침전물을 진공 여과에 의해 단리하였다. 단리된 물질을 팬에 펼쳐놓고 하룻밤 공기 건조되게 하였다. 고체를 병에 넣고 진공 하에 68°C에서 4시간 동안 건조하였다. 메탄올에서의 침전을 한번 더 수행하였다. 생성된, 건조된 밝은 황색 중합체를 칭량하였고 42.80 g이었다. 광산란 검출을 사용한 GPC에 의한 중합체 분석은 물질의 M_n 이 대략 30,900임을 나타내었다.

[0087] TFTN-PIM 2의 제조:

[0088] 2.0 L 3구 둥근 바닥 플라스크에서, 33.4365 g의 테트롤 및 19.8011 g의 TFTN을 900 ml의 무수 DMF에 용해시켰다. 용액을 기계적 교반기로 교반하고, 1시간 동안 용액을 통해 질소를 버블링하였다. 이 용액에 81.4480 g의 탄산칼륨을 첨가하였다. 플라스크를 68°C의 오일조에 넣었다. 67.5시간 동안 질소 분위기 하에 이러한 승온에

서 혼합물을 교반하였다. 중합 혼합물을 9.0 L의 물에 부었다. 형성된 침전물을 진공 여과에 의해 단리하고 600 ml의 MeOH로 세척하였다. 단리된 물질을 팬에 펼쳐놓고 하룻밤 공기 건조되게 하였다. 고체를 병에 넣고 진공 하에 68℃에서 4시간 동안 건조하였다. 생성된 황색 분말을 450 ml의 THF에 용해시켰다. 이 용액을 9.0 L의 메탄올에 천천히 부었다. 형성된 침전물을 진공 여과에 의해 단리하였다. 단리된 물질을 팬에 펼쳐놓고 하룻밤 공기 건조되게 하였다. 고체를 병에 넣고 진공 하에 68℃에서 4시간 동안 건조하였다. 메탄올에서의 침전을 한번 더 수행하였다. 생성된, 건조된 밝은 황색 중합체를 칭량하였고 43.22 g이었다. 광산란 검출을 사용한 GPC에 의한 중합체 분석은 물질의 M_n 이 대략 35,800임을 나타내었다.

[0089] TFTN-PIM 3의 제조:

[0090] 2.0 L 3구 둥근 바닥 플라스크에서, 33.4366 g의 3,3,3',3' -테트라메틸-1,1' -스피로비스인단-5,5' ,6,6' -테트랄(테트랄) 및 19.8008 g의 테트라플루오로테레프탈로니트릴 (TFTN)을 900 ml의 무수 N,N-다이메틸 포름아미드 (DMF)에 용해시켰다. 용액을 기계적 교반기로 교반하고, 1시간 동안 용액을 통해 질소를 버블링하였다. 이 용액에 81.4480 g의 탄산칼륨 (미국 뉴저지주 깁스타운 소재의 이엠티 케미칼스(EMD Chemicals))을 첨가하였다. 플라스크를 68℃의 오일조에 넣었다. 67.5시간 동안 질소 분위기 하에 이러한 승온에서 혼합물을 교반하였다. 중합 혼합물을 9.0 L의 물에 부었다. 형성된 침전물을 진공 여과에 의해 단리하고 600 ml의 MeOH (미국 펜실베이니아주 웨스트 웨스터 소재의 브리더블유알(VWR))로 세척하였다. 단리된 물질을 팬에 펼쳐놓고 하룻밤 공기 건조되게 하였다. 고체를 병에 넣고 진공 하에 68℃에서 4시간 동안 건조하였다. 생성된 황색 분말을 450 ml의 THF (EMD)에 용해시켰다. 이 용액을 9.0 L의 메탄올에 천천히 부었다. 형성된 침전물을 진공 여과에 의해 단리하였다. 단리된 물질을 팬에 펼쳐놓고 하룻밤 공기 건조되게 하였다. 고체를 병에 넣고 진공 하에 68℃에서 4시간 동안 건조하였다. 메탄올에서의 침전을 한번 더 수행하였다. 생성된, 건조된 밝은 황색 중합체를 칭량하였고 42.90 g이었다. 광산란 검출을 사용한 GPC에 의한 중합체 분석은 물질의 M_n 이 대략 40,000임을 나타내었다.

[0091] 샘플 1의 제조:

[0092] 10 nm 두께 Ni 금속 층을 멜리넥스(Melinex) ST505 (듀폰 테이진(Dupont Teijin)) 투명 폴리에틸렌 테레프탈레이트 (PET) 상에 증발에 의해 침착하여, 금속화된 PET 기재를 제조하였다. 클로로벤젠 (미국 메사추세츠주 워드 힐 소재의 알파 에이사(Alfa Aesar)) 중 TFTN-PIM 1의 4 중량% 용액을 제조하고, Ni-코팅된 PET 상에 슬롯 다이 코팅에 의해 대략 600 nm의 두께로 침착하였다. 150 g의 1-메톡시-2-프로판올 (미국 미시간주 미들랜드 소재의 다우 케미칼(Dow Chemical))로 희석된 100 g의 스텝 나노실버 현탁액 (한국 소재의 어드밴스드 나노프로덕츠(Advanced Nanoproducts)로부터의 DGP-40LT-15C, 40 중량% 은)을 사용하여, 은 나노입자 층을 슬롯 다이 코팅에 의해 TFTN-PIM 층 상에 침착하였다. 침착 후에, 전체 센서 구조물을 150℃에서 1시간 동안 가열하여 은 나노입자를 소결시켰다.

[0093] 샘플 2의 제조:

[0094] 샘플 1의 제조에 기재된 바와 같이 Ni-코팅된 PET 기재를 제조하였다. 니트로메탄 (EMD) 중 폴리(메타크릴로니트릴) (PMAN) (미국 뉴욕주 온타리오 소재의 사이언티픽 폴리머 프로덕츠, 인크(Scientific Polymer Products, Inc.), 대략 20,000의 M_n)의 6 중량% 용액을 제조하고, 이 용액을 미국 펜실베이니아주 노스 웨일스 소재의 로렐 테크놀로지스, 코포레이션(Laurell Technologies, Corp.)에서 제조된 WS-400B-8NPP-라이트 싱글 웨이퍼 (Lite Single Wafer) 스피ن 프로세서를 사용하여 2분 동안 2100 rpm에서 스피ن 코팅에 의해 Ni-PET 기재 상에 코팅하였다. 클로로벤젠 중 TFTN-PIM 2의 2 중량% 용액을 제조하고 1500 rpm에서 스피ن 코팅에 의해 PMAN 층의 상부에 코팅하였다. 0.5 g 양의, 샘플 1의 제조에 기재된 구매가능한 은 나노입자 현탁액을 1 ml의 메탄올로 희석하였다. 이러한 은 나노입자 현탁액을 1000 rpm에서 스피ن 코팅에 의해 TFTN-PIM 층의 상부에 코팅하였다. 침착 후에, 전체 센서 구조물을 150℃에서 1시간 동안 가열하여 은 나노입자를 소결시켰다. PMAN/TFTN-PIM의 전체 두께는 대략 600 nm였는데, TFTN-PIM 층이 대략 100 nm 두께였다.

[0095] 샘플 3의 제조:

[0096] 샘플 1의 제조에 기재된 바와 같이 Ni-코팅된 PET 기재를 제조하였다. 사이클로헥산은 (EMD) 중 PMAN의 6 중량% 용액을 제조하고, 이 용액을 1100 rpm에서 스피ن 코팅에 의해 Ni-PET 기재 상에 코팅하였다. 클로로벤젠 중 TFTN-PIM 2의 3 중량% 용액을 제조하고 1500 rpm에서 스피ن 코팅에 의해 PMAN 층의 상부에 코팅하였다. 0.5 g 양의, 샘플 1의 제조에 기재된 구매가능한 은 나노입자 현탁액을 1 ml의 메탄올로 희석하였다. 이러한 은 나노입자 현탁액을 1000 rpm에서 스피ن 코팅에 의해 TFTN-PIM 층의 상부에 코팅하였다. 침착 후에, 전체 센서 구조물을 150℃에서 1시간 동안 가열하여 은 나노입자를 소결시켰다. PMAN/TFTN-PIM의 전체 두께는 대략 600 nm였는데,

데, TFTN-PIM 층이 대략 200 nm 두께였다.

[0097] 샘플 4의 제조:

[0098] 샘플 1의 제조에 기재된 바와 같이 Ni-코팅된 PET 기재를 제조하였다. 사이클로헥산은 중 PMAN의 6 중량% 용액을 제조하고, 이 용액을 1500 rpm에서 스핀 코팅에 의해 Ni-PET 기재 상에 코팅하였다. 클로로벤젠 중 TFTN-PIM 2의 4 중량% 용액을 제조하고 3000 rpm에서 스핀 코팅에 의해 PMAN 층의 상부에 코팅하였다. 0.5 g 양의, 샘플 1의 제조에 기재된 구매가능한 은 나노입자 현탁액을 1 ml의 메탄올로 희석하였다. 이러한 은 나노입자 현탁액을 1000 rpm에서 스핀 코팅에 의해 TFTN-PIM 층의 상부에 코팅하였다. 침착 후에, 전체 센서 구조물을 150°C에서 1시간 동안 가열하여 은 나노입자를 소결시켰다. PMAN/TFTN-PIM의 전체 두께는 대략 600 nm였는데, TFTN-PIM 층이 대략 250 nm 두께였다.

[0099] 샘플 5의 제조:

[0100] 샘플 1의 제조에 기재된 바와 같이 Ni-코팅된 PET 기재를 제조하였다. 사이클로헥산은 중 PMAN의 6 중량% 용액을 제조하고, 이 용액을 1900 rpm에서 스핀 코팅에 의해 Ni-PET 기재 상에 코팅하였다. 클로로벤젠 중 TFTN-PIM 2의 4 중량% 용액을 제조하고 2000 rpm에서 스핀 코팅에 의해 PMAN 층의 상부에 스핀 코팅하였다. 0.5 g 양의, 샘플 1의 제조에 기재된 구매가능한 은 나노입자 현탁액을 1 ml의 메탄올로 희석하였다. 이러한 은 나노입자 현탁액을 1000 rpm에서 스핀 코팅에 의해 TFTN-PIM 층의 상부에 코팅하였다. 침착 후에, 전체 센서 구조물을 150°C에서 1시간 동안 가열하여 은 나노입자를 소결시켰다. PMAN/TFTN-PIM의 전체 두께는 대략 600 nm였는데, TFTN-PIM 층이 대략 300 nm 두께였다.

[0101] 샘플 6의 제조:

[0102] 샘플 1의 제조에 기재된 바와 같이 Ni-코팅된 PET 기재를 제조하였다. 사이클로헥산은 중 폴리(비닐리덴 클로라이드-코-아크릴로니트릴-코-메틸 메타크릴레이트) (시그마-알드리치, M_w 약 13,000, M_n 약 84,000) (PVnCl)의 10 중량% 용액을 제조하고, 이 용액을 1500 rpm에서 스핀 코팅에 의해 Ni-PET 기재 상에 코팅하였다. SiO_x 의 500 옹스트롬 층을 PVnCl 층의 상부에 증발에 의해 침착하였다. 클로로벤젠 중 TFTN-PIM 2의 4 중량% 용액을 제조하고 3000 rpm에서 스핀 코팅에 의해 SiO_x 층의 상부에 코팅하였다. 0.5 g 양의, 샘플 1의 제조에 기재된 구매가능한 은 나노입자 현탁액을 1 ml의 메탄올로 희석하였다. 이러한 은 나노입자 현탁액을 1000 rpm에서 스핀 코팅에 의해 TFTN-PIM 층의 상부에 코팅하였다. 침착 후에, 전체 센서 구조물을 150°C에서 1시간 동안 가열하여 은 나노입자를 소결시켰다. PVnCl/ SiO_x /TFTN-PIM의 전체 두께는 대략 600 nm였는데, TFTN-PIM 층이 대략 250 nm 두께였다.

[0103] 샘플 7의 제조:

[0104] 샘플 1의 제조에 기재된 바와 같이 Ni-코팅된 PET 기재를 제조하였다. 톨루엔 중 폴리스티렌 (시그마-알드리치, M_w 약 280,000) (PSt)의 7 중량% 용액을 제조하고, 이 용액을 2500 rpm에서 스핀 코팅에 의해 Ni-PET 기재 상에 코팅하였다. 샘플을 살균등 아래에 놓고 18시간 동안 방사하였다. 클로로벤젠 중 TFTN-PIM 2의 4 중량% 용액을 제조하고, 3000 rpm에서 스핀 코팅에 의해, 가교결합된 PSt 층의 상부에 코팅하였다. 0.5 g 양의, 샘플 1의 제조에 기재된 구매가능한 은 나노입자 현탁액을 1 ml의 메탄올로 희석하였다. 이러한 은 나노입자 현탁액을 1000 rpm에서 스핀 코팅에 의해 TFTN-PIM 층의 상부에 코팅하였다. 침착 후에, 전체 센서 구조물을 150°C에서 1시간 동안 가열하여 은 나노입자를 소결시켰다. PSt/TFTN-PIM의 전체 두께는 대략 600 nm였는데 TFTN-PIM 층이 대략 250 nm 두께였다.

[0105] 샘플 8의 제조:

[0106] 샘플 1의 제조에 기재된 바와 같이 Ni-코팅된 PET 기재를 제조하였다. TFTN-PIM-3 중합체를 4% 농도로 클로로벤젠 중에 용해시킨 다음, 샘플 1에 대해 기재된 바와 같이 금속화된 PET 상에 침착하였다. 그 다음, 샘플 1에 대해 기재된 바와 같이, 은 나노입자 층을 TFTN-PIM-3 층 상에 침착하였다.

[0107] 샘플 9의 제조:

[0108] 샘플 4의 제조에서 상기에 기재된 바와 같이 샘플을 제조하였다.

[0109] 시험 분석물에 대한 샘플 1 내지 샘플 7의 반응

[0110] 단순 관류 맞춤 제작 전달 시스템(simple flow-through custom built delivery system)을 사용하여 측정을 위

한 감지 요소에 기지의 농도의 시험 분석물 (스티렌)을 전달하였다. 테플론 배관이 전달 시스템 전체에 사용되었다. 액체 스티렌 (알파 에이사, 99%, 제품 번호 A18481)을 하버드 애퍼래터스(Harvard Apparatus) 시린지 펌프를 통해 명시된 유량으로 가열된 압반 상으로 전달하였다. 압반을 500 ml 둥근 바닥 플라스크 내에 위치시켰고, 그를 통해 20 L/min 건조 공기 (상대 습도 약 5% 미만) 흐름을 유지하였다. 기체 스트림 중 스티렌의 농도를 적외선 분광계(미국 매사추세츠주 윌쌈 소재의 써모일렉트론(ThermoElectron)으로부터 명칭 미란사파이어(Miran Sapphire)로 입수가가능함)를 사용하여 보정하였다. 기체 스티렌 스트림을 감지 요소 샘플이 들어있는 (실온으로 유지된) 샘플 챔버 내로 도입하였다.

[0111] 이러한 방식으로, 다양한 개별 감지 요소 샘플을, 50 내지 1300 ppm의 농도 범위로 스티렌을 함유하는 기체 스트림에 순차적으로 노출시켰다. 특정 농도의 스티렌에 대한 각각의 샘플의 노출 길이는 전형적으로 대략 50 내지 60분이었다. 노출 동안, 광원으로서의 LS-1 텅스텐-할로젠 램프, 및 광섬유 반사 프로브와 함께 사용한 분광계 (오션 옵틱스(Ocean Optics)로부터 상표명 USB 2000으로 입수가가능)를 통해 샘플을 광학적으로 조사하였고, 파장 스펙트럼 (예를 들어, 도 3에 나타난 것과 유사함)을 기록하였다. 각각의 노출 수준에 대해, (분석물 부재 시의 초기 피크 위치에 대한) 파장 이동 (피크 (전형적으로 대략 570 nm 파장에서 최대치를 갖는 피크)의 나노미터 단위의 이동으로서 측정됨)을 기록하였다. 샘플 1 내지 샘플 7에 대한 이러한 시험의 결과를 도 5에 플랫폼한다.

[0112] 시험 분석물에 노출 전, 유사한 시야각에서 관찰 시, 개개의 샘플 1 내지 샘플 7이 모두 유사한 초기 외관 (녹색 색상)을 나타내었다. 이러한 샘플에서 일반적으로, 약 25 nm의 (상기에서 측정된 것과 같은) 파장 이동은, 녹색으로부터 적색으로의 감지 요소의 외관의 시각적으로 관찰가능한 변화와 관련이 있었다. 따라서, 샘플 1은 대략 20 ppm, 샘플 5는 대략 50 ppm, 샘플 4는 대략 80 ppm, 샘플 3은 약 300 ppm, 및 샘플 2는 약 800 ppm의 스티렌을 포함하는 대기에 노출 시, 녹색으로부터 적색으로 변화할 것으로 예상할 수 있었다.

[0113] 약 400 nm 내지 약 800 nm의 (광학 반응성 층(230)의) 전체 두께를 포함하는 이러한 유형의 예시적인 감지 요소에서 일반적으로, 본 발명자들은 대략 80 nm의 파장 이동이 랩어라운드와 관련됨을 알아내었다 (예를 들어, 감지 요소가 적색 색상으로부터, 분석물의 부재 시 샘플에 의해 초기에 나타나는 것과 유사한 녹색 색상으로 다시 변화함). 따라서, 샘플 1 (광학 반응성 층이 오직 대략 600 nm 두께의 고도의 분석물-반응성 (PIM) 층으로만 구성되며, 최소의 분석물-반응성 층이 존재하지 않음)은 대략 100 ppm 스티렌을 포함하는 대기에 노출 시 랩어라운드를 나타낼 것으로 예상할 수 있었다. 명백하게는, 비교적 높은 수준의 스티렌에 노출될 때조차, 샘플 2 내지 샘플 7 (모두가 약 300 nm 이하 두께의 PIMS 층을 포함하였고, 각각은 광학 반응성 층의 전체 두께를 대략 600 nm로 만드는 두께의 최소의 분석물-반응성 층을 포함하였음) 중 어느 것도 (랩어라운드를 야기할 것으로 예상할 수 있는) 80 nm의 파장 이동을 나타내지 않았다. 예를 들어, 1300 ppm의 스티렌에 노출된 샘플 4조차도 80 nm 역치에 도달하지 않았다.

[0114] 시험 분석물에 대한 샘플 8 및 샘플 9의 반응

[0115] 샘플 8 및 샘플 9를, 도 6에 도시된 일반적인 유형의 것이며 투명 플라스틱으로 제조된 여과 카트리지의 내부 측벽에 3M 8172 (투명) 광학 접착제를 사용하여 접착하였다. (분석물-투과성) 은 나노입자 층이 카트리지의 내부를 향하였다. 이어서, 카트리지를 45.8 g의 활성탄 (쿠라레이(Kuraray)로부터 상표명 GG 12X20으로 입수가가능) 흡수제로 충전하였다. 이들 샘플을 그 길이가 흡수 재료의 베드의 가장자리(edge)에서 흡수 재료를 통과하는 공기 유동 방향에 평행하도록 배향하였다. 이어서, 카트리지를 밀봉하고, 32 리터/분의 유량으로 건조한 실내 공기 (상대 습도 약 5% 미만) 중 1000 PPM 스티렌 (미국 정부 산업 위생 협의회(American Conference of Governmental Industrial Hygienists)에 의해 확립된 스티렌의 허용 한계값(TLV(Threshold Limit Value); 20 PPM)의 50배임)에 노출시켰다. 주변 조명 하에서, 자베코(Zarbeco) 카메라 (MiScope-MP)를 사용하여, 카트리지의 투명 플라스틱 측벽을 통해, 그리고 투명 접착제를 통해 감지 요소를 감시하였다. 증기가 로딩된 공기의 유동 전에, 감지 요소 둘 모두는 녹색 외관을 가졌다. 153분의 노출 후에, 샘플 8은 적색과 녹색의 혼합을 나타내었고 ((공기 흐름에 대해) 샘플의 상류 부분에서는 녹색이 우세함), 반면 샘플 9의 상류 부분은 적색이 우세하였고 샘플 9의 하류 부분은 녹색이 우세하였다. 따라서, 샘플 9는 (흡수 재료가 분석물에 의해 점진적으로 포화될 때) 카트리지를 통과하여 지나가는 분석물 "선단"에 대한 반응을 나타낸 반면, 샘플 8은 적어도 일부의 (즉, 국소화된) 랩어라운드를 나타내었을 수 있다. 228분의 노출 후에, 샘플 8은 균일한 녹색 외관으로 되돌아갔고 (즉, 완전한 랩어라운드를 겪음), 반면에 샘플 9는 이제 균일한 적색 외관을 나타내었다 (즉, 랩어라운드를 겪지 않음).

[0116] 전술한 시험 및 시험 결과들은 예언적이라기보다는 단지 예시하고자 한 것이며, 시험 절차에서의 변화는 상이한

결과를 발생시키는 것으로 예상될 수 있다. 실시예 섹션에서의 모든 정량적 값들은 사용된 절차에 수반된 일반적으로 알려진 허용오차의 측면에서 근사치로 이해된다. 기술한 상세한 설명 및 실시예들은 단지 명확한 이해를 위하여 제공된 것이다. 이로부터의 제한은 불필요하다는 것을 이해하여야 한다.

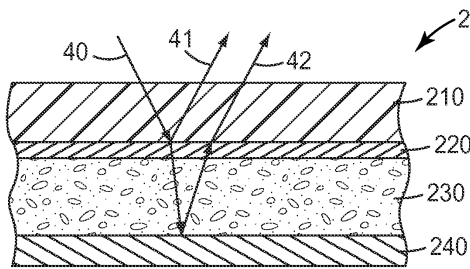
[0117] 본 명세서에 개시된 예시적인 특정 구조, 특징, 상세 사항, 구성 등이 다수의 실시 형태에서 변형 및/또는 조합될 수 있음이 당업자에게 명백할 것이다. 그러한 모든 변형 및 조합은 본 발명자에 의해 본 발명의 범위 내에 있는 것으로 고려된다. 따라서, 본 발명의 범주는 본 명세서에 설명된 예시적인 특정 구성이 아니라, 오히려 특허청구범위의 언어로 설명되는 구성 및 이들 구성의 등가물에 의해 한정되어야 한다. 본 명세서와 본 명세서에 참고로 포함되는 임의의 문헌의 개시 내용 간에 상충 또는 모순이 있는 경우에는, 본 명세서가 우선할 것이다.

부호의 설명

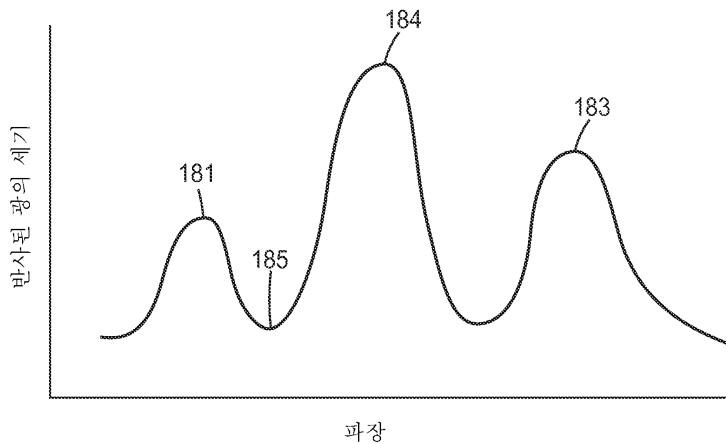
- [0118] 1: 어레이
- 2': 제1 감지 요소
- 2'': 제2 감지 요소
- 230: 광학 반응성 층

도면

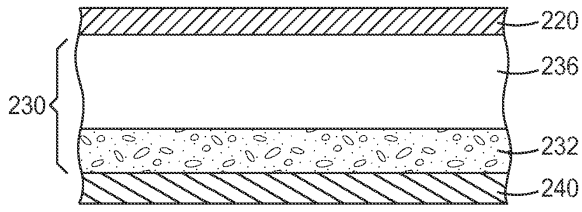
도면1



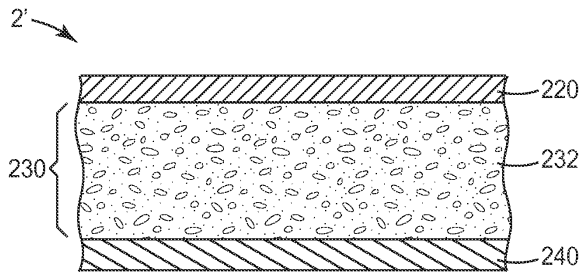
도면2



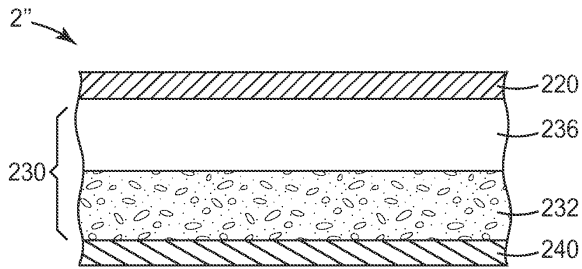
도면3



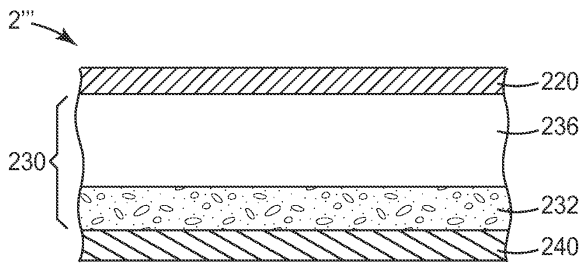
도면4a



도면4b



도면4c

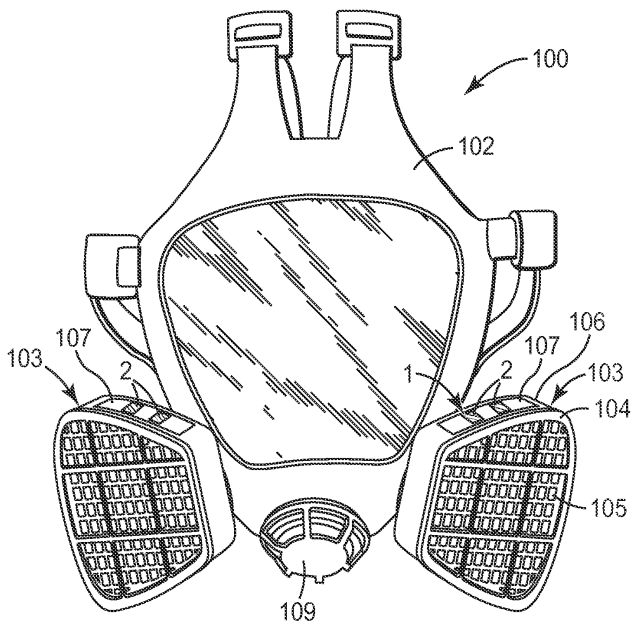


도면5

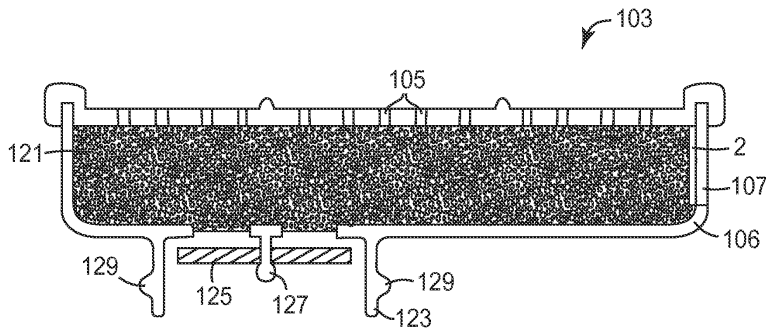
분석물 농도	제1 센서(2')	제2 센서(2'')
없음		
저농도		
중농도		
고농도		

= 상태 1 = 상태 2

도면6



도면7



도면8

