

(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)(11) 공개번호 10-2024-0100630
(43) 공개일자 2024년07월02일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
G01Q 60/60 (2010.01) C23C 14/22 (2006.01)
G01N 27/30 (2006.01)
(52) CPC특허분류
G01Q 60/60 (2013.01)
C23C 14/221 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2022-0182462
(22) 출원일자 2022년12월23일
심사청구일자 2022년12월23일

(71) 출원인
동아대학교 산학협력단
부산광역시 사하구 낙동대로550번길 37, 동아대학교 내 (하단동)
(72) 발명자
김정한
경상남도 창원시 성산구 토월로27번길 18, 107동 1003호
이효중
부산광역시 해운대구 해운대로 428, 110동 404호
신한균
경상남도 창원시 의창구 명지로10번길 6
(74) 대리인
전용철

전체 청구항 수 : 총 8 항

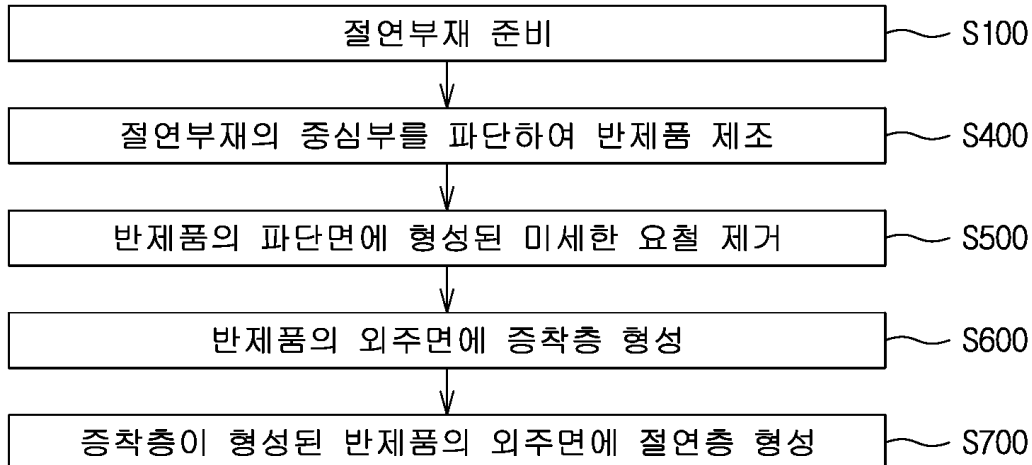
(54) 발명의 명칭 전기화학적 분석을 위한 전극의 제조방법

(57) 요약

본 발명은 전기화학적 분석을 위한 전극의 제조방법에 관한 것이다.

이러한 본 발명의 일면에 따른 전기화학적 분석을 위한 전극의 제조방법은 절연부재를 준비하는 단계; 상기 절연부재에 열과 외력을 인가하여 상기 절연부재와 상기 전도성와이어를 연신시켜 네킹이 형성되도록 하고, 상기 네킹이 형성된 부분의 파단이 이루어지도록 하여 반제품을 제조하는 단계; 및 전구체 가스 분위기 하에서 상기 반제품의 외주면에 집속이온빔을 조사하여 적어도 하나의 증착층을 형성하는 단계;를 포함하는 것을 기술적 요지로 한다.

대표도 - 도1



(52) CPC특허분류

G01N 27/30 (2013.01)

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호	1711157124
과제번호	(2022)ERIC06_01
부처명	과학기술정보통신부
과제관리(전문)기관명	(재)과학기술일자리진흥원
연구사업명	미래선도 연구장비 핵심기술 개발사업
연구과제명	[1단계1차년도]전기화학응용 이차원 나노소재 분석용 주사전기 화학현미경 핵심기술 개발
기 여 율	1/1
과제수행기관명	동아대학교 산학협력단
연구기간	2022.04.01 ~ 2022.12.31

명세서

청구범위

청구항 1

절연부재를 준비하는 단계;

상기 절연부재에 열과 외력을 인가하여 상기 절연부재를 연신시켜 네킹이 형성되도록 하고, 상기 네킹이 형성된 부분의 파단이 이루어지도록 하여 반제품을 제조하는 단계; 및

전구체 가스 분위기 하에서 상기 반제품의 외주면에 집속이온빔을 조사하여 적어도 하나의 증착층을 형성하는 단계;를 포함하는 것

인 전기화학적 분석을 위한 전극의 제조방법.

청구항 2

제 1항에 있어서,

상기 증착층을 형성하는 단계는

상기 반제품의 외주면 소정 영역으로부터 기설정된 거리 이내에 전도성부재를 접촉한 상태에서 상기 반제품의 외주면 소정 영역에 집속이온빔을 조사하는 것

인 전기화학적 분석을 위한 전극의 제조방법.

청구항 3

제 1항에 있어서,

상기 증착층을 형성하는 단계는

챔버와, 상기 챔버 내부에 전구체 가스 분위기로 치환하는 가스 주입 시스템과, 옴니프로브를 구비하는 집속이온빔 장치를 이용해 상기 반제품의 외주면에 집속이온빔을 조사하되, 상기 옴니프로브인 전도성부재를 접촉한 상태에서 상기 반제품의 외주면에 집속이온빔을 조사하는 것

인 전기화학적 분석을 위한 전극의 제조방법.

청구항 4

제 1항에 있어서, 상기 증착층을 형성하는 단계 이후에 있어서,

상기 증착층이 형성된 상기 반제품의 외면에 절연층을 증착하여 형성하는 단계;를 더 포함하는 것

인 전기화학적 분석을 위한 전극의 제조방법.

청구항 5

제 1항에 있어서,

상기 증착층을 형성하는 단계

백금, 탄소, 텅스텐, 금 및 실리카 중 적어도 하나에 대응되는 전도성 물질의 전구체로 구성되는 전구체 분위기 하에서 집속이온빔을 조사하여 적어도 하나의 증착층을 형성하는 것

인 전기화학적 분석을 위한 전극의 제조방법.

청구항 6

제 1항에 있어서,

상기 절연부재를 준비하는 단계는 길이 방향을 따라 중공이 형성된 상기 절연부재를 준비하는 것이고,

상기 절연부재에 형성된 중공의 직경에 대응되는 직경을 갖는 전도성와이어를 준비하는 단계; 및
상기 절연부재의 중공에 상기 전도성와이어를 삽입하는 단계;를 더 포함하는 것
인 전기화학적 분석을 위한 전극의 제조방법.

청구항 7

제 1항에 있어서,
상기 절연부재를 준비하는 단계는
붕규산 유리, 실리콘 산화물, 실리콘 질화물 및 석영 중 적어도 하나를 포함
하여 구성되는 상기 절연부재를 준비하는 것
인 전기화학적 분석을 위한 전극의 제조방법.

청구항 8

제 6항에 있어서,
상기 전도성와이어를 준비하는 단계는
백금, 구리, 금, 은, 니켈, 알루미늄, 철, 코발트, 아연, 지르코늄, 크롬,
인듐, 납 및 탄소 중 적어도 하나로 구성되는 상기 전도성와이어를 준비하는 것
인 전기화학적 분석을 위한 전극의 제조방법.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 전기화학적 주사현미경의 팁으로 활용할 수 있는 전기화학적 분석을 위한 전극의 제조방법에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 최근 전기화학적 분석을 위한 전극 기술의 발전으로 인해 전기화학적 주사현미경(Scanning Electrochemical microscope)을 이용한 전기화학적 프로세스의 연구가 활발히 이루어지고 있다.

[0003] 이러한 전기화학적 분석을 위한 전극은 매우 뛰어난 공간적·시간적 분해능 (Spatio-Temporal resolution)을 가질 뿐만 아니라, 미세한 니들(micro needle)과 같은 형상으로 인해 생물학적 개체 또는 재료 표면에서의 미세한 전기화학반응을 통한 표면의 분석이 가능한 이점이 있다.

[0004] 전극이 미세해질 수록 보다 정밀한 전기화학적 프로세스의 연구가 원활하게 이루어질 수 있음에 따라, 전극의 소형화가 이루어지고 있고, 미세 전극(micro electrode), 초미세 전극(ultramicro electrode) 나아가 나노 전극(nano electrode)의 개발이 이루어지고 있는 것으로 알려져 있다. 또한, 시간적으로 효율적인 전기화학적 프로세스의 연구를 위해 전극의 검출 채널의 갯수를 증가시키는 것에 대한 연구도 이루어지고 있다.

[0005] 전극의 소형화와 검출 채널 갯수의 증가 등이 전기화학적 프로세스에 대한 연구를 보다 정밀하고 효율적으로 이루어지게 함에도 불구하고, 전극에 대한 연구개발은 다른 전기화학 분석 연구에 비해 부족한 상황이고, 이에, 전기화학적 분석에 사용되는 전극의 소형화와 검출 채널 갯수의 증가를 간편하게 달성할 수 있는 기술의 개발이 필요하다.

선행기술문헌

특허문헌

[0006] (특허문헌 0001) KR 10-1358989 B1

(특허문헌 0002) JP 6095105 B2

발명의 내용

해결하려는 과제

- [0007] 본 발명의 목적은 상기한 문제점을 해결하기 위한 것으로서, 전기화학적 분석에 사용되는 전극의 소형화와 검출 채널의 갯수를 달성할 수 있도록 집속이온빔을 이용하여 전극을 제조할 수 있도록 하는 전기화학적 분석을 위한 전극의 제조방법을 제공하는 데 있다.
- [0008] 본 발명의 목적은 이상에서 언급한 목적으로 제한되지 않으며, 언급되지 않은 또 다른 목적들은 아래의 기재로부터 명확하게 이해될 수 있을 것이다.

과제의 해결 수단

- [0009] 전술한 목적을 달성하기 위한, 본 발명의 일면에 따른 전기화학적 분석을 위한 전극의 제조방법은 절연부재를 준비하는 단계; 상기 절연부재에 열과 외력을 인가하여 상기 절연부재와 상기 전도성화이어를 연신시켜 네킹이 형성되도록 하고, 상기 네킹이 형성된 부분의 파단이 이루어지도록 하여 반제품을 제조하는 단계; 및 전구체 가스 분위기 하에서 상기 반제품의 외주면에 집속이온빔을 조사하여 적어도 하나의 증착층을 형성하는 단계;를 포함한다.

발명의 효과

- [0010] 상기한 구성에 의한 본 발명의 일 실시예에 따른 전기화학적 분석을 위한 전극의 제조방법은 하기와 같은 효과를 가질 수 있다.
- [0011] 집속이온빔을 이용하여 증착층을 형성함으로써 간편하게 적어도 하나의 검출 채널을 구비하는 전기화학적 분석을 위한 전극을 제조할 수 있다.
- [0012] 또한, 집속이온빔을 이용하여 증착층을 형성함에 따라 미세한 니들 구조를 갖는 반제품의 외주면 국소 부위에 증착층의 형성이 가능하여 사용자의 필요에 따른 갯수만큼 검출 채널이 구비된 전극을 간편하게 제조할 수 있다.

도면의 간단한 설명

- [0013] 도 1은 본 발명의 일 실시예에 따른 전기화학적 분석을 위한 전극의 제조방법의 순서를 나타낸 순서도이다.
- 도 2는 본 발명의 다른 실시예에 따른 전기화학적 분석을 위한 전극의 제조방법의 순서를 나타낸 순서도이다.
- 도 3은 본 발명의 일 실시예에 따른 전기화학적 분석을 위한 전극의 제조방법의 반제품 제조단계를 설명하기 위한 도면이다.
- 도 4는 본 발명의 다른 실시예에 따른 전기화학적 분석을 위한 전극의 제조방법의 반제품 제조단계를 설명하기 위한 도면이다.
- 도 5는 본 발명의 일 실시예에 따른 전기화학적 분석을 위한 전극의 제조방법으로 제조되는 전극의 단면을 나타낸 단면도이다.
- 도 6은 본 발명의 다른 실시예에 따른 전기화학적 분석을 위한 전극의 제조방법으로 제조되는 전극의 단면을 나타낸 단면도이다.
- 도 7은 실시예 1에 따라 제조되는 전극을 시험예 1에 따라 분석한 결과를 나타낸 사진이다.
- 도 8은 실시예 1에 따라 제조되는 전극을 시험예 1에 따라 분석한 결과를 나타낸 사진이다.
- 도 9는 실시예 1에 따라 얻어지는 반제품에 옴니프로브를 접촉한 상태에서 시험예 2에 따라 분석한 결과를 나타낸 사진이다.
- 도 10 내지 11은 실시예 1에 따라 얻어지는 반제품에 옴니프로브를 접촉하지 않은 상태에서 시험예 2에 따라 분

석한 결과를 나타낸 사진이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0014] 본 발명의 이점 및 특징, 그리고 그것들을 달성하는 방법은 첨부되는 도면과 함께 상세하게 후술되어 있는 실시예들을 참조하면 명확해질 것이다. 그러나 본 발명은 이하 개시되는 실시예들에 한정되는 것이 아니라 서로 다른 다양한 형태로 구현될 것이며, 단지 본 실시예들은 본 발명의 개시가 완전하도록 하며, 본 발명이 속하는 기술분야에서 통상의 지식을 가진 자에게 발명의 범주를 완전하게 알려주기 위해 제공되는 것이다. 한편, 본 명세서에서 사용된 용어는 실시예들을 설명하기 위한 것이며, 본 발명을 제한하고자 하는 것은 아니다. 본 명세서에서, 단수형은 문구에서 특별히 언급하지 않는 한 복수형도 포함한다.
- [0015] 이하, 도면들을 참조하여 본 발명의 실시예들에 따른 전기화학적 분석을 위한 전극의 제조방법을 설명하도록 한다.
- [0016] 본 발명의 일 실시예에 따른 전기화학적 분석을 위한 전극의 제조방법은 절연부재 준비단계(S100), 반제품 제조단계(S400), 연마단계(S500), 증착단계(S600) 및 절연층 형성단계(S700)를 포함한다.
- [0017] 원기둥 형상을 갖는 절연부재(100)를 준비한다(S100).
- [0018] 절연부재 준비단계(S100)에서 준비되는 절연부재(100)는 절연성을 갖는 소재로 구성되는 것이면 제한되지 않고, 예를 들어, 붕규산 유리(borosilicate glass), 실리콘 산화물(silicon oxide), 실리콘 질화물(silicon nitride) 및 석영(quartz) 중 적어도 하나를 포함하여 구성될 수 있다.
- [0020] 절연부재 준비단계(S100)에서 준비된 절연부재(100)에 열과 외력을 인가하여 절연부재(100)의 중심부를 파단하여 반제품(H)을 제조한다(S400).
- [0021] 반제품 제조단계(S400)는 절연부재(100)에 열을 인가하면서 절연부재(100)에 외력을 인가하여 중심부에 네킹이 형성되도록 하고, 네킹이 형성된 중심부의 파단이 이루어지도록 하여 반제품(H)을 제조하는 단계일 수 있다.
- [0022] 반제품 제조단계(S400)는 절연부재(100)를 가열하면서 절연부재(100)의 일단과 타단에 각각 타방향과 일방향으로 작용하는 외력을 인가하여 절연부재(100)를 연신시킴으로써 중심부에 네킹이 형성되도록 하고, 중심부에 형성된 네킹에서 파단이 이루어지도록 하여 반제품을 제조하는 단계일 수 있다.
- [0023] 이때, 중심부에 형성된 네킹에서 파단이 이루어지도록 하는 방식은 절연부재(100)의 일단과 타단에 각각 타방향과 일방향으로 인가하여 중심부에 네킹이 형성되도록 한 후 외력을 지속적으로 인가하여 네킹이 형성된 중심부의 파단이 이루어지도록 하는 것일 수 있다.
- [0024] 전술한 방식 뿐만 아니라, 절연부재(100)의 일단과 타단에 각각 타방향과 일방향으로 인가하여 중심부에 네킹이 형성되도록 한 후 네킹이 형성된 중심부에 레이저를 조사하여 네킹이 형성된 중심부의 파단이 이루어지도록 할 수 있다.
- [0025] 절연부재(100)의 일단과 타단에 각각 타방향과 일방향으로 인가하여 중심부에 네킹이 형성되도록 한 후 네킹이 형성된 중심부에 레이저를 조사하여 파단이 이루어지도록 하면 사용자의 필요에 따른 직경을 갖는 네킹이 형성되도록 한 후 반제품의 파단이 이루어지도록 할 수 있고, 이에 따라, 사용자의 필요에 따른 직경을 갖는 파단면이 형성된 전기화학적 분석을 위한 전극(10)을 제조할 수 있다.
- [0026] 반제품 제조단계(S400)에서 제조되는 반제품(H)의 제조시 네킹부가 형성된 중심부가 파단되어 제조됨에 따라, 제조된 반제품의 파단면에 미세한 요철이 형성될 수 있고, 본 발명의 일 실시예에 따라 제조된 전기화학적 분석을 위한 전극(10)을 이용하여 전기화학적 분석의 수행시 미세한 요철로 인해 전기화학적 분석이 원활하게 이루어지지 못할 수 있다.
- [0028] 반제품 제조단계(S400)에서 제조된 반제품(H)의 파단면이 매끄러워지도록 파단면에 형성된 미세한 요철을 제거한다(S500).
- [0029] 반제품 제조단계(S400)에서 제조되는 반제품(H)은 절연부재(100)가 파단되어 제조됨에 따라, 파단면이 상대적으로 평탄하지 않게 형성될 수 있다.

- [0030] 연마단계(S500)는 반제품(H)의 파단면이 보다 평탄해지도록 반제품 제조단계(S400)에서 제조된 반제품(H)의 파단면을 연마하는 단계일 수 있다. 연마단계(S500)에서 반제품(H)의 파단면이 연마되면 매립단계(S700)에서 매립층(300)의 형성이 보다 원활하게 이루어질 수 있다.
- [0031] 연마단계(S500)는 기계적 연마 방식을 이용하여 반제품(H)의 파단면을 연마하는 단계일 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니고, 이온 밀링 등을 이용해 반제품(H)의 파단면을 연마할 수 있다.
- [0033] 연마단계(S500)에서 얻어지는 반제품(H)의 외주면에 소정 넓이를 갖는 적어도 하나의 증착층(300)을 형성한다(S600).
- [0034] 연마단계(S500)에서 얻어지는 반제품(H)은 니들(needle) 형상을 가질 수 있고, 증착단계(S600)는 연마단계(S500)에서 얻어지는 반제품(H)의 외주면에 집속이온빔(Focused ion beam, FIB)을 조사하여 반제품(H)의 외주면에 소정 넓이를 갖는 적어도 하나의 증착층(300)을 형성할 수 있다.
- [0035] 증착단계(S600)에서 집속이온빔을 조사하여 증착층을 형성하면 국소 영역에 증착층(300)의 형성이 가능하여 연마단계(S500)에서 얻어지는 반제품이 미세한 니들 형상을 가지더라도 반제품의 외주면에 증착층(300)의 형성이 원활하게 이루어질 수 있고, 사용자의 필요에 따라 복수 개의 증착층(300)의 형성이 가능할 수 있다.
- [0036] 증착단계(S600)에서 형성되는 증착층(300)은 본 발명의 일 실시예에 따라 제조되는 전극(10)을 전기화학적 주사 현미경에 적용하였을 때 검출 채널로 활용될 수 있다. 즉, 사용자의 필요에 따라 증착단계(S600)에서 형성되는 증착층(300)의 갯수를 조절함으로써 사용자가 원하는 검출 채널 갯수를 갖는 전극(10)을 제조할 수 있다.
- [0037] 증착단계(S600)는 연마단계(S500)에서 얻어지는 반제품(H)의 외주면에 1 내지 4 개의 증착층(300)을 형성하는 것일 수 있다.
- [0038] 증착단계(S600)에서 형성되는 증착층(300)의 갯수가 4개를 초과하면 증착층(300) 사이의 거리가 너무 가까워져 본 발명의 일 실시예에 따라 제조되는 전극(10)을 이용하여 전기화학적 분석의 수행이 어려워질 수 있다.
- [0039] 증착단계(S600)에서 형성되는 증착층(300)이 복수 개인 경우 복수 개의 증착층(300)은 서로 소정 간격 이격되어 형성될 수 있다.
- [0040] 증착단계(S600)에서 복수 개의 증착층(300)을 형성시 반응의 간헐 정도에 따라 증착층(300) 사이의 간격이 조절되도록 하는 것이 바람직하다.
- [0042] 증착단계(S600)에서 증착층(300)의 형성은 종래 기술에 따른 집속이온빔 장치를 이용할 수 있고, 종래 기술에 따른 집속이온빔 장치는 시편이 인입되는 챔버(chamber), 챔버 내부를 진공 상태로 변경할 수 있고 챔버 내부에 가스를 주입하는 가스 주입 시스템(Gas injection system), 시료를 이동시키기 위한 옴니 프로브(omni probe)를 포함하여 구성될 수 있다.
- [0043] 증착단계(S600)에서 집속이온빔의 조사는 전구체 가스 분위기에서 이루어질 수 있다.
- [0044] 즉, 증착단계(S600)는 전구체 가스 분위기 하에서 연마단계(S500)에서 얻어지는 반제품(H)의 외주면에 집속이온빔을 조사하여 적어도 하나의 증착층(300)을 형성하는 단계일 수 있다.
- [0045] 증착단계(S600)에서 집속이온빔의 조사시 조성되는 전구체 가스 분위기는 전도성 물질 전구체로 구성되는 가스 분위기일 수 있고, 예를 들어, 백금(platinum, Pt), 탄소(carbon, C), 텅스텐(tungsten, W), 금(gold, Au) 및 실리카(silica, SiO₂) 중 적어도 하나에 대응되는 전도성 물질의 전구체로 구성되는 가스 분위기일 수 있다.
- [0046] 증착단계(S600)에서 전구체 가스 분위기 하에서 반제품(H)의 외주면에 집속이온빔을 조사하면 전구체 가스에 대응되는 전도성 물질로 구성된 증착층(300)이 반제품의 외주면에 형성될 수 있다.
- [0047] 한편, 증착단계(S600)에서 집속이온빔의 조사시 연마단계(S500)에서 얻어지는 반제품의 외주면이 절연부재(100)로 구성됨에 따라, 절연부재(100)에서 집속이온빔 축적(charging) 현상이 발생하여 증착층(300)의 형성이 원활하게 이루어지지 못할 수 있다.
- [0048] 이를 방지하기 위해 증착단계(S600)는 가공단계(S500)에서 얻어지는 반제품(H)의 외주면 소정 영역으로부터 기 설정된 거리 이내에 전도성부재를 접촉한 상태에서 반제품(H)의 외주면 소정 영역에 집속이온빔을 조사하여 증

착층(300)을 형성하는 단계일 수 있다.

- [0049] 이때, 전도성부재는 전도성을 갖는 물질이면 제한되지 않으나, 종래 기술에 따른 옴니 프로브(omni probe)일 수 있고, 옴니 프로브(omni probe)를 전도성부재로 이용하면 별도의 전도성부재를 구비할 필요없이 집속이온빔 축적 현상이 발생하는 것을 방지할 수 있다.
- [0050] 증착단계(S600)에서 반제품(H)의 외주면 소정 영역으로부터 기설정된 거리 이내에 전도성부재를 접촉한 상태에서 집속이온빔을 조사하면 반제품(H)의 외주면에 접촉한 전도성부재가 전자가 유출되는 통로 역할을 하여 집속이온빔 축적 현상이 발생하는 것이 방지될 수 있다.
- [0051] 바람직하게, 증착단계(S600)는 연마단계(S500)에서 얻어지는 반제품(H)을 집속이온빔 장치의 챔버 내부에 인입한 후 챔버 내부를 전도성 물질 전구체로 구성되는 가스 분위기로 치환하고, 반제품(H)의 외주면 소정 영역으로부터 기설정된 거리 이내에 옴니 프로브(omni probe)를 접촉한 상태에서 반제품(H)의 외주면 적어도 하나의 기설정된 영역에 집속이온빔을 조사하여 적어도 하나의 증착층(300)을 형성하는 단계일 수 있다.
- [0053] 증착단계(S600)에서 증착층(300)이 형성된 반제품(H)의 외주면에 절연층(400)을 증착하여 형성한다(S700).
- [0054] 절연층 형성단계(S700)에서 형성되는 절연층(400)은 증착단계(S600)에서 반제품(H)의 외주면에 형성된 증착층(300)이 과하게 노출되어 산화되는 것을 방지할 수 있다.
- [0055] 절연층 형성단계(S700)는 증착단계(S600)에서 증착층(300)이 형성된 반제품(H)의 외주면을 둘러싸도록 절연층(400)을 증착하여 형성하는 것일 수 있다.
- [0056] 절연층 형성단계(S700)에서 절연층(400)을 증착하는 방식은 종래 기술에 따른 증착 방식을 이용할 수 있고, 예를 들어, 물리 기상 증착(physical vapor deposition), 화학 기상 증착(chemical vapor deposition) 및 반응성 스퍼터링(reactive sputtering) 중 적어도 하나에 따른 방식을 이용할 수 있다.
- [0058] 한편, 절연부재 준비단계(S100)에서 준비되는 절연부재(100)는 길이 방향을 따라 중공이 형성될 수 있고, 본 발명의 다른 실시예에 따른 전기화학 분석을 위한 전극의 제조방법은 본 발명의 일 실시예에 따른 전기화학 분석을 위한 전극의 제조방법이 포함하는 절연부재 준비단계(S100), 반제품 제조단계(S400), 연마단계(S500), 증착단계(S600) 및 절연층 형성단계(S700)를 포함할 수 있다.
- [0060] 본 발명의 다른 실시예에 따른 전기화학 분석을 위한 전극의 제조방법은 전도성와이어 준비단계(S200)와 삽입단계(S300)를 더 포함할 수 있고, 본 발명의 다른 실시예에 따른 전기화학 분석을 위한 전극의 제조방법을 설명하는데 있어서, 본 발명의 일 실시예에 따른 전기화학 분석을 위한 전극의 제조방법의 구성과 실질적으로 동일한 구성은 설명의 편의상 도면부호를 일치시켜 기재하고 반복되는 설명은 생략하도록 한다.
- [0061] 본 발명의 다른 실시예에 따른 전기화학 분석을 위한 전극의 제조방법은 전도성와이어 준비단계(S200)와 삽입단계(S300)를 더 포함할 수 있고, 전도성와이어 준비단계(S200)와 삽입단계(S300)는 절연부재 준비단계(S100)와 반제품 제조단계(S400) 사이에서 순차적으로 수행될 수 있다.
- [0062] 절연부재 준비단계(S100)는 길이 방향을 따라 중공이 형성된 절연부재(100)를 준비할 수 있고, 이에 따라, 절연부재(100)는 모세관 형상을 가질 수 있다.
- [0063] 절연부재 준비단계(S100)에서 준비되는 절연부재(100)의 내경은 수 ~ 수백 μm 수준이면 제한되지 않으나, 반제품 제조단계(S400)에서 원활하게 파단될 수 있도록 편의상 100 내지 1000 μm 일 수 있다.
- [0065] 전도성와이어 준비단계(S200)는 절연부재(100)의 길이 방향을 따라 형성된 중공의 직경 이하의 직경을 갖는 전도성와이어(200)를 준비하는 단계일 수 있다.
- [0066] 전도성와이어 준비단계(S200)에서 준비되는 전도성와이어(200)는 전도성을 갖는 소재로 구성되는 것이면 제한되지 않고, 예를 들어, 백금(Pt), 구리(Cu), 금(Au), 은(Ag), 니켈(Ni), 알루미늄(Al), 철(Fe), 코발트(Co), 아연(Zn), 지르코늄(Zr), 크롬(Cr), 인듐(In), 납(Pb) 및 탄소(C) 중 적어도 하나로 구성될 수 있다.

- [0067] 전도성와이어 준비단계(S200)에서 준비되는 전도성와이어(200)는 삽입단계(S300)에서 절연부재(100)의 중공에 삽입할 수 있도록 절연부재 준비단계(S100)에서 준비되는 절연부재(100)의 길이 방향을 따라 형성된 중공의 직경, 즉, 절연부재(100)의 내경 이하의 직경을 가질 수 있다.
- [0069] 절연부재 준비단계(S100)에서 준비된 절연부재(100)에 길이 방향을 따라 형성된 중공(110)에 전도성와이어 준비단계(S200)에서 준비된 전도성와이어(200)를 삽입한다(S300).
- [0071] 반제품 제조단계(S400)는 전도성와이어(200)가 삽입된 절연부재(100)를 가열하면서 전도성와이어(200)가 삽입된 절연부재(100)에 인장력을 인가하여 중심부에 네킹이 형성되도록 하고, 네킹이 형성된 중심부의 파단이 이루어지도록 하여 반제품(H)을 제조하는 단계일 수 있다.
- [0072] 이에 따라, 반제품 제조단계(S400)에서 제조되는 반제품(H)에의 파단면에는 전도성와이어(200)의 표면, 즉, 전도성 물질로 구성된 표면이 노출될 수 있고, 노출된 전도성 와이어(200)는 본 발명의 다른 실시예에 따라 제조되는 전극(10)을 전기화학적 주사 현미경에 적용하였을 때 검출 채널로 활용될 수 있다.
- [0074] 반제품 제조단계(S400)는 전도성와이어(200)와 절연부재(100)를 가열하면서 전도성와이어(200)가 삽입된 절연부재(100)의 일단과 타단에 각각 타방향과 일방향으로 작용하는 인장력을 인가하여 전도성와이어(200)가 삽입된 절연부재(100)를 연신시킴으로써 중심부에 네킹이 형성되도록 하고, 중심부에 형성된 네킹에서 파단이 이루어지도록 하여 반제품(H)을 제조하는 단계일 수 있다.
- [0075] 전도성와이어(200)가 삽입된 절연부재(100)의 일단과 타단에 각각 타방향과 일방향으로 인장력을 인가하여 중심부에 네킹이 형성되도록 한 후 네킹이 형성된 중심부를 레이저를 이용해 가열하면서 절연부재(100)의 일단과 타단에 인장력을 지속적으로 인가하여 네킹이 형성된 중심부의 파단이 이루어지도록 할 수 있다.
- [0076] 반제품 제조단계(S400)에서 반제품을 제조할 때 전도성와이어(200)와 절연부재(100)를 가열하면서 전도성와이어(200)가 삽입된 절연부재(100)의 일단과 타단에 각각 타방향과 일방향으로 작용하는 인장력을 인가하면 절연부재(100)의 내면과 전도성와이어(200)의 외면이 밀착될 수 있다.
- [0077] 이에 따라, 본 발명의 다른 실시예에 따라 제조되는 전극(10)에 포함된 절연부재(100)의 내경과 전도성와이어(200)의 직경은 서로 대응될 수 있다.
- [0079] <실시예 1>
- [0080] 붕규산 유리로 구성되고, 외경이 1mm이며, 중심부에 300 μ m의 직경을 갖는 중공이 형성된 모세관 형상을 갖는 절연부재(100)를 준비하였다.
- [0081] 백금으로 구성된 전도성와이어(200)를 준비하고, 준비된 전도성와이어(200)를 절연부재(100)의 중공에 삽입하였다.
- [0082] 레이저 풀러(laser puller, 모델명: P-2000, 제조사: Sutter)를 이용해 전도성와이어(200)가 삽입된 절연부재(100)를 가열하면서 인장력을 인가하여 중심부에 네킹이 형성되도록 하고, 레이저를 이용해 네킹이 형성된 중심부를 가열하여 중심부의 파단이 이루어지도록 함으로써 니들 형상을 갖는 반제품(H)을 제조하였다.
- [0083] 제조된 반제품(H)의 파단면(H)을 샌드페이퍼를 이용해 연마하였다.
- [0084] 파단면(H)을 샌드페이퍼를 이용해 연마한 반제품(H)의 외주면에 집속이온빔을 조사하여 소정 간격 이격되어 구비되는 2개의 증착층(300)을 형성하였다.
- [0085] 이때, 증착층(300)의 형성에는 챔버(chamber), 챔버 내부를 진공 상태로 변경할 수 있고 챔버 내부에 가스를 주입하는 가스 주입 시스템(Gas injection system), 옴니 프로브(omni probe)를 포함하여 구성되는 집속이온빔 장치를 이용하였다.
- [0086] 보다 자세하게, 파단면(H)을 샌드페이퍼를 이용해 연마한 반제품(H)을 챔버 내부에 인입한 후 챔버 내부를 진공 상태로 치환하고, 가스 주입 시스템을 이용하여 챔버 내부를 백금 이온 가스(Pt ion gas) 분위기로 조성한 후

반제품(H)의 외주면 2개의 서로 소정 간격 이격되어 형성된 기설정된 영역에 집속이온빔을 조사함으로써 2개의 증착층(300)을 형성하였으며, 기설정된 영역에 집속이온빔을 조사하여 증착층(300)을 형성할 때 반제품(H)의 표면에 옴니프로브를 접촉한 상태를 유지하였다.

[0087] 화학기상증착법을 이용해 2개의 증착층(300)이 형성된 반제품(H)의 외주면에 절연층(400)을 증착하여 형성하여 전극(10)을 완성하였고, 이때, 절연층(400)은 실리카(SiO_2)로 이루어진 것을 형성하였다.

[0089] <시험예>

[0090] 시험예에서는 실시예 1에 따라 전극(10)을 제조하였을 때 증착층(300)의 형성이 원활하게 이루어지는지를 확인하기 위한 시험이다. 이를 위해 시험예에서는 실시예 1에 따라 제조된 전극(10)을 주사전자현미경을 이용해 분석하였고, 이때, 화학기상증착법을 이용해 절연층(400)을 형성하기 이전의 반제품(H)의 외주면을 분석하였다.

[0091] 분석결과를 도 7 내지 8에 나타내었다.

[0092] 도 7 내지 8을 참조하면 반제품(H)의 외면에 2개의 증착층(300)이 형성된 것을 확인할 수 있다. 또한, 증착층(300)과 함께 절연부재(100)의 중심부에 전도성와이어(200)가 존재하는 것을 확인할 수 있다.

[0093] 이는 본 발명의 실시예에 따라 전극(10)을 제조하면 증착층(300)의 갯수를 조절하여 전극(10)을 제조할 수 있는 것을 확인할 수 있는 결과이다. 즉, 미세한 니들 구조를 갖는 전극에 사용자의 필요에 따라 검출 채널의 갯수를 조절하여 형성할 수 있는 것을 확인할 수 있다.

[0095] <시험예 2>

[0096] 시험예 2에서는 실시예 1에 따라 전극(10)을 제조할 때 반제품(H)의 표면에 옴니프로브(O)를 접촉함으로써 집속이온빔 축적 현상이 발생하는 것을 방지할 수 있는지를 확인하기 위한 시험이다.

[0097] 이를 위해 시험예 2에서는 실시예 1에 따라 전극(10)을 제조할 때 레이저를 이용해 레이저 폴러를 이용해 전도성와이어(200)가 삽입된 절연부재(100)를 가열하면서 인장력을 인가하여 중심부에 네킹이 형성되도록 하고, 레이저를 이용해 네킹이 형성된 중심부를 가열하여 중심부의 파단이 이루어지도록 함으로써 제조되는 반제품(H)의 표면을 주사전자현미경을 이용해 분석하였다. 이때, 반제품(H)의 표면에 옴니프로브(O)를 접촉한 상태와, 반제품(H)의 표면에 옴니프로브(O)를 접촉하지 않은 상태를 주사전자현미경을 이용해 분석하였다.

[0098] 분석 결과를 도 9 내지 11에 나타내었다.

[0099] 도 9는 반제품(H)의 표면에 옴니프로브(O)를 접촉한 상태에서 주사전자현미경을 이용해 반제품(H)의 표면을 분석한 사진이고, 도 10 내지 11은 반제품(H)의 표면에 옴니프로브(O)를 접촉하지 않은 상태에서 주사전자현미경을 이용해 반제품(H)의 표면을 분석한 사진이다.

[0100] 도 9 내지 11을 참조하면 반제품(H)의 표면에 옴니프로브(O)를 접촉한 상태에서는 반제품(H)의 표면이 정상적으로 분석되는 반면 반제품(H)의 표면에 옴니프로브(O)를 접촉하지 않은 상태에서는 반제품(H)의 표면이 원활하게 이루어지지 않는 것을 확인할 수 있다.

[0101] 이는 반제품(H)의 표면에 옴니프로브(O)를 접촉하면 주사전자현미경을 이용하여 반제품(H)의 표면을 분석할 때 옴니프로브(O)를 통해 전자가 유출됨으로써 집속이온빔 축적 현상이 방지되는 것을 확인할 수 있는 결과이고, 이에 따라, 본 발명의 실시예에 따라 전극(10) 제조시 반제품(H)의 표면에 옴니프로브(O)와 같은 전도성부재를 접촉하면 증착층(300)의 형성이 원활하게 이루어질 수 있는 것을 확인할 수 있는 결과이다.

[0103] 본 발명이 속하는 기술분야의 통상의 지식을 가진 자는 본 발명이 그 기술적 사상이나 필수적인 특징을 변경하지 않고서 다른 구체적인 형태로 실시될 수 있다는 것을 이해할 수 있을 것이다. 그러므로 이상에서 기술한 실시예들은 모든 면에서 예시적인 것이며 한정적이 아닌 것으로 이해해야만 한다. 본 발명의 범위는 상기 상세한 설명보다는 후술하는 특허청구의 범위에 의하여 나타내어지며, 특허청구의 범위 그리고 그 균등 개념으로부터 도출되는 모든 변경 또는 변형된 형태가 본 발명의 범위에 포함되는 것으로 해석되어야 한다.

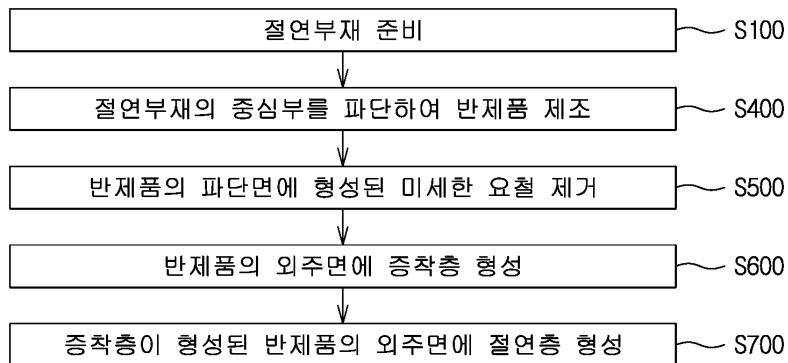
부호의 설명

[0104]

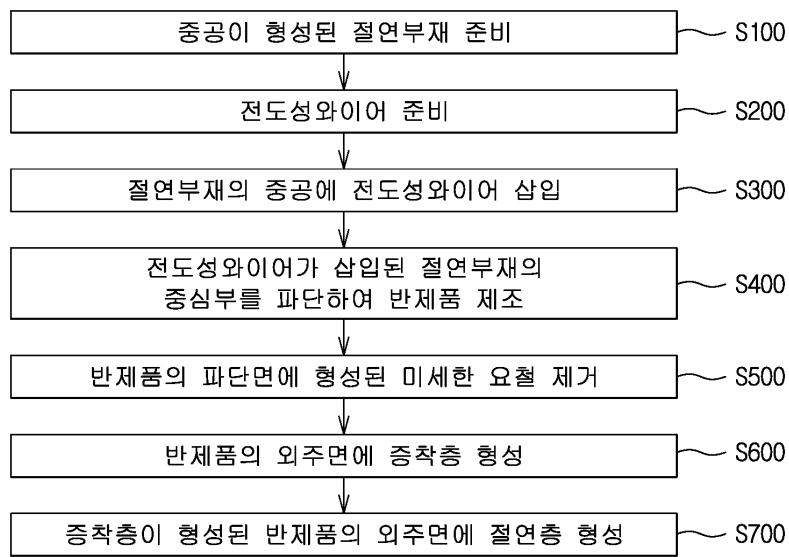
10: 전극
 100: 절연부재, 110: 증공,
 200: 전도성와이어,
 300: 증착층
 400: 절연층,
 S100: 절연부재 준비단계,
 S200: 전도성와이어 준비단계,
 S300: 삽입단계,
 S400: 반제품 제조단계,
 S500: 연마단계,
 S600: 증착단계,
 S700: 절연층 형성단계.

도면

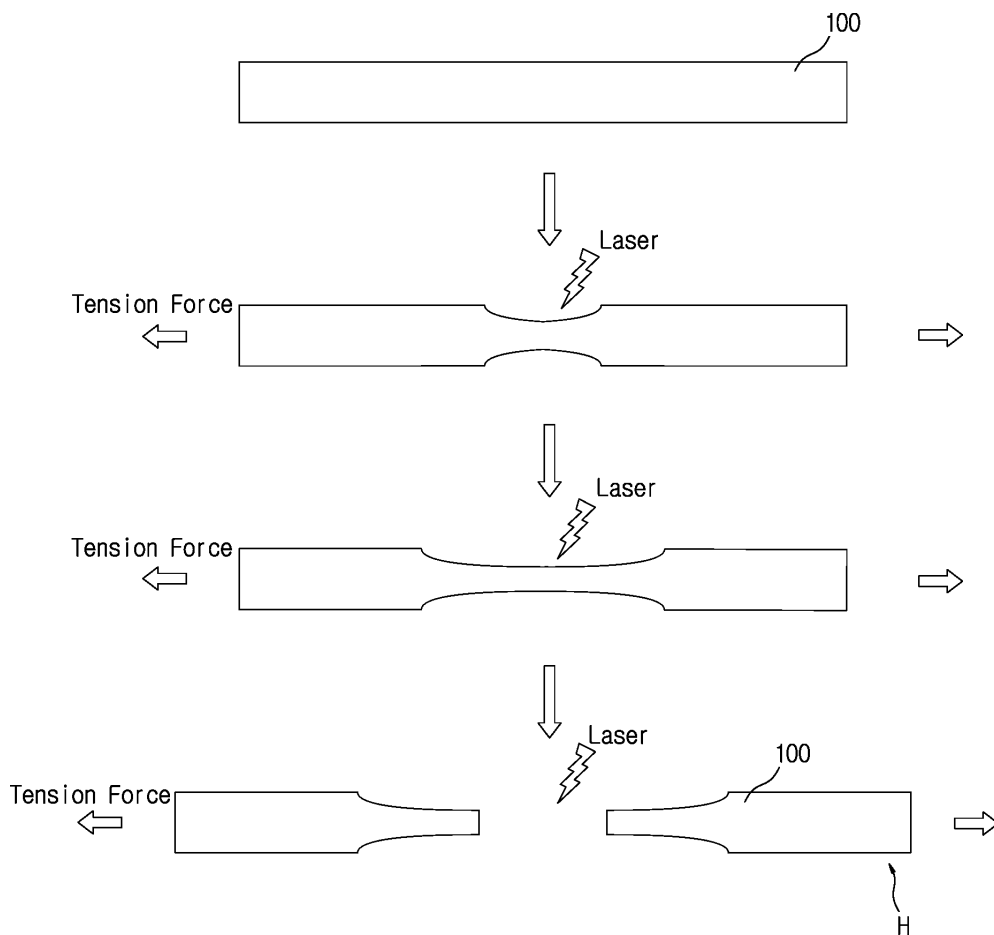
도면1



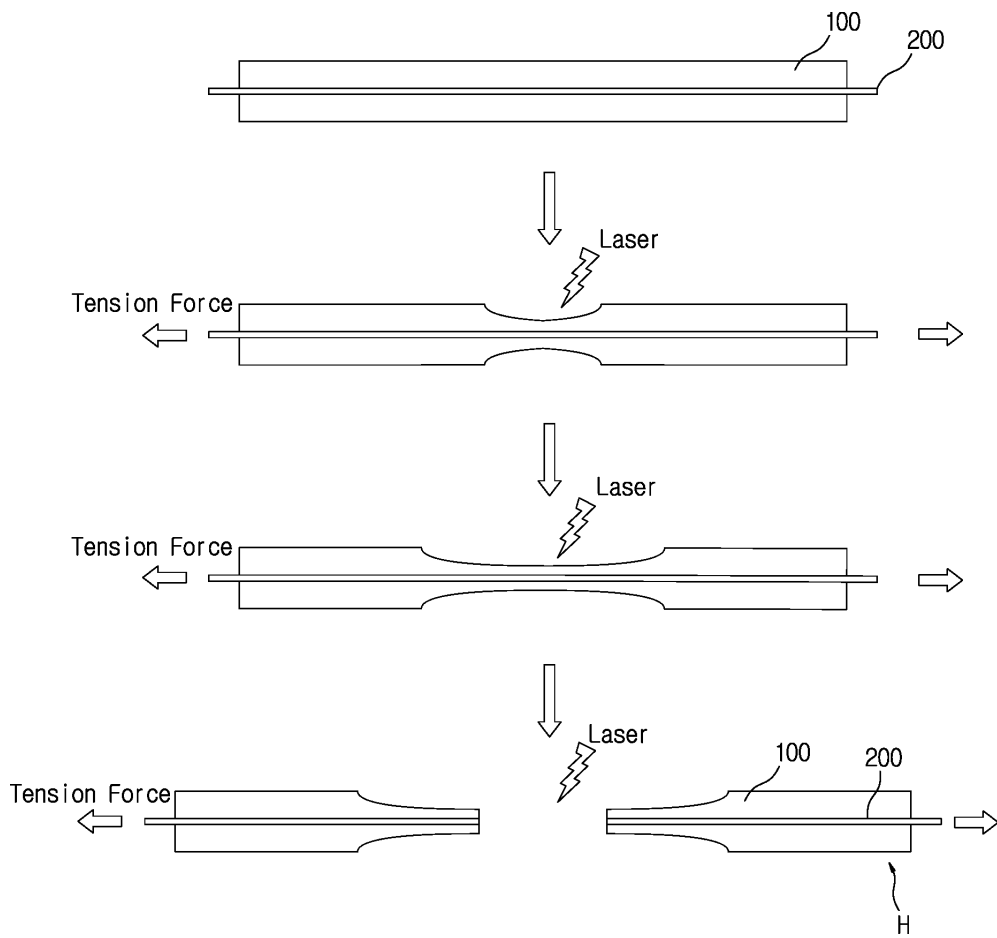
도면2



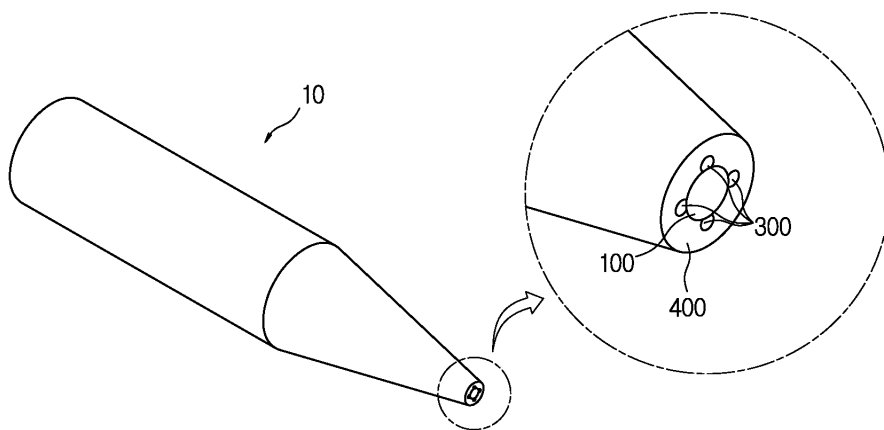
도면3



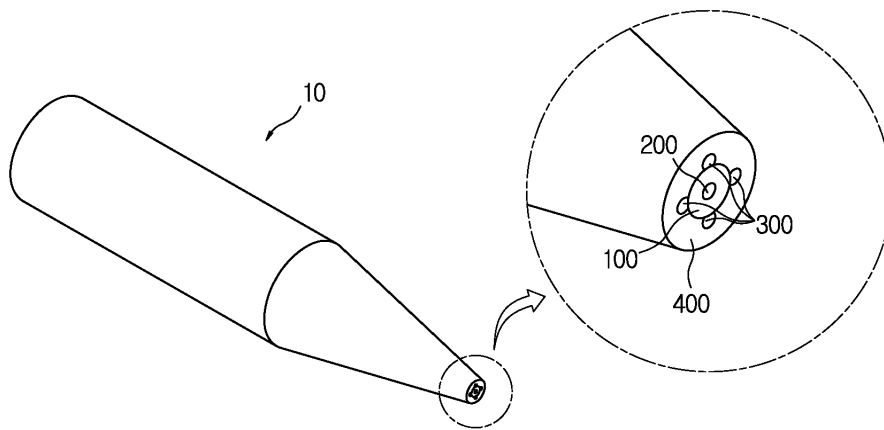
도면4



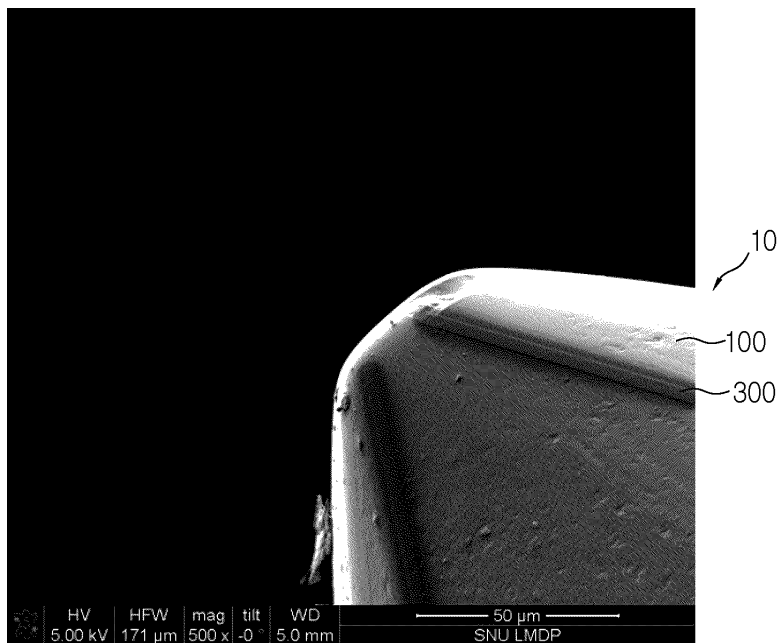
도면5



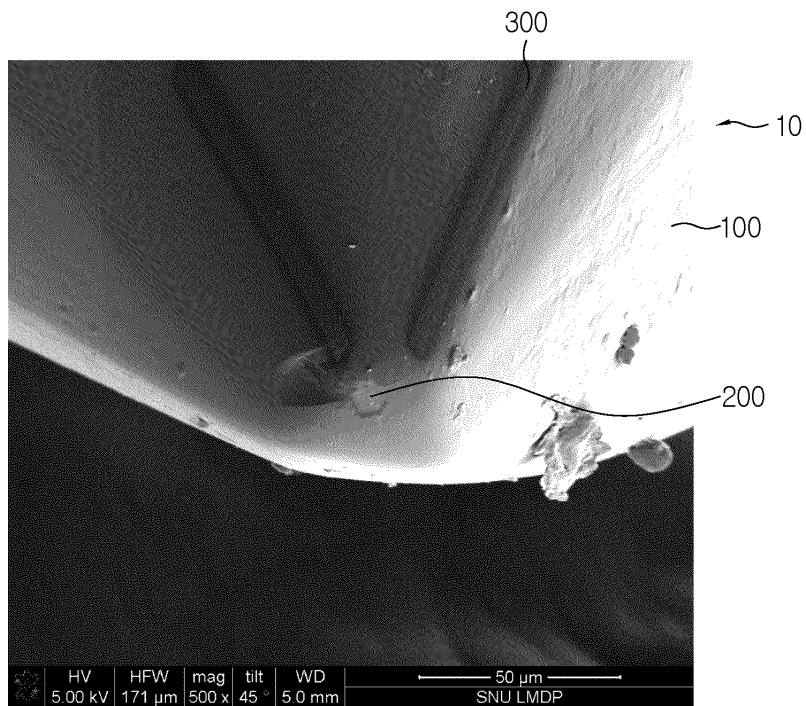
도면6



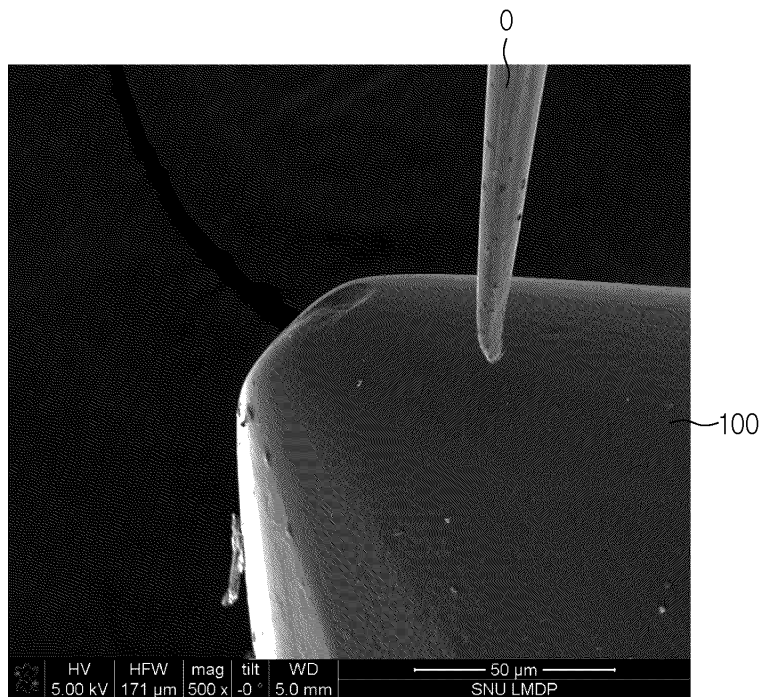
도면7



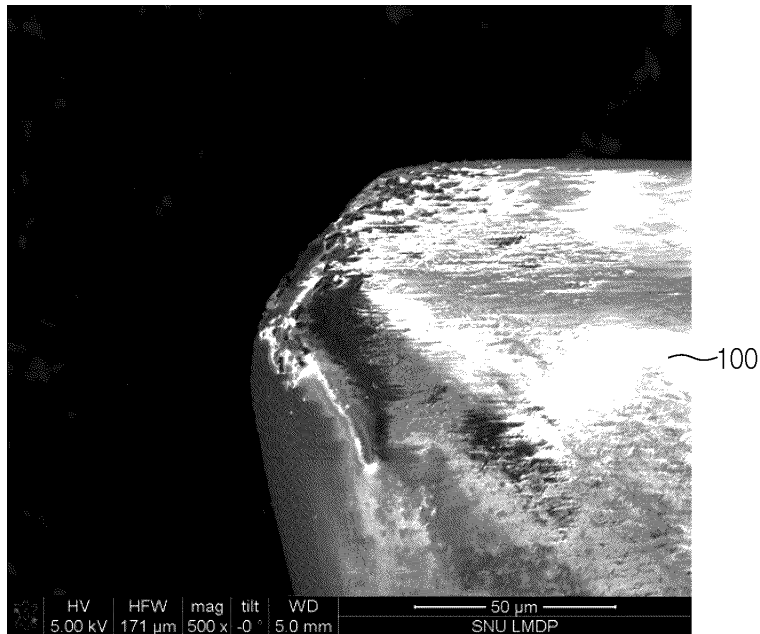
도면8



도면9



도면10



도면11

