

(12) 특허협력조약에 의하여 공개된 국제출원

(19) 세계지식재산권기구
국제사무국

(43) 국제공개일

2024 년 12 월 12 일 (12.12.2024)



WIPO | PCT



(10) 국제공개번호

WO 2024/253239 A1

(51) 국제특허분류:

G01Q 60/60 (2010.01)

G01Q 70/16 (2010.01)

(21) 국제출원번호:

PCT/KR2023/009337

(22) 국제출원일:

2023 년 7 월 3 일 (03.07.2023)

(25) 출원언어:

한국어

(26) 공개언어:

한국어

(30) 우선권정보:

10-2023-0073371 2023 년 6 월 8 일 (08.06.2023) KR

(71) 출원인: 동아대학교 산학협력단 (DONG-A UNIVERSITY RESEARCH FOUNDATION FOR INDUSTRY-ACADEMY COOPERATION) [KR/KR];

49315 부산광역시 사하구 낙동대로550번길 37, 동아대학교 산학협력단, Busan (KR).

(72) 발명자: 이효종 (LEE, Hyo Jong); 48089 부산광역시 해운대구 해운대로 428, 110동 404호, Busan (KR).

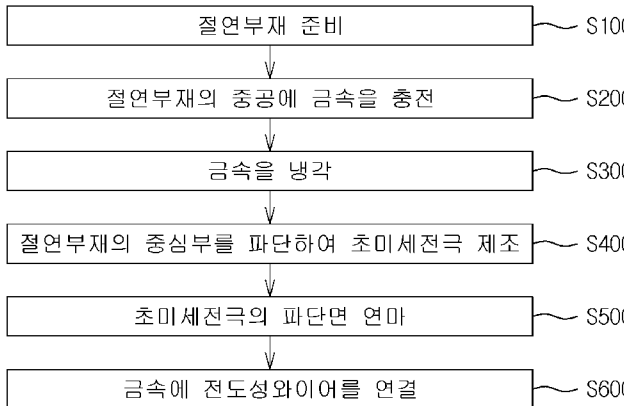
김정환 (KIM, Jung Han); 51507 경상남도 창원시 성산구 토월로27번길 18, 107동 1003호, Gyeongsangnam-do (KR). 김영서 (KIM, Young Seo); 57991 전라남도 순천시 구암3길 22, 106동 1401호, Jeollanam-do (KR). 신한균 (SHIN, Han Kyun); 51169 경상남도 창원시 의창구 명지로10번길 6, Gyeongsangnam-do (KR). 조영준 (CHO, Young Jun); 49352 부산광역시 사하구 낙동대로135번길 46, 102호, Busan (KR).

(74) 대리인: 전용철 (JUN, Yong Cheul); 47823 부산광역시 동래구 충렬대로 134-1 2층, 마이스타 24특허법률사무소, Busan (KR).

(81) 지정국 (별도의 표시가 없는 한, 가능한 모든 종류의 국내 권리의 보호를 위하여): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CV, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IQ, IR, IS, IT, JM, JO, JP, KE, KG, KH, KN, KP, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD,

(54) Title: ULTRA-FINE ELECTRODE USING LOW MELTING POINT METAL AND METHOD FOR MANUFACTURING SAME

(54) 발명의 명칭: 저융점 금속을 이용한 초미세전극 및 이의 제조방법



S100 ... Prepare insulation member

S200 ... Fill hollow of insulation member with metal

S300 ... Cool metal

S400 ... Fracture center of insulation member to manufacture ultra-fine electrode

S500 ... Polish fracture surface of ultra-fine electrode

S600 ... Connect conductive wire to metal

(57) Abstract: The present invention relates to an ultra-fine electrode using a low melting point metal and a method for manufacturing same. A method for manufacturing an ultra-fine electrode using a low melting point metal according to one aspect of the present invention comprises the steps of: preparing an insulation member having a hollow formed along the longitudinal direction; filling the hollow of the insulation member with a liquid metal having a melting point of 25-400 °C; cooling and solidifying the metal filled in the hollow of the insulation member; and forming a necking on the insulation member and the metal, and fracturing the necked portion to manufacture the ultra-fine electrode.

[다음 쪽 계속]



MG, MK, MN, MU, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO,
NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW,
SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN,
TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, WS, ZA, ZM, ZW.

- (84) 지정국 (별도의 표시가 없는 한, 가능한 모든 종류의
역내 권리의 보호를 위하여): ARIPO (BW, CV, GH, GM,
KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SC, SD, SL, ST, SZ, TZ,
UG, ZM, ZW), 유라시아 (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ,
TM), 유럽 (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE,
ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC,
ME, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM,
TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW,
KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

공개:

— 국제조사보고서와 함께 (조약 제21조(3))

(57) 요약서: 본 발명은 저융점 금속을 이용한 초미세전극 및 이의 제조방법에 관한 것이다. 이러한 본 발명의 일면에
따른 저융점 금속을 이용한 초미세전극의 제조방법은 길이 방향을 따라 중공이 형성된 절연부재를 준비하는 단계;
상기 절연부재의 중공에 용점이 25 내지 400 °C인 액체 상태의 금속을 충전하는 단계; 상기 절연부재의 중공에 충전된
금속을 냉각시켜 고체화시키는 단계; 및 상기 절연부재와 상기 금속에 네킹이 형성되도록 하고, 네킹이 형성된 부분의
과단이 이루어지도록 하여 초미세전극을 제조하는 단계;를 포함한다.

명세서

발명의 명칭: 저융점 금속을 이용한 초미세전극 및 이의 제조방법 기술분야

- [1] 본 발명은 주사전기화학현미경의 전극으로 활용할 수 있을 뿐만 아니라, 주사전기화학현미경을 이용한 미세 표면 분석을 위한 시편으로 사용할 수 있는 저융점 금속을 이용한 초미세전극 및 이의 제조방법에 관한 것이다.

배경기술

- [2] 최근 이차전지 배터리를 비롯하여 부식, 전기화학 센서 등의 전기화학적 반응을 기반으로 한 제품의 특성을 보다 향상시키기 위해, 전기화학적 반응에 대한 측정 분석 연구가 활발히 진행되고 있다.
- [3] 전술한 전기화학적 반응에 대한 측정 분석 연구 중 하나로 주사전기화학현미경(scanning electrochemical microscope)에 이용하기 위한 초미세전극(ultra-micro electrode)의 개발에 대한 연구가 이루어지고 있다.
- [4] 주사전기화학현미경은 초미세전극(ultra-micro electrode)을 이용해 매우 뛰어난 공간적 분해능(spatial resolution)을 가질 뿐만 아니라, 초미세전극(ultra-micro electrode)의 형상을 통해 국부적 전기 활성 정도를 정량적으로 측정할 수 있는 이점이 있다. 주사전기화학현미경에서 초미세전극은 탐침의 팁으로 주로 사용되는 경우가 많으나, 초미세전극이 갖는 형상으로 인해 재료 표면의 특정 구간을 한정하기 용이하여 경우에 따라서 주사전기화학현미경의 측정 기관으로도 활용되고 있다.
- [5] 도 7에 도시된 바와 같이 일반적으로 초미세전극(20)의 제조는 하기와 같은 방식으로 이루어지고 있다.
- [6] 먼저, 중공이 형성된 관(21)의 중심부에 열을 가하면서 관(21)의 양단에 인장력(Tension Force)을 인가하여 관(21) 중심부의 단면적이 감소되도록 하고, 관(21)의 중공에 전도성와이어(22)를 삽입한다. 다음으로, 전도성와이어(22)가 삽입된 관(21)의 중심부에 레이저(Laser) 등을 이용해 열을 가하면서 양단에 인장력을 인가하여 관(21)의 내면과 전도성와이어(22)의 외면이 밀착되도록 한 후 관(21)에 지속적으로 열과 인장력을 인가하여 관(21)과 전도성와이어(22)의 중심부의 파단이 이루어지도록 하는 방식으로 초미세전극(20)을 제조하였다.
- [7] 다만, 전술한 것과 같은 일반적인 초미세전극(20)의 제조방법은 관(21)의 내면과 전도성와이어(22)의 외면이 밀착되도록 하기 위한 과정을 거쳐야 되는 등 제조방법이 다소 번거로운 문제가 있었다.
- [8] 또한, 관(21)과 전도성와이어(22)의 밀착 및 중심부 파단이 이루어지도록 하는 과정에서 전도성와이어(22)의 온도가 융점 부근까지 높아짐에 따라, 전도성와이어(22)의 외면과 관(21)의 내면 사이에 존재하는 공기로 인해 전도성와이어(22)

에 산화막이 형성되어 관(21)의 내면과 전도성와이어(22)의 외면 사이의 밀착이 원활하게 이루어지지 않는 문제가 있었다.

발명의 상세한 설명

기술적 과제

- [9] 본 발명의 목적은 상기한 문제점을 해결하기 위한 것으로서, 주사전기화학현미경 프로브의 탐침으로 활용할 수 있을 뿐만 아니라, 미세결정립을 분석할 수 있는 시편으로써 활용할 수 있는 초미세전극을 보다 원활하게 제공할 수 있도록 하는 저융점 금속을 이용한 초미세전극 및 이의 제조방법을 제공하는 데 있다.
- [10] 본 발명의 목적은 이상에서 언급한 목적으로 제한되지 않으며, 언급되지 않은 또 다른 목적들은 아래의 기재로부터 명확하게 이해될 수 있을 것이다.

과제 해결 수단

- [11] 전술한 목적을 달성하기 위한, 본 발명의 일면에 따른 저융점 금속을 이용한 초미세전극의 제조방법은 길이 방향을 따라 중공이 형성된 절연부재를 준비하는 단계; 상기 절연부재의 중공에 용점이 25 내지 400 °C인 액체 상태의 금속을 충전하는 단계; 상기 절연부재의 중공에 충전된 금속을 냉각시켜 고체화시키는 단계; 및 상기 절연부재와 상기 금속에 네킹이 형성되도록 하고, 네킹이 형성된 부분의 파단이 이루어지도록 하여 초미세전극을 제조하는 단계;를 포함한다.
- [12] 전술한 목적을 달성하기 위한, 본 발명의 다른 면에 따른 저융점 금속을 이용한 초미세전극은 길이 방향을 따라 중공이 형성되고, 일단부부터 타측 소정 지점까지 직경이 점차적으로 증가하는 절연부재; 및 상기 절연부재의 내부에 구비되며, 일단면이 상기 절연부재의 일단면 외부로 노출되고, 용점이 25 내지 400 °C인 금속;을 포함한다.

발명의 효과

- [13] 상기한 구성에 의한 본 발명의 실시예에 따른 저융점 금속을 이용한 초미세전극 및 이의 제조방법은 주사전기화학현미경 탐침의 팁으로 사용할 수 있을 뿐만 아니라, 주사전기화학현미경의 시편으로서 활용할 수 있는 초미세전극을 제공할 수 있다.
- [14] 또한, 액체 상태의 금속을 절연부재에 형성된 중공에 충전함으로써 초미세전극을 제조함에 따라, 초미세전극의 제조시 절연부재의 내면에 금속의 밀착이 간편하고 효과적으로 이루어지는 장점이 있다.

도면의 간단한 설명

- [15] 도 1은 본 발명의 일 실시예에 따른 저융점 금속을 이용한 초미세전극의 제조방법의 순서를 나타낸 순서도이다.
- [16] 도 2는 본 발명의 실시예들에 따른 저융점 금속을 이용한 초미세전극 및 이의 제조방법을 설명하기 위한 개념도이다.
- [17] 도 3은 실시예 1에 따라 제조된 초미세전극을 시험예 1에 따라 UBS 현미경으로 분석한 결과를 나타낸 사진이다.

[18] 도 4 내지 6은 실시예 1에 따라 제조된 초미세전극을 주사전자현미경을 이용해 분석한 결과를 나타낸 사진이다.

[19] 도 7은 일반적인 초미세전극의 제조방법을 설명하기 위한 개념도이다.

발명의 실시를 위한 최선의 형태

[20] 전술한 목적을 달성하기 위한, 본 발명의 일 실시예에 따른 저융점 금속을 이용한 초미세전극의 제조방법은 길이 방향을 따라 중공이 형성된 절연부재를 준비하는 단계; 상기 절연부재의 중공에 용점이 25 내지 400 °C인 액체 상태의 금속을 충전하는 단계; 상기 절연부재의 중공에 충전된 금속을 냉각시켜 고체화시키는 단계; 및 상기 절연부재와 상기 금속에 네킹이 형성되도록 하고, 네킹이 형성된 부분의 파단이 이루어지도록 하여 초미세전극을 제조하는 단계;를 포함한다.

[21] 상기 금속을 충전하는 단계는 상기 절연부재를 상기 금속의 융점 이상으로 가열하고, 가열된 상기 절연부재에 액체 상태의 상기 금속을 충전하는 것을 특징으로 한다.

[22] 상기 금속을 충전하는 단계는 갈륨, 인듐, 주석, 안티모니, 카드뮴, 탈륨, 납, 비스무트, 우드 합금 및 이들의 합금 중 적어도 하나를 포함하는 금속을 충전하는 것을 특징으로 한다.

[23] 상기 초미세전극을 제조하는 단계는 상기 고체화시키는 단계에서 얻어지는 상기 금속이 내부에 구비된 상기 절연부재의 중심부를 가열하면서 상기 절연부재의 일단과 타단에 각각 타방향과 일방향으로 일정하게 인장력을 인가하여 중심부에 네킹이 형성되도록 하고, 네킹이 형성된 중심부의 파단이 이루어지도록 하여 상기 초미세전극을 제조하는 것을 특징으로 한다.

[24] 상기 절연부재를 준비하는 단계는 붕규산 유리, 실리콘 산화물 및 알루미늄 실리콘 산화물 중 적어도 하나를 포함하여 구성되는 상기 절연부재를 준비하는 것을 특징으로 한다.

[25] 전술한 목적을 달성하기 위한, 본 발명의 다른 실시예에 따른 저융점 금속을 이용한 초미세전극은 길이 방향을 따라 중공이 형성되고, 일단부부터 타측 소정 지점까지 직경이 점차적으로 증가하는 절연부재; 및 상기 절연부재의 내부에 구비되며, 일단면이 상기 절연부재의 일단면 외부로 노출되고, 용점이 25 내지 400 °C인 금속;을 포함한다.

발명의 실시를 위한 형태

[26] 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.

[27]

[28] 이하, 도면들을 참조하여 본 발명의 실시예들에 따른 저융점 금속을 이용한 초미세전극 및 이의 제조방법을 설명하도록 한다.

[29]

본 발명의 실시예들에 따른 저융점 금속을 이용한 초미세전극 및 이의 제조방법을 설명하는데 있어서, 실질적으로 동일한 구성은 도면부호를 일치시켜 기재하고, 반복되는 설명은 편의상 생략하도록 한다.

[30]

[31] 본 발명의 일 실시예에 따른 저융점 금속을 이용한 초미세전극의 제조방법은 본 발명의 다른 실시예에 따른 저융점 금속을 이용한 초미세전극(100)을 제조하기 위한 방법으로, 절연부재 준비단계(S100), 충전단계(S200), 냉각단계(S300) 및 초미세전극 제조단계(S400)를 포함한다.

[32]

본 발명의 다른 실시예에 따른 저융점 금속을 이용한 초미세전극(100)은 절연부재(110) 및 금속(120)을 포함한다.

[33]

길이 방향을 따라 중공(111)이 형성된 모세관 형상을 갖는 절연부재(110)를 준비한다(S100).

[34]

절연부재 준비단계(S100)에서 준비되는 절연부재(110)는 절연성을 갖는 소재로 구성되는 것이면 제한되지 않고, 유리 소재로 구성될 수 있으며, 예를 들어, 붕규산 유리(borosilicate glass), 실리콘 산화물(silicon oxide) 및 알루미늄 실리콘 산화물(aluminium silicon oxide) 중 적어도 하나를 포함하여 구성될 수 있다.

[35]

절연부재 준비단계(S100)에서 준비되는 절연부재(110)의 내경은 수 ~ 수백 μm 수준이면 제한되지 않으나, 초미세전극 제조단계(S400)에서 원활하게 파단될 수 있도록 편의상 100 내지 1000 μm 일 수 있다.

[36]

[37] 절연부재 준비단계(S100)에서 준비된 절연부재(110)의 길이 방향을 따라 형성된 중공(111)에 액체 상태의 금속(120)을 충전한다(S200).

[38]

충전단계(S200)는 금속(120)을 융점 이상으로 가열하여 용융시키고, 용융되어 액체 상태인 금속(120)을 절연부재(110)의 중공(111)에 충전하는 단계일 수 있다.

[39]

충전단계(S200)에서 절연부재(110)의 중공(111)에 금속(120)의 충전시 금속(120)이 고화되지 않고 원활하게 충전되도록 금속(120) 뿐만 아니라, 절연부재(110)도 충전되는 금속(120)의 융점 이상으로 가열될 수 있다.

[40]

충전단계(S200)는 액체 상태인 금속(120)을 절연부재(110)의 중공(111)에 충전하여 절연부재(110)의 내부 공간 중심부를 포함한 일부분 또는 전체에 액체 상태인 금속(120)을 충전하는 단계일 수 있다.

[41]

충전단계(S200)에서 절연부재(110)에 충전되는 금속(120)은 충전이 원활하게 이루어질 수 있도록 융점이 25 내지 400 $^{\circ}\text{C}$ 일 수 있다.

- [42] 충전단계(S200)에서 절연부재(110)에 충전되는 금속(120)의 용점이 25°C 미만이면 용점이 너무 낮아 초미세전극(100)의 실제 사용시 금속(120)이 용융되어 초미세전극(100)의 사용이 어려울 수 있다.
- [43] 충전단계(S200)에서 절연부재(110)에 충전되는 금속(120)의 용점이 400 °C를 초과하면 금속(120)의 용점이 너무 높아 금속(120)의 용융이 어려워 금속(120)의 충전이 원활하게 이루어지지 않을 수 있다.
- [44] 충전단계(S200)에서 절연부재(110)에 충전되는 금속(120)은 용점이 25 내지 400 °C인 것이면 제한되지 않고, 예를 들어, 갈륨(Ga), 인듐(In), 주석(Sn), 안티모니(Sb), 카드뮴(Cd), 탈륨(Tl), 납(Pb), 비스무트(Bi), 우드 합금(Wood's Metal) 및 이들의 합금 중 적어도 하나를 포함할 수 있다.
- [45] 바람직하게, 충전단계(S200)에서 절연부재(110)에 충전되는 금속(120)은 용점이 25 내지 200 °C일 수 있고, 더욱 바람직하게는, 50 내지 100 °C일 수 있다.
- [46] 더욱 바람직하게, 충전단계(S200)에서 절연부재(110)에 충전되는 금속(120)은 우드 합금(Wood's Metal)일 수 있다.
- [47] 한편, 우드 합금은 비스무트 50 중량%, 납 26.7 중량%, 주석 13.3 중량% 및 카드뮴 10 중량%로 구성되고, 용점이 약 70 °C인 것으로 알려져 있다.
- [48]
- [49] 충전단계(S200)에서 금속(120)을 충전하는 방법은 절연부재(110)의 내부에 기포가 형성되지 않도록 금속(120)을 충전할 수 있는 것이면 제한되지 않고, 예를 들어, 절연부재(110)의 중공(111)이 형성된 내부에 음압을 형성하여 액체 상태의 금속(120)이 충전되도록 하는 흡입(suction) 방법, 절연부재(110)의 중공(111)에 액체 상태의 금속(120)을 직접 주입(injection)하는 방법을 이용할 수 있다.
- [50] 충전단계(S200)는 충전되는 금속(120)에 기포가 형성되지 않도록 절연부재(110)의 중공(111)에 금속(120)을 충전하는 단계일 수 있다.
- [51] 충전단계(S200)에서 금속(120)의 충전속도는 절연부재(110)의 중공(111)에 충전되는 금속(120) 내에 기포가 형성되지 않을 정도이면 제한되지 않고, 예를 들어, 40 내지 60 mm/s일 수 있으며, 이때, 단위는 시간에 대하여 절연부재(110)에 충전된 금속(120)의 길이를 의미할 수 있다.
- [52] 충전단계(S200)에서 금속(120)의 충전속도가 40 mm/s 미만이면 금속(120)의 충전속도가 너무 느려 초미세전극(100)의 생산성이 떨어질 수 있고, 60 mm/s를 초과하면 금속(120)의 충전속도가 너무 빨라 절연부재(110)에 충전되는 금속(120) 내부에 기포가 형성되거나 절연부재(110)의 내면에 금속(120)의 밀착이 이루어지지 않을 수 있다.
- [53]
- [54] 충전단계(S200)에서 절연부재(110)에 충전된 금속(120)을 냉각시켜 고체화한다(S300).
- [55] 냉각단계(S300)는 절연부재(110)에 충전된 금속(120)이 절연부재(110)로부터 이탈하지 않도록 금속(120)을 냉각시키는 단계일 수 있다.

- [56] 충전단계(S200)에서 절연부재(110)에 충전된 금속이 냉각단계(S300)에서 냉각됨에 따라, 내측 중심부에 길이 방향을 따라 금속(120)이 구비된 절연부재(110)가 준비될 수 있고, 절연부재(110)의 내면에 금속(120)의 외면이 밀착될 수 있다.
- [57] 냉각단계(S300)에서 금속(120)의 냉각은 금속(120)의 용점 이하에서 이루어질 수 있고, 예를 들어, 상온에서 이루어질 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니며, 사용자의 필요에 따라 냉각 온도는 변경될 수 있다.
- [58]
- [59] 냉각단계(S300)에서 얻어지는 절연부재(110)와 금속(120)에 네킹이 형성되도록 하고, 네킹이 형성된 부분의 파단이 이루어지도록 하여 초미세전극(100)을 제조한다(S400).
- [60] 초미세전극 제조단계(S400)는 냉각단계(S300)에서 얻어지는 내측 중심부에 길이 방향을 따라 금속(120)이 구비된 절연부재(110)의 중심부를 가열하면서 절연부재(100)에 인장력(Tension Force)을 인가하여 중심부에 네킹이 형성되도록 하고, 네킹이 형성된 중심부의 파단이 이루어지도록 하여 초미세전극(100)을 제조하는 단계일 수 있다.
- [61] 이에 따라, 초미세전극 제조단계(S400)에서 제조되는 초미세전극(100)의 파단면에는 금속(120)의 표면이 노출될 수 있다.
- [62] 초미세전극 제조단계(S400)는 내부에 금속(120)이 구비된 절연부재(110)의 중심부를 가열하면서 절연부재(110)의 일단과 타단에 각각 타방향과 일방향으로 일정하게 인장력을 인가하여 절연부재(110)를 연신시킴으로써 금속(120)과 절연부재(110)의 중심부에 네킹이 형성되도록 하고, 네킹이 형성된 중심부가 파단되도록 하여 초미세전극(100)을 제조하는 단계일 수 있다.
- [63] 초미세전극 제조단계(S400)에서 절연부재(110)의 일단과 타단에 각각 타방향과 일방향으로 인장력을 인가할 때 절연부재(110)의 일단과 타단 각각에 인가되는 인장력이 서로 동일하도록 인가하는 것이 바람직하다.
- [64] 초미세전극 제조단계(S400)에서 절연부재(110)의 일단과 타단에 각각 타방향과 일방향으로 서로 동일하고 일정하게 인장력을 인가하면 절연부재(110)의 중심부에 네킹이 형성됨에 따라, 절연부재(110)의 중심부에 구비된 금속(120)에도 네킹이 형성될 수 있다.
- [65] 초미세전극 제조단계(S400)에서 중심부에 네킹이 형성된 금속(120)과 절연부재(110)의 파단은 절연부재(110)의 일단과 타단에 각각 타방향과 일방향으로 인장력을 인가하거나 네킹이 형성된 중심부를 레이저(Laser) 등을 이용해 가열하여 이루어질 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.
- [66] 초미세전극 제조단계(S400)에서 절연부재(110)의 일단과 타단에 각각 타방향과 일방향으로 인장력을 인가하여 네킹이 형성된 부분의 파단이 이루어지도록 하여 초미세전극(100)을 제조함에 따라, 제조되는 초미세전극(100)은 일단부부터 타측 소정 지점까지 점차적으로 직경이 증가하는 형상을 갖는 미세 니들(micro needle) 형상을 가질 수 있다.

- [67] 초미세전극 제조단계(S400)에서 제조되는 초미세전극(100)은 길이 방향을 따라 중공(111)이 형성되고 일단부부터 타측 소정 지점까지 점차적으로 직경이 증가하는 형상을 갖는 절연부재(110), 절연부재(110)의 내부에 구비되고 용점이 25 내지 200 °C인 금속(120)을 포함할 수 있다.
- [68] 금속(120)은 절연부재(110)의 중공(111)을 통해 충전되어 절연부재(110)의 내부에 구비되고, 절연부재(110)의 일단부부터 타측 기설정된 지점까지 구비될 수 있다.
- [69] 금속(120)은 초미세전극(100)을 주사전기화학현미경의 탐침이나 시편으로 활용할 수 있도록 일단면이 절연부재(110)의 일단면인 파단면 외부로 노출될 수 있다.
- [70]
- [71] 본 발명의 일 실시예에 따른 저용점 금속을 이용한 초미세전극의 제조방법은 연마단계(S500)와 전도성와이어 연결단계(S600)을 더 포함할 수 있다.
- [72] 연마단계(S500)와 연결단계(S600)는 초미세전극 제조단계(S400) 이후 수행될 수 있다.
- [73] 연마단계(S500)는 초미세전극 제조단계(S400)에서 제조된 초미세전극(100)의 파단면을 연마하는 단계일 수 있다.
- [74] 초미세전극 제조단계(S400)에서 절연부재(110)와 금속(120)의 중심부를 파단하여 초미세전극(100)을 제조함에 따라, 제조되는 초미세전극(100)의 파단면에는 불필요한 요철이 형성될 수 있고, 이로 인해 초미세전극(100)을 주사전기화학현미경 탐침의 팁이나 시편으로 사용할 때 금속(120)의 일단면이 노출되지 않아 전기화학적 분석이 다소 원활하게 이루어지지 않을 수 있다.
- [75] 연마단계(S500)는 기계적 연마방법과 전기화학적 연마방법을 이용해 초미세전극 제조단계(S400)에서 제조되는 초미세전극(100)의 금속(120)의 일단면이 노출된 파단면을 연마할 수 있고, 예를 들어, 집중 이온 빔(Focused Ion Beam, FIB) 장치를 이용해 이온 빔을 조사하여 초미세전극 제조단계(S400)에서 제조되는 초미세전극(100)의 파단면을 연마할 수 있다.
- [76]
- [77] 연결단계(S600)는 초미세전극(100)의 절연부재(110) 내부에 구비된 금속(120)에 전도성와이어(200)을 연결하는 단계일 수 있다.
- [78] 연결단계(S600)는 절연부재(110)의 일단면인 파단면과 마주보는 타단면에 형성된 중공(111)을 통해 전도성와이어(200)를 투입하여 금속(120)의 타측에 전도성와이어(200)를 연결하는 단계일 수 있다.
- [79] 연결단계(S600)에서 이용되는 전도성와이어(200)는 초미세전극(100)을 주사전기화학현미경에 연결하기 위해 금속(120)에 연결되는 것으로, 전도성 물질로 구성되는 것이면 제한되지 않으며, 예를 들어, 구리(Cu), 탄소나노튜브, 금(Au), 은(Ag), 백금(Pt) 중 적어도 하나를 포함하는 전도성 물질로 구성될 수 있다.

- [80] 연결단계(S600)에서 이용되는 전도성와이어(200)는 절연부재(110)의 중공(111)을 통해 투입되어 금속(120)에 연결될 수 있도록 절연부재(110)에 형성된 중공(111)의 직경보다 상대적으로 작은 것이 바람직하다.
- [81]
- [82] <실시예 1>
- [83] 붕규산 유리(borosilicate glass)로 구성되고, 외경이 1 mm이며, 중심부에 300 μ m의 직경을 갖는 중공(111)이 형성된 모세관 형상을 갖는 절연부재(110)를 준비하였다.
- [84] 용점이 약 70 °C인 우드 합금으로 구성되는 금속(120)을 준비하고, 준비된 금속(120)을 용융시켜 액체 상태가 되도록 하였다.
- [85] 액체 상태의 금속(120)에 절연부재(110)의 일단부를 침지시키고, 주사기(syringe)를 이용해 절연부재(110)의 타단부에 형성된 중공(111)으로 공기를 흡입하여 절연부재(110)의 중공(111)이 형성된 내부에 음압을 형성하는 방법으로 액체 상태의 금속(120)이 절연부재(110)의 중공(111)이 형성된 내부로 흡입되도록 함으로써, 절연부재(110)의 내부 공간 중심부를 포함한 일부분에 금속(120)을 충전하였다. 이때, 금속(120)의 충전시 절연부재(100)는 70 °C로 가열되었고, 절연부재(110)의 중공(111)에 충전되는 금속(120)에 기포가 형성되지 않도록 하였다.
- [86] 절연부재(110)에 충전된 금속(120)을 상온에서 냉각시켜 고체화하였다.
- [87] 레이저 풀러(laser puller, 모델명: P-2000, 제조사: Sutter)를 이용해 내부 중심부에 금속(120)이 구비된 절연부재(110)의 중심부를 가열하면서 절연부재(110)의 일단과 타단에 각각 타방향과 일방향으로 일정하게 인장력을 인가하여 중심부에 네킹이 형성되도록 하고, 레이저를 이용해 네킹이 형성된 중심부를 가열하여 절연부재(110)와 금속(120)의 파단이 이루어지도록 함으로써 초미세전극(100)을 제조하였다. 이때, 절연부재(110)의 일단과 타단에 가해지는 인장력은 동일하도록 하였다.
- [88] 제조된 초미세전극(100)의 파단면을 집중 이온 빔(FIB) 장치를 이용해 연마하였다.
- [89]
- [90] <시험예>
- [91] 시험예에서는 실시예 1에 따른 제조방법으로 전극의 제조가 원활하게 이루어지는지 확인하기 위해 USB 현미경과 주사전자현미경을 이용해 초미세전극(100)의 표면을 분석하였다.
- [92] 분석결과에 따라 얻어지는 USB 현미경 이미지와 주사전자현미경 이미지를 도 3 내지 6에 나타내었다.
- [93] 도 3은 실시예 1에 따른 제조방법으로 제조된 초미세전극(100)을 USB 현미경으로 분석한 이미지이다.
- [94] 도 4 내지 6은 실시예 1에서 따라 제조된 초미세전극(100)을 주사전자현미경을 이용해 분석한 이미지이다.

[95]

[96] 도 3을 참조하면 실시예 1에 따른 제조방법으로 제조된 초미세전극(100)의 금속(120)의 외면과 절연부재(110)의 내면이 밀착된 것을 확인할 수 있다. 이는 본 발명의 일 실시예에 따른 제조방법으로 초미세전극(100)의 제조시 절연부재(110)의 내면과 금속(120)의 외면을 밀착시키기 위한 별도의 과정을 거치지 않고 금속(120)의 외면과 절연부재(110)의 내면이 밀착된 초미세전극(100)을 간편하게 제조할 수 있는 것을 확인할 수 있는 결과이다.

[97] 아울러, 도 4 내지 6을 참조하면 초미세전극(100)의 제조시 초미세전극(100)의 파단면을 연마하면 금속(120)의 일단면이 절연부재(110)의 일단면 외부로 효과적으로 노출되는 것을 확인할 수 있다.

[98] 또한, 초미세전극(100)의 제조시 레이저 풀러를 이용해 내부 중심부에 금속(120)이 구비된 절연부재(110)의 중심부를 가열하면서 절연부재(110)의 일단과 타단에 각각 타방향과 일방향으로 일정하게 인장력을 인가할 때 중심부에 네킹이 형성됨에 따라, 절연부재(110)의 외경과 내경이 감소하여 제조되는 초미세전극(100)의 외경과 내경이 각각 $4.600\ \mu\text{m}$, $2.037\ \mu\text{m}$ 인 것을 확인할 수 있다.

[99]

[100] 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.

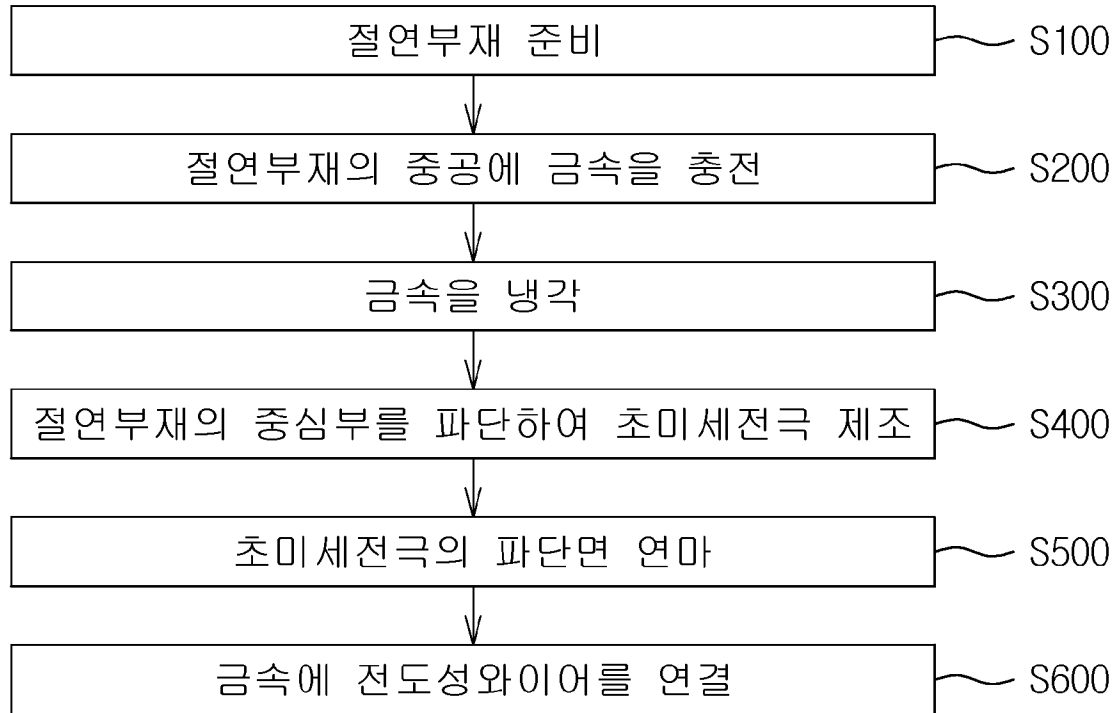
산업상 이용가능성

[101] 본 발명에 따른 저융점 금속을 이용한 초미세전극 및 이의 제조방법은 액체/고체, 액체/기체 및 액체/액체 계면의 국부적 전기화학적 거동을 분석할 수 있는 주사전기화학현미경 기술분야에 이용가능하다.

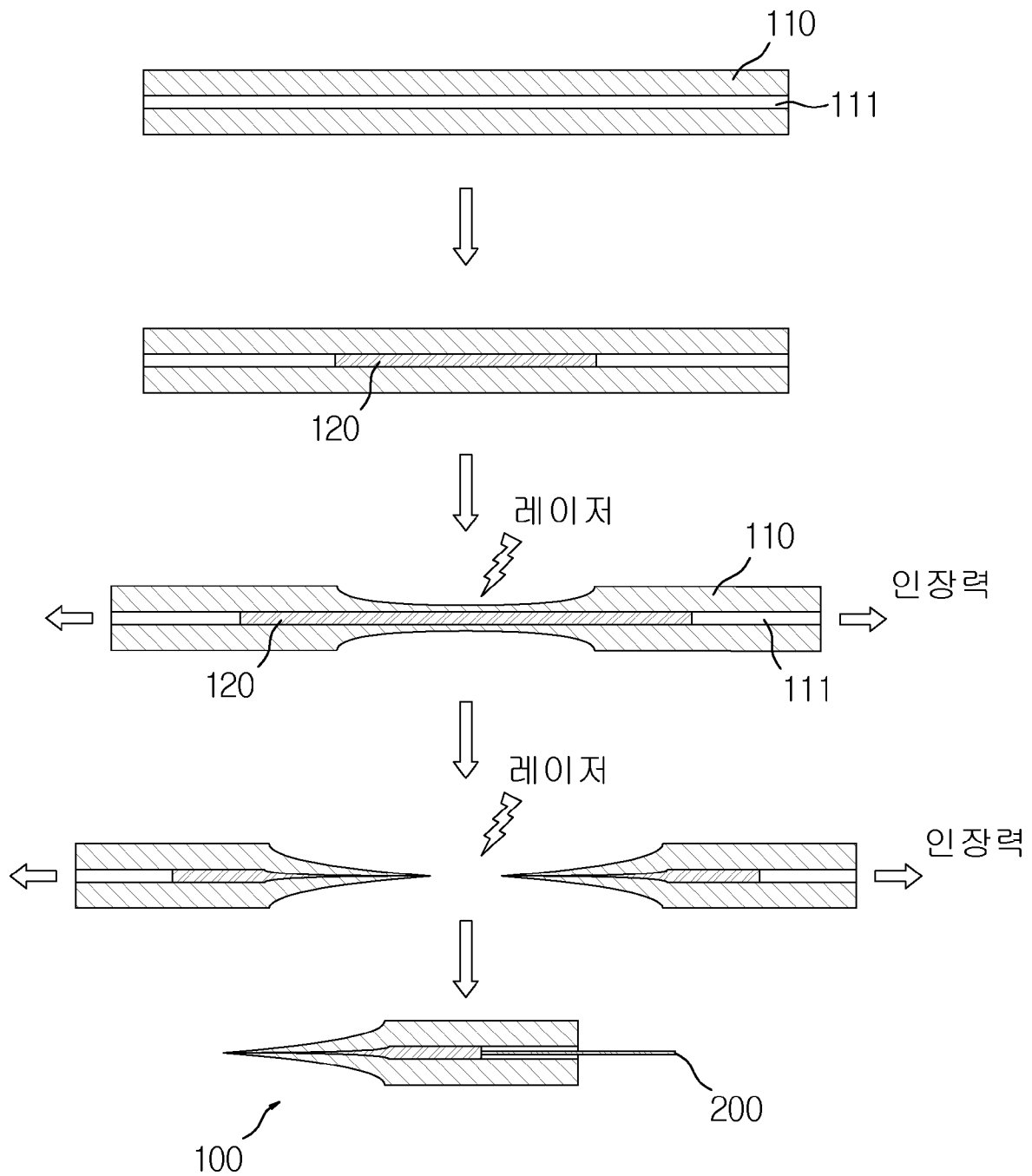
청구범위

- [청구항 1] 길이 방향을 따라 중공이 형성된 절연부재를 준비하는 단계;
상기 절연부재의 중공에 용점이 25 내지 400 °C인 액체 상태의 금속을 충전하는 단계;
상기 절연부재의 중공에 충전된 금속을 냉각시켜 고체화시키는 단계; 및
상기 절연부재와 상기 금속에 네킹이 형성되도록 하고, 네킹이 형성된 부분의 파단이 이루어지도록 하여 초미세전극을 제조하는 단계;를 포함하는 것
인 저융점 금속을 이용한 초미세전극의 제조방법.
- [청구항 2] 제 1항에 있어서,
상기 금속을 충전하는 단계는
상기 절연부재를 상기 금속의 용점 이상으로 가열하고, 가열된 상기 절연부재에 액체 상태의 상기 금속을 충전하는 것
인 저융점 금속을 이용한 초미세전극의 제조방법.
- [청구항 3] 제 1항에 있어서, 상기 금속을 충전하는 단계는
갈륨, 인듐, 주석, 안티모니, 카드뮴, 탈륨, 납, 비스무트, 우드 합금 및 이들의 합금 중 적어도 하나를 포함하는 금속을 충전하는 것
인 저융점 금속을 이용한 초미세전극의 제조방법.
- [청구항 4] 제 1항에 있어서, 상기 초미세전극을 제조하는 단계는
상기 고체화시키는 단계에서 얻어지는 상기 금속이 내부에 구비된 상기 절연부재의 중심부를 가열하면서 상기 절연부재의 일단과 타단에 각각 타방향과 일방향으로 일정하게 인장력을 인가하여 중심부에 네킹이 형성되도록 하고, 네킹이 형성된 중심부의 파단이 이루어지도록 하여 상기 초미세전극을 제조하는 것
인 저융점 금속을 이용한 초미세전극의 제조방법.
- [청구항 5] 제 1항에 있어서,
상기 절연부재를 준비하는 단계는
붕규산 유리, 실리콘 산화물 및 알루미늄 실리콘 산화물 중 적어도 하나를 포함하여 구성되는 상기 절연부재를 준비하는 것
인 저융점 금속을 이용한 초미세전극의 제조방법.
- [청구항 6] 길이 방향을 따라 중공이 형성되고, 일단부부터 타측 소정 지점까지 직경이 점차적으로 증가하는 절연부재; 및
상기 절연부재의 내부에 구비되되, 일단면이 상기 절연부재의 일단면 외부로 노출되고, 용점이 25 내지 400 °C인 금속;을 포함하는 것
인 저융점 금속을 이용한 초미세전극.

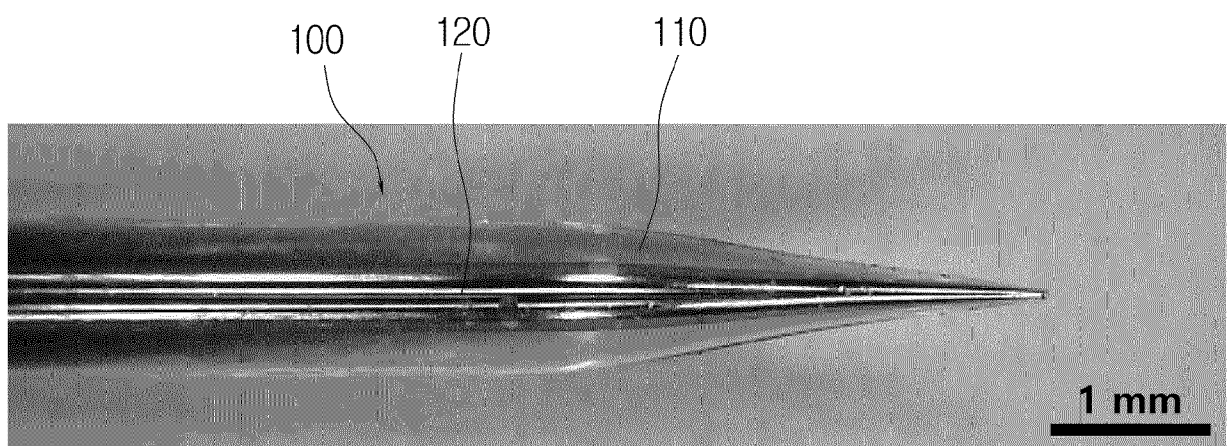
[도1]



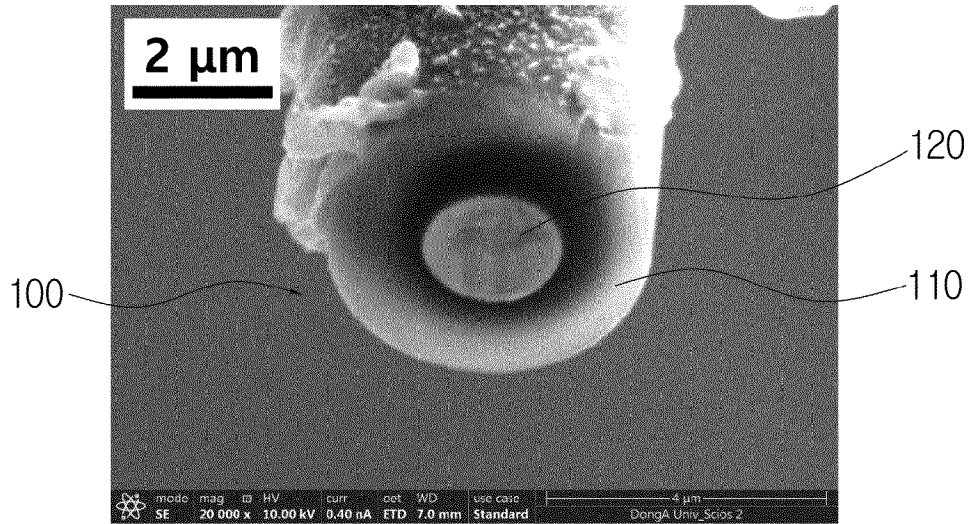
[도2]



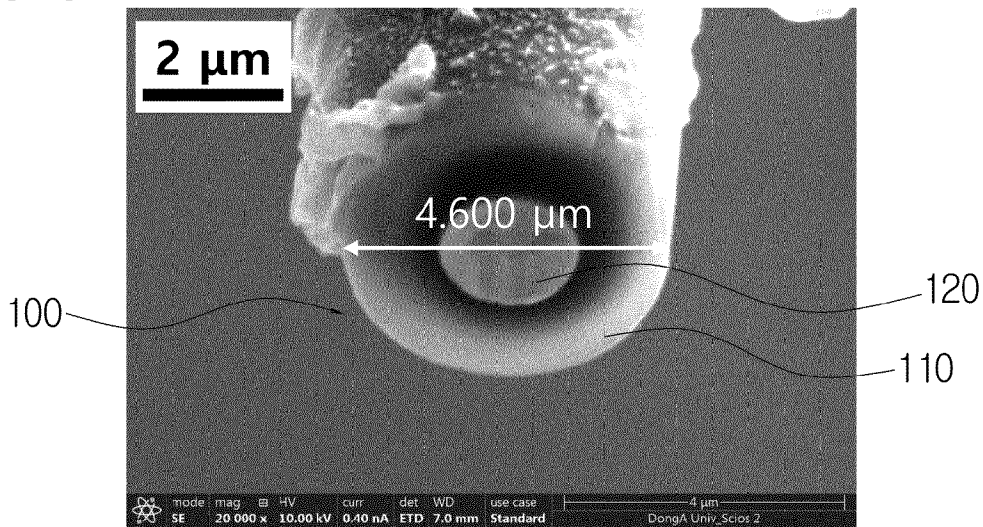
[도3]



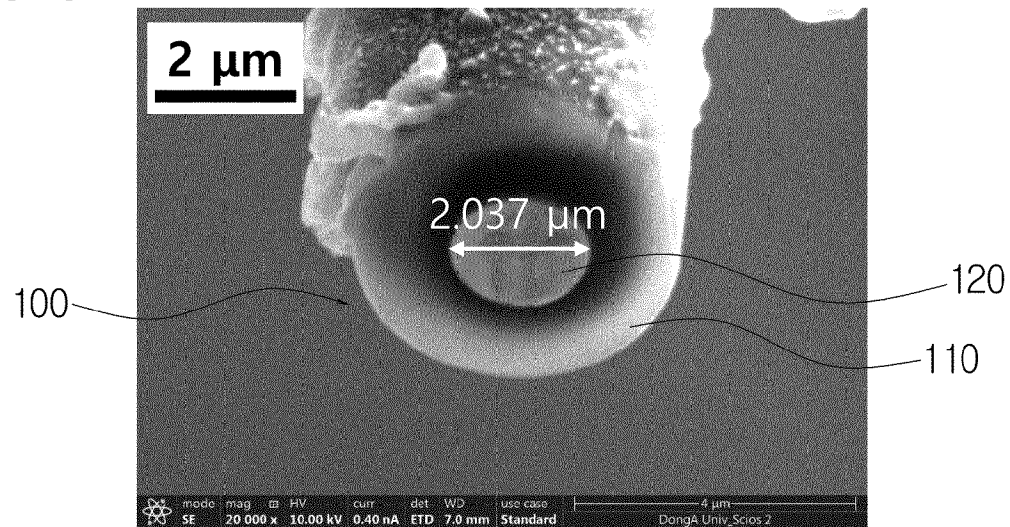
[도4]



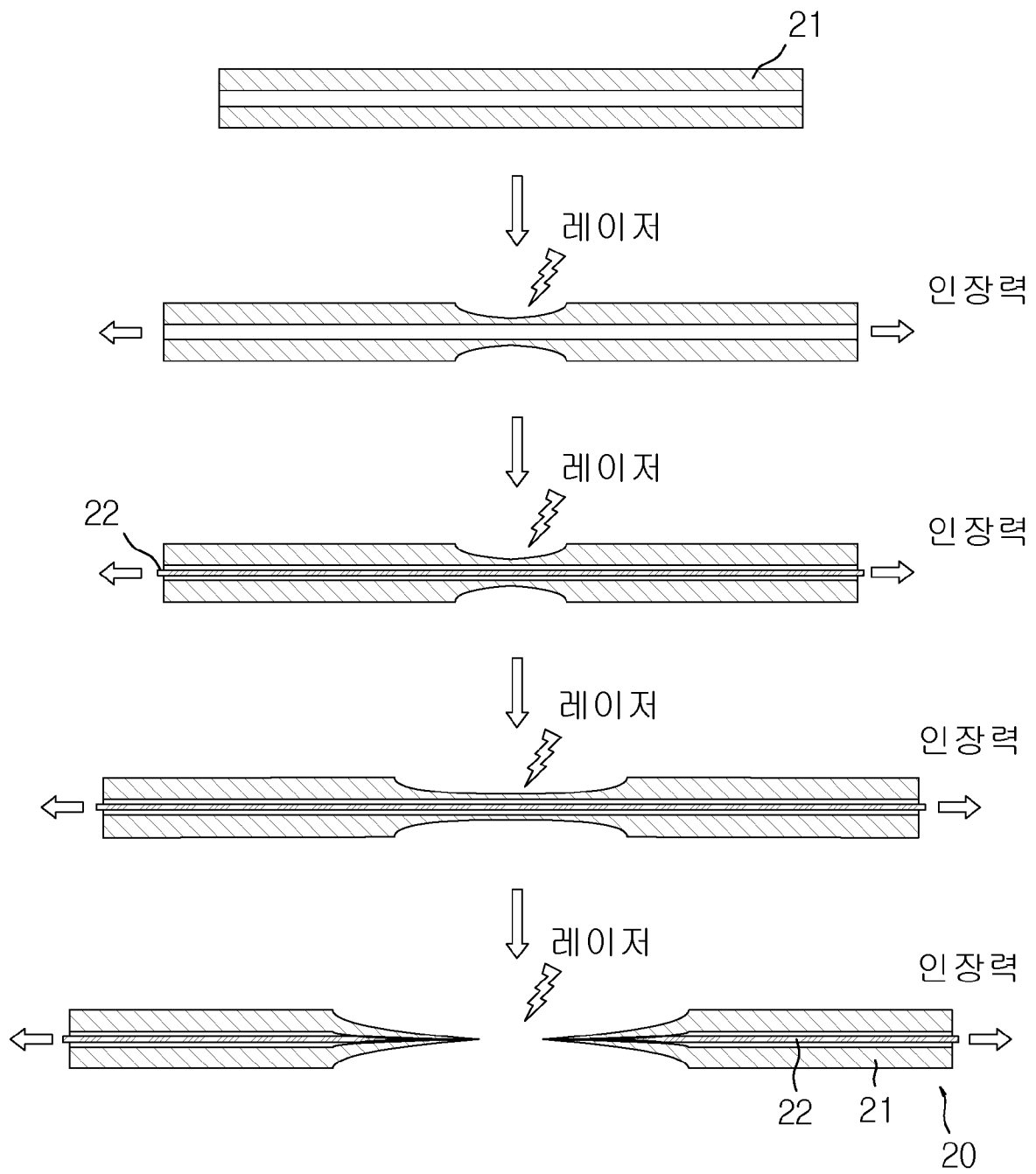
[도5]



[도6]



[도7]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/KR2023/009337

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER**G01Q 60/60**(2010.01)i; **G01Q 70/16**(2010.01)i

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

G01Q 60/60(2010.01); C23C 14/06(2006.01); G01N 27/30(2006.01); G01N 27/327(2006.01); G01N 27/416(2006.01); H01R 43/00(2006.01)

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Korean utility models and applications for utility models: IPC as above
Japanese utility models and applications for utility models: IPC as above

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

eKOMPASS (KIPO internal) & keywords: 미세전극(microelectrode), 절연(insulation), 합금(alloy), 저융점(low melting point) 및 액체(liquid)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	JP 2005-227145 A (FUJI XEROX CO., LTD.) 25 August 2005 (2005-08-25) See paragraphs [0036]-[0046] and [0114] and figure 3.	1-6
A	JP 2014-002015 A (ASAHI GLASS CO., LTD.) 09 January 2014 (2014-01-09) See paragraphs [0010]-[0055] and figures 1-8.	1-6
A	JP 2014-126480 A (NATIONAL INSTITUTE OF ADVANCED INDUSTRIAL SCIENCE AND TECHNOLOGY) 07 July 2014 (2014-07-07) See paragraphs [0029]-[0094] and figures 1-10.	1-6
A	JP 2018-155728 A (TOKYO UNIV OF SCIENCE et al.) 04 October 2018 (2018-10-04) See paragraphs [0023]-[0075] and figures 1-12.	1-6
A	US 5185922 A (PENDLEY, Bradford D. et al.) 16 February 1993 (1993-02-16) See column 2, line 61 - column 5, line 9 and figures 1A-2.	1-6



Further documents are listed in the continuation of Box C.



See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

“A” document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

“D” document cited by the applicant in the international application

“E” earlier application or patent but published on or after the international filing date

“L” document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

“O” document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

“P” document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

“T” later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

“X” document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

“Y” document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

“&” document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

21 February 2024

Date of mailing of the international search report

21 February 2024

Name and mailing address of the ISA/KR

Korean Intellectual Property Office
Government Complex-Daejeon Building 4, 189 Cheongsaro, Seo-gu, Daejeon 35208

Facsimile No. +82-42-481-8578

Authorized officer

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No.

PCT/KR2023/009337

Patent document cited in search report			Publication date (day/month/year)	Patent family member(s)		Publication date (day/month/year)
JP	2005-227145	A	25 August 2005	JP	4466109 B2	26 May 2010
JP	2014-002015	A	09 January 2014	None		
JP	2014-126480	A	07 July 2014	JP	6095105 B2	15 March 2017
JP	2018-155728	A	04 October 2018	None		
US	5185922	A	16 February 1993	None		

A. 발명이 속하는 기술분류(국제특허분류(IPC))

G01Q 60/60(2010.01)i; G01Q 70/16(2010.01)i

B. 조사된 분야

조사된 최소문헌(국제특허분류를 기재)

G01Q 60/60(2010.01); C23C 14/06(2006.01); G01N 27/30(2006.01); G01N 27/327(2006.01); G01N 27/416(2006.01); H01R 43/00(2006.01)

조사된 기술분야에 속하는 최소문헌 이외의 문헌

한국등록실용신안공보 및 한국공개실용신안공보: 조사된 최소문헌란에 기재된 IPC
일본등록실용신안공보 및 일본공개실용신안공보: 조사된 최소문헌란에 기재된 IPC

국제조사에 이용된 전산 데이터베이스(데이터베이스의 명칭 및 검색어(해당하는 경우))

eKOMPASS(특허청 내부 검색시스템) & 키워드: 미세전극(microelectrode), 절연(insulation), 합금(alloy), 저융점(low melting point) 및 액체(liquid)

C. 관련 문헌

카테고리*	인용문헌명 및 관련 구절(해당하는 경우)의 기재	관련 청구항
X	JP 2005-227145 A (FUJI XEROX CO., LTD.) 2005.08.25 단락 [0036]-[0046], [0114] 및 도면 3	1-6
A	JP 2014-002015 A (ASAHI GLASS CO., LTD.) 2014.01.09 단락 [0010]-[0055] 및 도면 1-8	1-6
A	JP 2014-126480 A (NATIONAL INSTITUTE OF ADVANCED INDUSTRIAL SCIENCE AND TECHNOLOGY) 2014.07.07 단락 [0029]-[0094] 및 도면 1-10	1-6
A	JP 2018-155728 A (TOKYO UNIV OF SCIENCE 등) 2018.10.04 단락 [0023]-[0075] 및 도면 1-12	1-6
A	US 5185922 A (PENDLEY, BRADFORD D. 등) 1993.02.16 컬럼 2, 라인 61 - 컬럼 5, 라인 9 및 도면 1A-2	1-6

☐ 추가 문헌이 C(계속)에 기재되어 있습니다.☒ 대응특허에 관한 별지를 참조하십시오.

* 인용된 문헌의 특별 카테고리:

“A” 특별히 관련이 없는 것으로 보이는 일반적인 기술수준을 정의한 문헌

“D” 본 국제출원에서 출원인이 인용한 문헌

“E” 국제출원일보다 빠른 출원일 또는 우선일을 가지나 국제출원일 이후에 공개된 선출원 또는 특허 문헌

“L” 우선권 주장에 의문을 제기하는 문헌 또는 다른 인용문헌의 공개일 또는 다른 특별한 이유(이유를 명시)를 밝히기 위하여 인용된 문헌

“O” 구두 개시, 사용, 전시 또는 기타 수단을 언급하고 있는 문헌

“P” 우선일 이후에 공개되었으나 국제출원일 이전에 공개된 문헌

“T” 국제출원일 또는 우선일 후에 공개된 문헌으로, 출원과 상충하지 않으며 발명의 기초가 되는 원리나 이론을 이해하기 위해 인용된 문헌

“X” 특별한 관련이 있는 문헌. 해당 문헌 하나만으로 청구된 발명의 신규성 또는 진보성이 없는 것으로 본다.

“Y” 특별한 관련이 있는 문헌. 해당 문헌이 하나 이상의 다른 문헌과 조합하는 경우로 그 조합이 당업자에게 자명한 경우 청구된 발명은 진보성이 없는 것으로 본다.

“&” 동일한 대응특허문헌에 속하는 문헌

국제조사의 실제 완료일

2024년02월21일(21.02.2024)

국제조사보고서 발송일

2024년02월21일(21.02.2024)

ISA/KR의 명칭 및 우편주소

대한민국 특허청
(35208) 대전광역시 서구 청사로 189, 4동 (둔산동,
정부대전청사)

팩스 번호 +82-42-481-8578

심사관

박태욱

전화번호 +82-42-481-3405

국제조사보고서에서 인용된 특허문헌	공개일	대응특허문헌	공개일
JP 2005-227145 A	2005/08/25	JP 4466109 B2	2010/05/26
JP 2014-002015 A	2014/01/09	없음	
JP 2014-126480 A	2014/07/07	JP 6095105 B2	2017/03/15
JP 2018-155728 A	2018/10/04	없음	
US 5185922 A	1993/02/16	없음	