

(19) 中华人民共和国国家知识产权局



(12) 发明专利申请



(10) 申请公布号 CN 104593840 A

(43) 申请公布日 2015. 05. 06

(21) 申请号 201510025802. 2

(22) 申请日 2015. 01. 19

(71) 申请人 中国科学院长春应用化学研究所

地址 130022 吉林省长春市朝阳区人民大街
5625 号

(72) 发明人 张晓伟 李敬 汪尔康

(74) 专利代理机构 长春菁华专利商标代理事务
所 22210

代理人 王丹阳

(51) Int. Cl.

C25D 5/02(2006. 01)

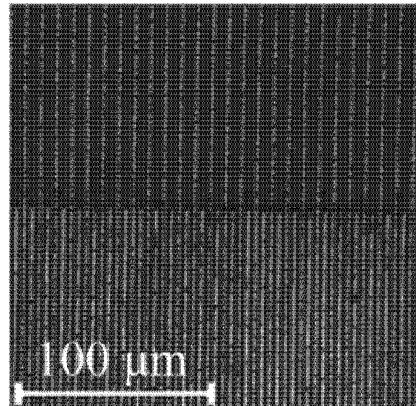
权利要求书1页 说明书7页 附图5页

(54) 发明名称

电化学沉积制备图案化薄膜材料的方法

(57) 摘要

本发明公开了一种电化学沉积制备图案化薄膜材料的方法，属于薄膜材料制备技术领域。解决了现有技术中图案化薄膜材料的制备方法成本高、耗时长，只能制备刚性电极，ITO导电基底无法重复利用的技术问题。该方法先采用电化学沉积方法在图案化ITO导电基底上沉积薄膜；然后将沉积有薄膜的ITO导电基底冲洗干净并吹干，用胶布粘贴在沉积有薄膜的ITO导电基底的表面，刮平后，揭下，得到图案化的薄膜材料。该方法制备速度快、精度极高，短至数十秒即可以制备线宽精度为2微米的薄膜材料；且不消耗图案化ITO导电基底，ITO导电基底可以重复利用，完全没有废料产生，成本极低。



1. 电化学沉积制备图案化薄膜材料的方法，包括：

步骤一、采用电化学沉积方法在图案化 ITO 导电基底上沉积薄膜；

其特征在于，还包括：

步骤二、将步骤一得到的沉积有薄膜的 ITO 导电基底冲洗干净并吹干，用胶布粘贴在沉积有薄膜的 ITO 导电基底的表面，刮平后，揭下，得到图案化的薄膜材料。

2. 根据权利要求 1 所述的电化学沉积制备图案化薄膜材料的方法，其特征在于，所述胶布为单面胶或者双面胶。

3. 根据权利要求 2 所述的电化学沉积制备图案化薄膜材料的方法，其特征在于，当胶布为双面胶时，所述步骤二中，揭下后，将双面胶的另一面粘贴在刚性基底上，得到图案化的薄膜材料。

4. 根据权利要求 1 所述的电化学沉积制备图案化薄膜材料的方法，其特征在于，所述步骤二中，揭下后，对薄膜边缘裁剪，得到图案化的薄膜材料。

5. 根据权利要求 1 所述的电化学沉积制备图案化薄膜材料的方法，其特征在于，所述步骤一的过程为：以图案化 ITO 导电基底为工作电极，将工作电极、参比电极和对电极共同插入含有镀液的电化学检测池中，并分别连接在电化学工作站上，设置技术选项和参数，在图案化 ITO 导电基底的图案表面沉积一层薄膜。

电化学沉积制备图案化薄膜材料的方法

技术领域

[0001] 本发明属于薄膜材料制备技术领域，具体涉及一种电化学沉积制备图案化薄膜材料的方法。

背景技术

[0002] 现有技术中，图案化薄膜的制备方法是先采用光刻、刻蚀等工艺将 ITO 导电基底进行图案化，然后在图案化 ITO 导电基底上采用真空蒸镀、丝网印刷或者电沉积法制备薄膜；但是真空镀膜设备昂贵、体积庞大、对环境要求高、耗时长，且耗材成本高，无法进行大规模膜工业生产；丝网印刷虽然成本低廉，但是在精度方面存在很大限制，只能做到百微米级别的精度；电沉积法虽然仪器设备和操作都很简单，但是，电沉积法制备的薄膜材料与 ITO 导电基底一体成型，只能用作刚性电极，限制了薄膜材料的应用，且图案化薄膜的制备依托于光刻、刻蚀工艺制备的图案化 ITO 导电基底，光刻、刻蚀工艺设备昂贵、耗时长、成本高，而由于 In 资源的枯竭，ITO 导电基底成本又居高不下，ITO 导电基底无法重复使用，造成制备成本过高，所以这类消耗型的生产方法的大规模应用前景将越发暗淡。

发明内容

[0003] 本发明的目的是解决现有技术中图案化薄膜材料的制备方法成本高、耗时长，只能制备刚性电极，ITO 导电基底无法重复利用的技术问题，提供一种电化学沉积制备图案化薄膜材料的方法。

[0004] 本发明解决上述技术问题采用的技术方案如下。

[0005] 电化学沉积制备图案化薄膜材料的方法，包括以下步骤：

[0006] 步骤一、采用电化学沉积方法在图案化 ITO 导电基底上沉积薄膜；

[0007] 步骤二、将步骤一得到的沉积有薄膜的 ITO 导电基底冲洗干净并吹干，用胶布粘贴在沉积有薄膜的 ITO 导电基底的表面，刮平后，揭下，得到图案化的薄膜材料。

[0008] 进一步的，当胶布为双面胶时，所述步骤二中，揭下后，将双面胶的另一面粘贴在刚性基底上，得到图案化的薄膜材料。

[0009] 进一步的，所述步骤二中，揭下后，对薄膜边缘裁剪，得到图案化的薄膜材料。

[0010] 进一步的，所述步骤一的过程为：以图案化 ITO 导电基底为工作电极，将工作电极、参比电极和对电极共同插入含有镀液的电化学检测池中后，分别连接在电化学工作站上，设置技术选项和参数，在图案化 ITO 导电基底的图案表面沉积一层薄膜。

[0011] 与现有技术相比，本发明的有益效果：

[0012] 本发明的图案化薄膜材料的制备方法采用电化学沉积法在图案化 ITO 导电基底上制备薄膜材料，利用沉积在图案化 ITO 导电基底图案表面的薄膜材料的机械稳定性非常差的特点，采用胶布转移薄膜材料，无需大型高真空镀膜、光刻设备和超净环境即可构建复杂电极体系，制备速度快、精度极高，短至数十秒即可以制备线宽精度为微米级的薄膜材料；且该方法不消耗图案化 ITO 导电基底，图案化 ITO 导电基底可以重复利用，完全没有废

料产生，成本极低，制备的柔性薄膜材料可应用于电化学分析、光电催化等重要领域，也可以构建超低成本电化学传感器和可穿戴传感器等。

附图说明

- [0013] 图 1-5 均为本发明图案化 ITO 导电基底的图案形状示意图；
- [0014] 图 6 为本发明实施例 1 制备的金薄膜的光学显微镜照片；
- [0015] 图 7 为本发明实施例 2 制备的金薄膜的光学显微镜照片；
- [0016] 图 8 为本发明实施例 3 制备的金薄膜的光学显微镜照片；
- [0017] 图 9 为本发明实施例 4 制备的金薄膜的光学显微镜照片；
- [0018] 图 10 为本发明实施例 5 制备的金薄膜的光学显微镜照片；
- [0019] 图 11 为本发明实施例 6 制备的金薄膜的光学显微镜照片；
- [0020] 图 12 为本发明实施例 12 中不同浓度的汞 (II) 的盐酸缓冲溶液氧化峰电流与汞 (II) 浓度的线性关系曲线；
- [0021] 图 13 为实施例 12 中本发明的柔性金电极在含有不同浓度的汞 (II) 的盐酸缓冲溶液中的微分脉冲溶出伏安曲线，即不同浓度汞的氧化峰曲线；
- [0022] 图 14 为实施例 5 制备的柔性金薄膜；
- [0023] 图 15 为实施例 8 制备的刚性铜薄膜。

具体实施方式

[0024] 为了进一步了解本发明，下面结合具体实施方式对本发明的优选实施方案进行描述，但是应当理解，这些描述只是为进一步说明本发明的特征和优点而不是对本发明专利要求的限制。

- [0025] 本发明电化学沉积制备图案化的薄膜材料的方法，包括以下步骤：
- [0026] 步骤一、采用电化学沉积方法在图案化 ITO 导电基底的图案表面沉积薄膜；
- [0027] 其中，图案化 ITO 导电基底可以商购也可以实验室自制，实验室制备方法为本领域技术人员熟知技术，可以根据光刻 - 湿法刻蚀工艺（匀胶、软烘、光刻、后烘、显影、硬烘、刻蚀）得到；
- [0028] 沉积的薄膜一般为金属膜，也可以为其他电活性薄膜材料；
- [0029] 采用电化学沉积法在图案化 ITO 导电基底上沉积薄膜的方法也为领域技术人员公知常识，本发明提供一种沉积方法，但是不限于此，过程为：以图案化 ITO 导电基底为工作电极，将工作电极、参比电极和对电极共同插入含有电解质溶液（镀液）的电化学检测池中，分别连接在电化学工作站上（电化学工作站与计算机相连），选择电化学工作站的工作方法，即技术选项，设置参数，在图案化 ITO 导电基底的图案表面沉积一层均匀的薄膜；
- [0030] 上述参比电极和对电极可采用本领域技术人员熟知电极，如采用银 - 氯化银为参比电极，铂为对电极，镀液根据待镀制薄膜进行选择，如氯金酸溶液、硝酸银溶液、硫酸铜溶液等，工作参数根据领域熟知技术常规选择即可；如镀制金薄膜时，可以采用银 - 氯化银为参比电极，铂为对电极，镀液为氯金酸溶液，浓度可以为 20mmol/L，电化学工作站选择阶跃脉冲法，参数设置为：初始电位 0.5V，脉冲时间 0.1s，终止电位 -1V，脉冲时间 1s，脉冲数为 15-300，可以通过调整脉冲数来制备不同厚度的连续性薄膜；运行扫描在图案化 ITO 导电

基底的图案表面沉积一层均匀的金膜；

[0031] 步骤二、将步骤一得到的沉积有薄膜的 ITO 导电基底冲洗干净并吹干，用胶布粘贴在沉积有薄膜的 ITO 导电基底的表面，刮平后，沉积的薄膜粘贴在胶布上，将粘贴有薄膜的胶布从 ITO 导电基底上揭下，对未粘贴薄膜的多余胶布修剪，或者对薄膜的边缘进行修剪，得到图案化的薄膜材料；

[0032] 其中，胶布可以为单面胶或者双面胶，商购即可，如导电胶布、市售透明胶或者 3M 公司生产的 PET 双面胶；当需要薄膜材料为柔性电极时，可以采用单面胶作为胶布，刮平后，揭下，得到的图案化的薄膜材料即为柔性材料，可以直接作为柔性电极应用，电极末端可以用导电胶布贴好作为触点，导电胶布可以为镍导电胶布；当需要薄膜材料为刚性电极时，可以采用双面胶为胶布，刮平后，揭下，将双面胶的另一面粘贴在刚性基底（如玻璃）上，还可以将双面胶的另一面粘贴在待应用的区域上，直接使用；

[0033] 可以用手刮平也可以用橡皮刮平，不留气泡；

[0034] 本发明采用胶布将薄膜材料从图案化 ITO 导电基底上粘贴下，制备的薄膜材料的精度不受影响，精度能够与图案化 ITO 导电基底的精度保持一致，本发明实施例由于实验室模版限制，线宽最低精度做到 2 微米，但是更低精度也能够实现，而且图案化 ITO 导电基底还可继续用于下一次的电沉积，重复使用，降低成本。

[0035] 本发明可以用于制备任何图案的薄膜材料，相应的，只要 ITO 导电基底预先用刻蚀工艺制备出所需图案即可，比如双极电极阵列图案，如图 4 所示；或者其他电极图案，例如图案 a，如图 1 所示，由一个顶端正方形、两个底端正方形和四组线条组成，其中，两组线条的顶端与顶端正方形的同一条边连接，另外两组线条的底端分别与一个底端正方形的一条边连接，且每组与顶端正方形连接的线条与一组与底端正方形连接的线条形成交叉线条，四组线条皆平行；如图案 b，如图 2 所示，由一个顶端正方形、一个底端正方形和四组线条组成，其中，两组线条的顶端与顶端正方形的同一条边连接，另外两组线条的底端与底端正方形的同一条边连接，且每组与顶端正方形连接的线条与一组与底端正方形连接的线条形成交叉线条，四组线条皆平行；图案 c，如图 3 所示，由两个 L 形和一组线条组成，两个 L 形的竖边相邻且平行，线条的两端分别固定在两个 L 形的竖边上；如图案 d，如图 5 所示，由一个正方形、一个圆形和一个长方形组成，长方形的两条短边分别与正方形的一条边、圆形的边缘连接；上述图案中，每组线条由多根平行线条组成。

[0036] 以下结合附图 1-13 和实施例对本发明做进一步说明。

[0037] 实施例 1

[0038] 步骤一、以图案化 ITO 导电基底为工作电极，银 - 氯化银为参比电极，铂为对电极，将工作电极、参比电极和对电极共同插入含有 20mmol/l 的氯金酸溶液的电化学检测池中，并分别连接在电化学工作站上（电化学工作站与计算机相连）；电化学工作站的技术选项中选择阶跃脉冲法，参数设置为：初始电位 0.5V，脉冲时间 0.1s；终止电位 -1V，脉冲时间 1s，脉冲数 35，运行扫描在图案化 ITO 导电基底的图案表面电沉积一层均匀的金膜；

[0039] 所述图案化 ITO 导电基底采用光刻 - 湿法刻蚀工艺得到，图案如图 1 所示，图案叉指线条线宽为 2 微米，由于线宽为微米级，图 1 中省略部分叉指线条；

[0040] 步骤二、将沉积有薄膜的图案化 ITO 导电基底冲洗干净并吹干，然后将透明胶贴到沉积有薄膜的图案化 ITO 导电基底的表面，用橡皮刮平后，揭下，裁剪，即得与 ITO 导电基

底上的图案相同的图案化柔性金薄膜（柔性金电极），电极末端用镍导电胶布贴好作为触点。

[0041] 用光学显微镜观察所得到的柔性金薄膜的线宽，如图 6 所示，线宽为 2 微米。

[0042] 实施例 2

[0043] 步骤一、以图案化 ITO 导电基底为工作电极，银 - 氯化银为参比电极，铂为对电极，将工作电极、参比电极和对电极共同插入含有 20mmol/l 的氯金酸溶液的电化学检测池中，并分别连接在电化学工作站上（电化学工作站与计算机相连）；电化学工作站的技术选项中选择阶跃脉冲法，参数设置为：初始电位 0.5V，脉冲时间 0.1s；终止电位 -1V，脉冲时间 1s，脉冲数 15，运行扫描在图案化 ITO 导电基底的图案表面电沉积一层均匀的金膜；

[0044] 所述图案化 ITO 导电基底采用光刻 - 湿法刻蚀工艺得到，图案如图 2 所示，图案叉指线条线宽为 4 微米，由于线宽为微米级，图 2 中省略部分叉指线条；

[0045] 步骤二、将沉积有薄膜的图案化 ITO 导电基底冲洗干净并吹干，然后将透明胶贴到沉积有薄膜的图案化 ITO 导电基底表面，用橡皮刮平后，揭下，裁剪，即得与 ITO 导电基底上的图案相同的图案化柔性金薄膜。

[0046] 用光学显微镜观察所得到的柔性金薄膜的线宽，如图 7 所示，线宽为 4 微米。

[0047] 实施例 3

[0048] 步骤一、以图案化 ITO 导电基底为工作电极，银 - 氯化银为参比电极，铂为对电极，将工作电极、参比电极和对电极共同插入含有 20mmol/l 的氯金酸溶液的电化学检测池中，并分别连接在电化学工作站上（电化学工作站与计算机相连）；电化学工作站的技术选项中选择阶跃脉冲法，参数设置为：初始电位 0.5V，脉冲时间 0.1s；终止电位 -1V，脉冲时间 1s，脉冲数 150，运行扫描在图案化 ITO 导电基底的图案表面电沉积一层均匀的金膜；

[0049] 所述图案化 ITO 导电基底采用光刻 - 湿法刻蚀工艺得到，图案如图 2 所示，图案叉指线条线宽为 6 微米；

[0050] 步骤二、将沉积有薄膜的图案化 ITO 导电基底冲洗干净并吹干，然后将透明胶贴到沉积有薄膜的图案化 ITO 导电基底表面，用橡皮刮平后，揭下，裁剪，即得与 ITO 导电基底上的图案相同的图案化柔性金薄膜。

[0051] 用光学显微镜观察所得到的柔性金薄膜的线宽，如图 8 所示，线宽为 6 微米。

[0052] 实施例 4

[0053] 步骤一、以图案化 ITO 导电基底为工作电极，银 - 氯化银为参比电极，铂为对电极，将工作电极、参比电极和对电极共同插入含有 20mmol/l 的氯金酸溶液的电化学检测池中，并分别连接在电化学工作站上（电化学工作站与计算机相连）；电化学工作站的技术选项中选择阶跃脉冲法，参数设置为：初始电位 0.5V，脉冲时间 0.1s；终止电位 -1V，脉冲时间 1s，脉冲数 100，运行扫描在图案化 ITO 导电基底的图案表面电沉积一层均匀的金膜；

[0054] 所述图案化 ITO 导电基底采用光刻 - 湿法刻蚀工艺得到，图案如图 2 所示，图案叉指线条线宽为 8 微米；

[0055] 步骤二、将沉积有薄膜的图案化 ITO 导电基底冲洗干净并吹干，然后将透明胶贴到沉积有薄膜的图案化 ITO 导电基底表面，用橡皮刮平后，揭下，裁剪，即得与 ITO 导电基底上的图案相同的图案化柔性金薄膜。

[0056] 用光学显微镜观察所得到的柔性金薄膜的线宽，如图 8 所示，线宽为 8 微米。

[0057] 实施例 5

[0058] 步骤一、以图案化 ITO 导电基底为工作电极,银-氯化银为参比电极,铂为对电极,将工作电极、参比电极和对电极共同插入含有 20mmol/l 的氯金酸溶液的电化学检测池中,并分别连接在电化学工作站上(电化学工作站与计算机相连);电化学工作站的技术选项中选择阶跃脉冲法,参数设置为:初始电位 0.5V,脉冲时间 0.1s;终止电位 -1V,脉冲时间 1s,脉冲数 35,运行扫描在图案化 ITO 导电基底的图案表面电沉积一层均匀的金膜;

[0059] 所述图案化 ITO 导电基底采用光刻-湿法刻蚀工艺得到,图案叉指线条线宽为 10 微米,图案如图 1 所示;

[0060] 步骤二、将沉积有薄膜的图案化 ITO 导电基底冲洗干净并吹干,然后将透明胶贴到沉积有薄膜的图案化 ITO 导电基底图案表面,用橡皮刮平后,揭下,裁剪,即得与 ITO 导电基底上的图案相同的图案化柔性金薄膜,如图 14 所示。

[0061] 用光学显微镜观察所得到的柔性金薄膜的线宽,如图 10 所示,线宽为 10 微米。

[0062] 实施例 6

[0063] 步骤一、以图案化 ITO 导电基底为工作电极,银-氯化银为参比电极,铂为对电极,将工作电极、参比电极和对电极共同插入含有 20mmol/l 的氯金酸溶液的电化学检测池中,并分别连接在电化学工作站上(电化学工作站与计算机相连);电化学工作站的技术选项中选择阶跃脉冲法,参数设置为:初始电位 0.5V,脉冲时间 0.1s;终止电位 -1V,脉冲时间 1s,脉冲数 300,运行扫描在图案化 ITO 导电基底图案的图案表面电沉积一层均匀的金膜;

[0064] 所述图案化 ITO 导电基底采用光刻-湿法刻蚀工艺得到,图案如图 3 所示,图案叉指线条线宽为 60 微米,由于线宽为微米级,图 3 中省略部分叉指线条;

[0065] 步骤二、将沉积有薄膜的图案化 ITO 导电基底冲洗干净并吹干,然后将透明胶贴到沉积有薄膜的图案化 ITO 导电基底表面,用橡皮刮平后,揭下,裁剪,即得与 ITO 导电基底的图案相同的图案化柔性金薄膜。

[0066] 用光学显微镜观察所得到的柔性金薄膜的线宽,如图 11 所示,线宽为 60 微米。

[0067] 实施例 7

[0068] 步骤一、以图案化 ITO 导电基底为工作电极,银-氯化银为参比电极,铂为对电极,将工作电极、参比电极和对电极共同插入含有 20mmol/l 的氯金酸溶液的电化学检测池中,并分别连接在电化学工作站上(电化学工作站与计算机相连);电化学工作站的技术选项中选择阶跃脉冲法,参数设置为:初始电位 0.5V,脉冲时间 0.1s;终止电位 -1V,脉冲时间 1s,脉冲数 100,运行扫描在图案化 ITO 导电基底的图案表面电沉积一层均匀的金膜;

[0069] 所述图案化 ITO 导电基底采用光刻-湿法刻蚀工艺得到,如图 4 所示,线宽为 1.5mm,图案为双极电极阵列;

[0070] 步骤二、将沉积有薄膜的图案化 ITO 导电基底冲洗干净并吹干,然后将透明胶贴到沉积有薄膜的图案化 ITO 导电基底表面,用手刮平后,揭下,即得与 ITO 导电基底的图案相同的柔性金双极电极阵列薄膜。

[0071] 实施例 8

[0072] 步骤一、以图案化 ITO 导电基底为工作电极,银-氯化银为参比电极,铂为对电极,将工作电极、参比电极和对电极共同插入含有 100mmol/l 硫酸铜溶液的电化学检测池中,并分别连接在电化学工作站上(电化学工作站与计算机相连);电化学工作站的技术选项

中选择电流时间曲线法,参数设置为:电位为-0.5V,时间30s,运行扫描在图案化ITO导电基底的图案表面电沉积一层均匀的铜膜;

[0073] 所述图案化ITO导电基底采用光刻-湿法刻蚀工艺得到,图案如图5所示,线宽为2mm;

[0074] 步骤二、将沉积有薄膜的图案化ITO导电基底冲洗干净并吹干,然后将双面胶的一面贴到沉积有薄膜的图案化ITO导电基底表面,用手刮平后,揭下,裁剪,即得与ITO导电基底的图案相同的柔性铜薄膜,将双面胶的另一面粘贴到载玻片上,得到与ITO导电基底的图案相同的刚性铜薄膜,如图15所示,方便应用。

[0075] 实施例9

[0076] 步骤一、以图案化ITO导电基底为工作电极,银-氯化银为参比电极,铂为对电极,将工作电极、参比电极和对电极共同插入含有10mmmol/l的氯钯酸水溶液的电化学检测池中,并分别连接在电化学工作站上(电化学工作站与计算机相连);电化学工作站的技术选项中选择阶跃脉冲法,参数设置为:初始电位0.5V,脉冲时间0.1s;终止电位-1V,脉冲时间1s,脉冲数35,运行扫描在图案化ITO导电基底的图案表面电沉积一层均匀的钯膜;

[0077] 所述图案化ITO导电基底采用光刻-湿法刻蚀工艺得到,图案如图5所示,线宽为2mm;

[0078] 步骤二、将沉积有薄膜的图案化ITO导电基底冲洗干净并吹干,然后将双面胶的一面贴到沉积有薄膜的图案化ITO导电基底表面,用手刮平后,揭下,裁剪,即得与ITO导电基底的图案相同的柔性钯薄膜,将双面胶的另一面粘贴到载玻片上,得到与ITO导电基底的图案相同的刚性钯薄膜,方便应用。

[0079] 实施例10

[0080] 步骤一、以图案化ITO导电基底为工作电极,银-氯化银为参比电极,铂为对电极,将工作电极、参比电极和对电极共同插入含有2.5mmmol/l铁氰化钾、2mmmol/l三氯化铁和1mmmol/l盐酸的普鲁士蓝沉积液的电化学检测池中,并分别连接在电化学工作站上(电化学工作站与计算机相连);电化学工作站的技术选项中选择电流时间曲线法,参数设置为:电位0.4V,时间400s,运行扫描在图案化ITO导电基底的图案表面电沉积一层均匀的普鲁士蓝膜;

[0081] 所述图案化ITO导电基底采用光刻-湿法刻蚀工艺得到,图案如图5所示,线宽为2mm;

[0082] 步骤二、将沉积有薄膜的图案化ITO导电基底冲洗干净并吹干,然后将双面胶的一面贴到沉积有薄膜的图案化ITO导电基底表面,用手刮平后,揭下,裁剪,即得与ITO导电基底的图案相同的柔性铁薄膜,将双面胶的另一面粘贴到载玻片上,得到与ITO导电基底的图案相同的刚性铁薄膜,方便应用。

[0083] 实施例11

[0084] 步骤一、以图案化ITO导电基底为工作电极,银-氯化银为参比电极,铂为对电极,将工作电极、参比电极和对电极共同插入含有100mmol/l的硝酸银溶液的电化学检测池中,并分别连接在电化学工作站上(电化学工作站与计算机相连);电化学工作站的技术选项中选择电流时间曲线,参数设置为:电位-0.3V,时间50s,运行扫描在图案化ITO导电基底的图案表面电沉积一层均匀的银膜;

[0085] 所述图案化 ITO 导电基底采用光刻 - 湿法刻蚀工艺得到, 图案如图 5 所示, 线宽为 2mm ;

[0086] 步骤二、将沉积有薄膜的图案化 ITO 导电基底冲洗干净并吹干, 然后将双面胶的一面贴到沉积有薄膜的图案化 ITO 导电基底表面, 用手刮平后, 揭下, 裁剪, 即得与 ITO 导电基底的图案相同的柔性银薄膜, 将双面胶的另一面粘贴到载玻片上, 得到与 ITO 导电基底的图案相同的刚性银薄膜, 方便应用。

[0087] 实施例 12

[0088] 步骤一、在电化学检测池中放一粒磁力搅拌子, 置于磁力搅拌器上, 以实施例 1 制备的柔性金电极为工作电极, 银 - 氯化银为参比电极, 铂为对电极, 将工作电极、参比电极和对电极共同插入含有某浓度汞离子的 5mL 0.1mol/L 盐酸缓冲液的电化学检测池中, 并分别连接在电化学工作站 (电化学工作站与计算机连接) 上, 在电化学工作站的技术选项中选择微分脉冲伏安法, 扫描电位范围设置为 -0.2V ~ 0.8V, 运行电化学工作站进行扫描, 在 -0.2V 电位沉积, 搅拌条件下沉积 120s, 静置 10s, 富集的汞在扫描过程中在柔性金电极表面发生氧化反应, 通过计算机监测其电化学响应; 数据采集完成后在 0.9V 恒电位清除电极表面富集的金属汞;

[0089] 上述步骤一共进行 11 次, 11 次实验中, 其他条件相同, 只改变汞离子浓度, 11 次实验中, 汞离子浓度分别为 0 μg L⁻¹, 1 μg L⁻¹, 3 μg L⁻¹, 5 μg L⁻¹, 8 μg L⁻¹, 10 μg L⁻¹, 30 μg L⁻¹, 50 μg L⁻¹, 80 μg L⁻¹, 100 μg L⁻¹, 150 μg L⁻¹;

[0090] 步骤二、将数据导出 txt 文本后采用 Origin 作图, 将氧化峰电流对汞 (II) 溶液浓度作图, 可得到线性关系的标准曲线, 如图 12 所示, 图中, ΔI 表示氧化峰电流, [Hg(II)] 表示汞溶液浓度, R 表示拟合值。绘制不同浓度汞的氧化峰曲线, 得到氧化峰电流与汞离子浓度的对应关系, 如图 13 所示, 图中, 曲线从下至上分别为浓度为 1 μg L⁻¹, 3 μg L⁻¹, 5 μg L⁻¹, 8 μg L⁻¹, 10 μg L⁻¹, 30 μg L⁻¹, 50 μg L⁻¹, 80 μg L⁻¹, 100 μg L⁻¹, 150 μg L⁻¹ 的汞的氧化峰曲线。从图 12 和 13 可以看出, 本发明制备的薄膜电极可以和大型电极一样使用, 具有良好的稳定性。

[0091] 显然, 以上实施例的说明只是用于帮助理解本发明的方法及其核心思想。应当指出, 对于所属技术领域的普通技术人员来说, 在不脱离本发明原理的前提下, 还可以对本发明进行若干改进和修饰, 这些改进和修饰也落入本发明权利要求的保护范围内。

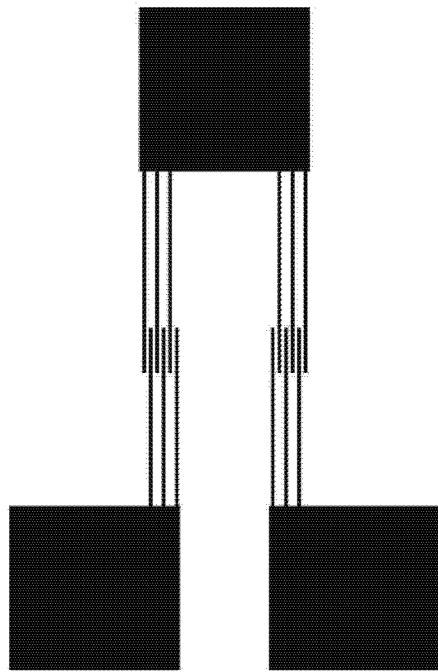


图 1

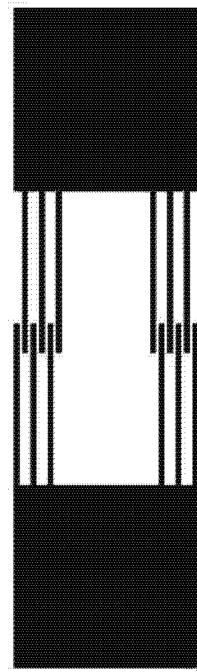


图 2

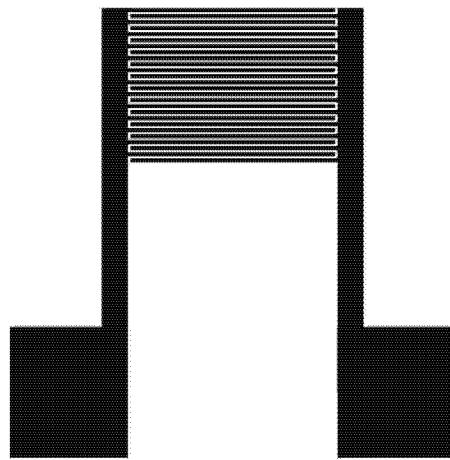


图 3

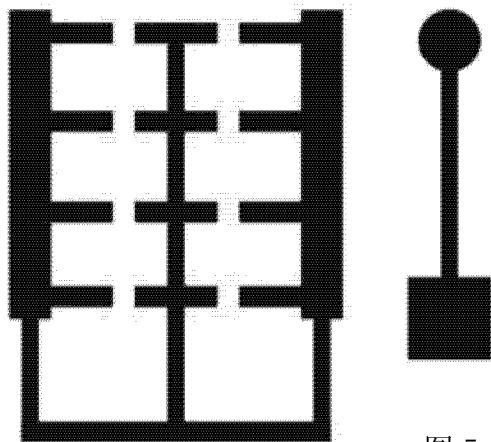


图 4

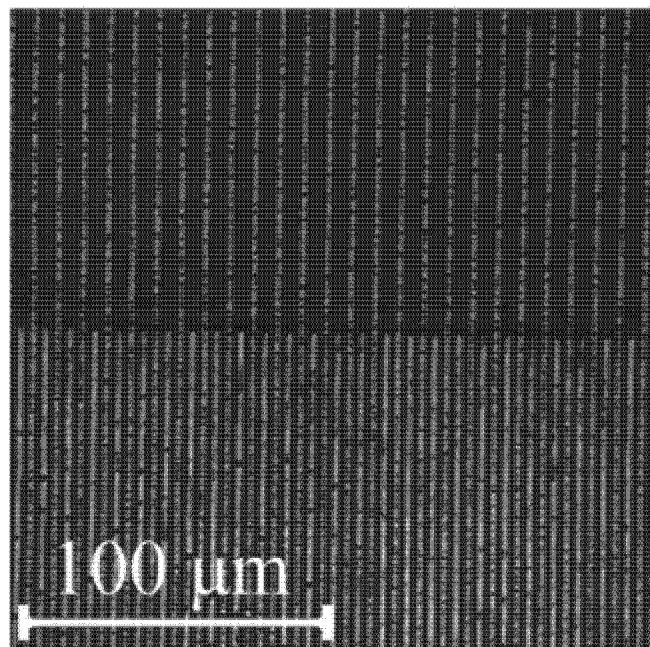


图 6

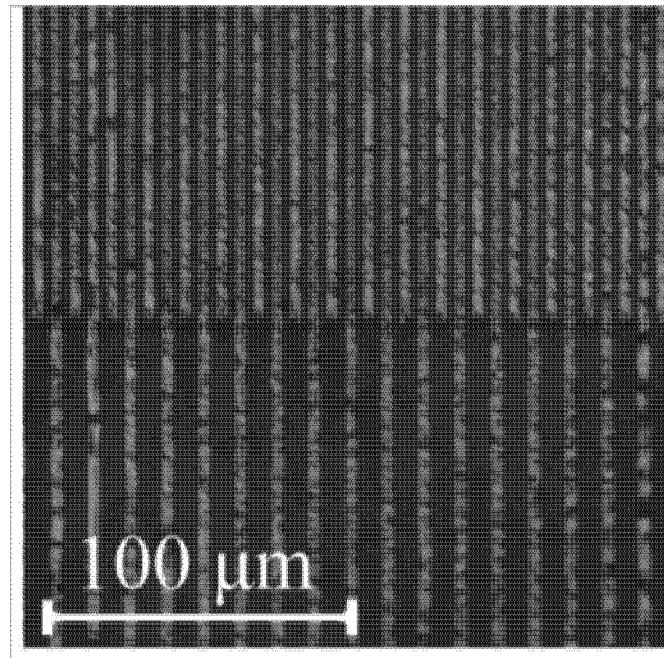


图 7

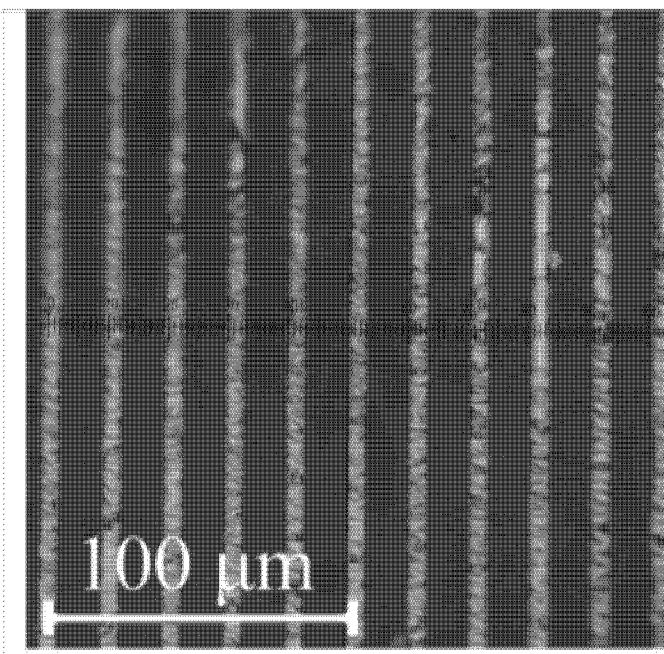


图 8

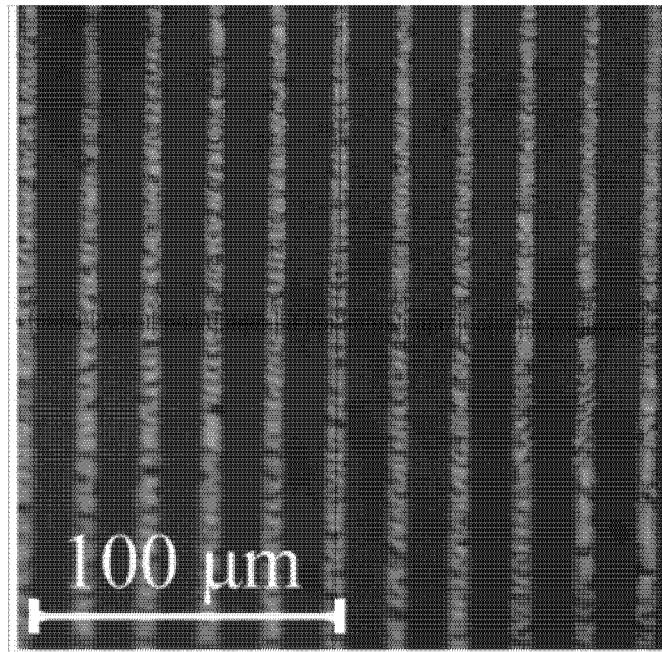


图 9

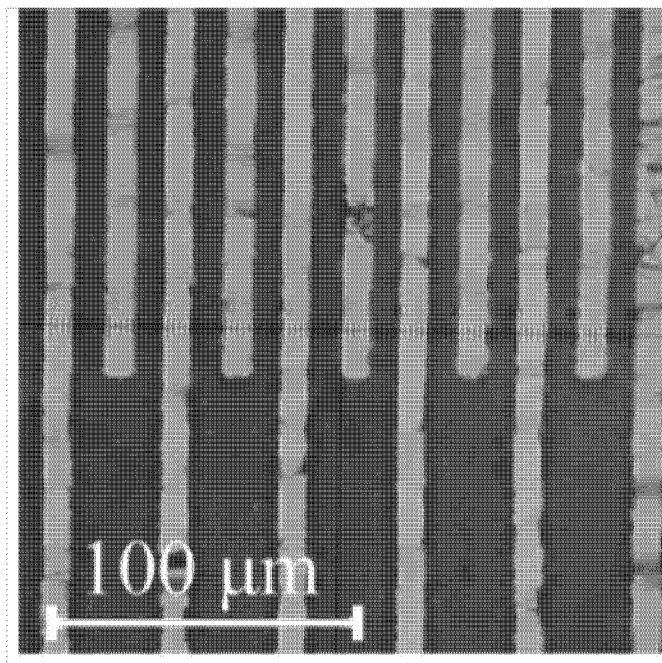


图 10

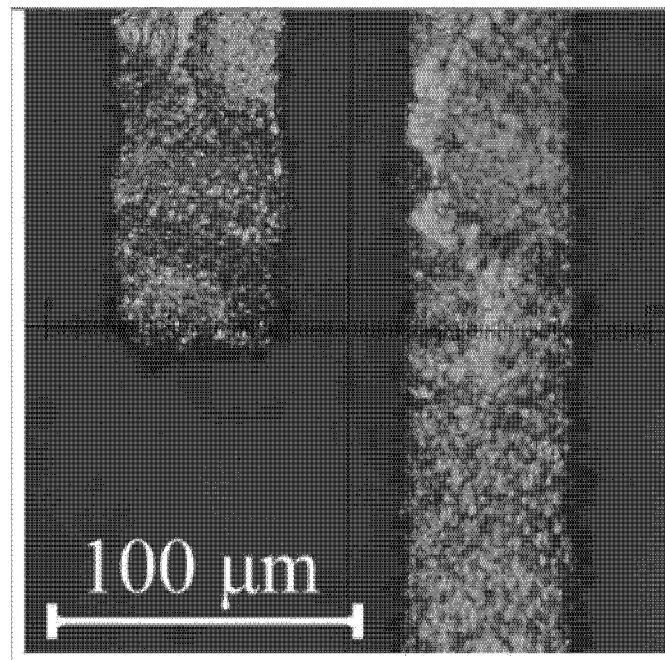


图 11

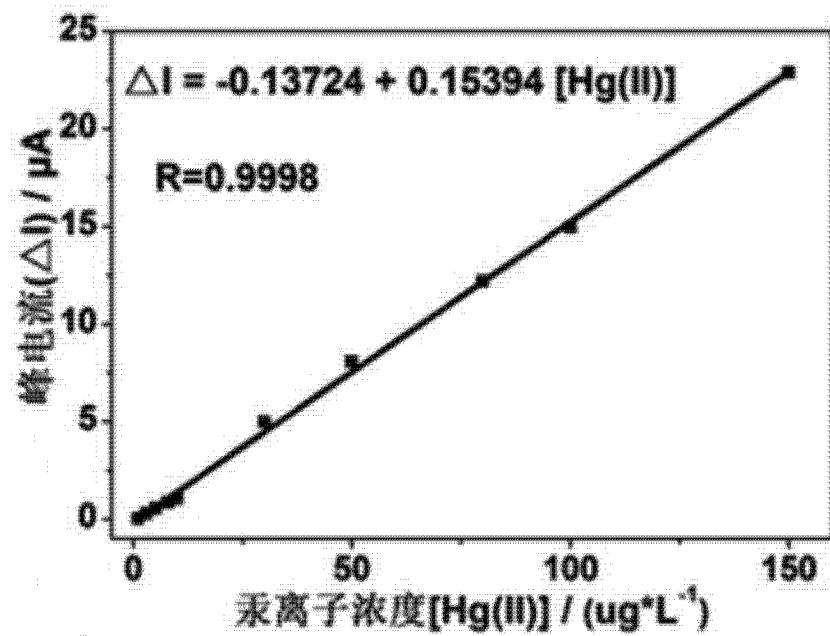


图 12

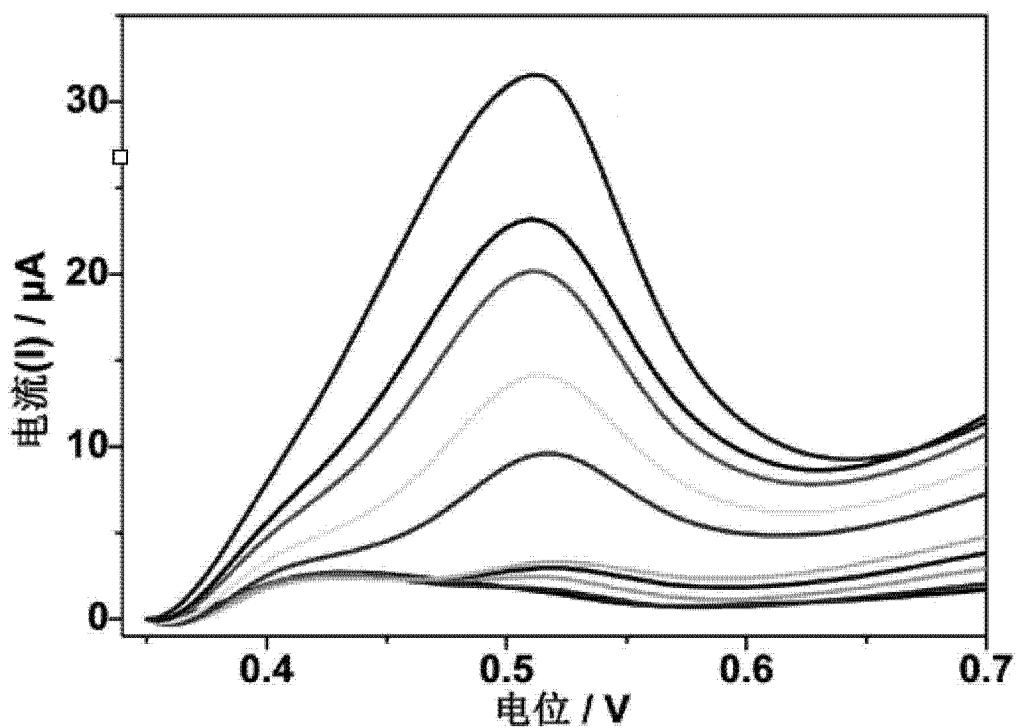


图 13

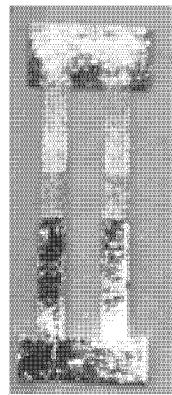


图 14

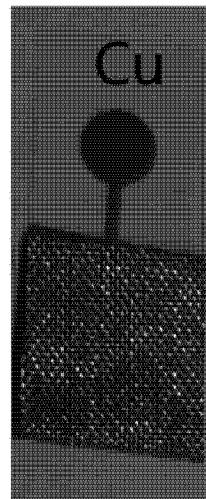


图 15