



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2024-0175843

(43) 공개일자 2024년12월23일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)

G01N 15/02 (2024.01) G01N 15/00 (2024.01)

G01N 21/65 (2006.01)

(52) CPC특허분류

G01N 15/0205 (2024.01)

G01N 21/65 (2013.01)

(21) 출원번호 10-2023-0076041

(22) 출원일자 2023년06월14일

심사청구일자 2023년06월14일

(71) 출원인

인하대학교 산학협력단

인천광역시 미추홀구 인하로 100(용현동, 인하대학교)

(72) 발명자

신동하

서울특별시 관악구 낙성대역6길 7 관악참존빌 A동 403호

(74) 대리인

특허법인 피씨알

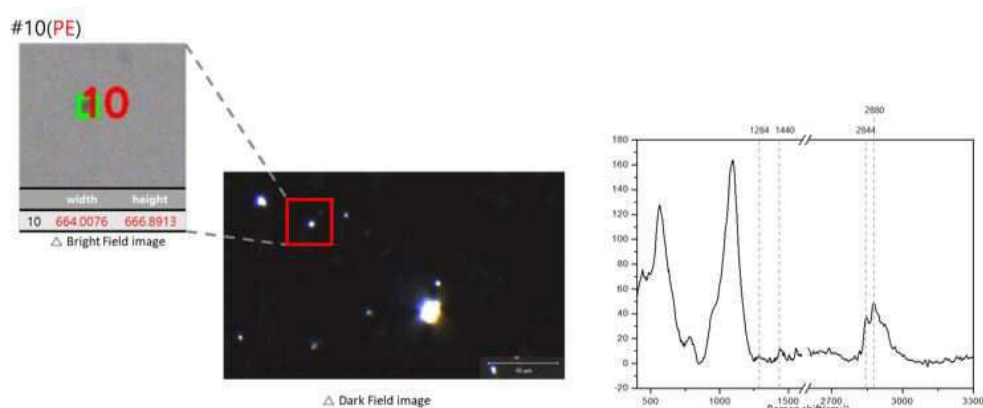
전체 청구항 수 : 총 6 항

(54) 발명의 명칭 미세 입자 검출방법

(57) 요약

본 발명은 미세 입자 검출 장치가 미세 입자를 검출하는 방법에 있어서, 미세 입자가 표면에 배치된 슬라이드 위로 상기 미세 입자에 광을 조사하는 단계, 상기 미세 입자로부터 방출되는 라만 신호를 수신하여 상기 라만 신호를 센싱하는 단계, 상기 센싱한 라만 신호를 분석하는 단계 및 상기 센싱한 라만 신호를 분석하여 유체 내 포함된 미세 입자의 성분과 입자 수를 검출하는 단계를 포함하며, 상기 미세 입자는 입자 크기가 1 μm 미만인 나노 플라스틱이고, 상기 나노 플라스틱은 나노 렌즈로서 상기 라만 신호를 증강하여 상기 미세 입자의 성분과 입자 수를 검출하는 것을 특징으로 하는 미세 입자 검출방법을 제공한다.

대표도 - 도4



(52) CPC특허분류
G01N 2015/0038 (2013.01)

명세서

청구범위

청구항 1

미세 입자 검출 장치가 미세 입자를 검출하는 방법에 있어서,
 미세 입자가 표면에 배치된 슬라이드 위로 상기 미세 입자에 광을 조사하는 단계;
 상기 미세 입자로부터 방출되는 라만 신호를 수신하여 상기 라만 신호를 센싱하는 단계;
 상기 센싱한 라만 신호를 분석하는 단계; 및
 상기 센싱한 라만 신호를 분석하여 유체 내 포함된 미세 입자의 성분과 입자 수를 검출하는 단계를 포함하며,
 상기 미세 입자는 입자 크기가 1 μm 미만인 나노 플라스틱이고,
 상기 나노 플라스틱은 나노 렌즈로서 상기 라만 신호를 증강하여 상기 미세 입자의 성분과 입자 수를 검출하는 것을 특징으로 하는 미세 입자 검출방법.

청구항 2

제1항에 있어서,
 상기 미세 입자에 조사되는 광은 상기 미세 입자인 상기 나노 플라스틱의 표면에 직접 조사되고, 상기 나노 플라스틱이 나노 렌즈로서 상기 나노 플라스틱으로부터 방출되는 라만 신호를 증강하는 것을 특징으로 하는 미세 입자 검출방법.

청구항 3

제1항에 있어서,
 상기 미세 입자 검출 장치는 분광기, 레이저 모듈 및 모터 스테이지를 포함하는 것을 특징으로 하는 미세 입자 검출방법.

청구항 4

제3항에 있어서,
 상기 레이저 모듈에서 구동되는 레이저 파워는 1 mW 내지 5 mW인 것을 특징으로 하는 미세 입자 검출방법.

청구항 5

제3항에 있어서,
 상기 분광기의 효율은 실리콘(silicon) 520 cm^{-1} 피크(peak)에 대하여 100배 대물렌즈(NA 0.9)로 1 mW, 1s로 측정한 라만 카운트가 5,000 카운트(counts) 이상인 것을 특징으로 하는 미세 입자 검출방법.

청구항 6

제3항에 있어서,

상기 모터 스테이지는 피에조(piezo) 기반 나노 스테이지이며, 평면상 분해능(resolution)이 200 nm 이하이고, 반복위치결정도(positioning repeatability)가 200 nm 이하인 것을 특징으로 하는 미세 입자 검출방법.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 미세 입자 검출방법에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 미세 플라스틱의 환경과 인체에 대한 잠재적 유해성이 규명됨에 따라, 미세 플라스틱 검출에 대한 국내외의 관심이 집중되고 있다. 미세 플라스틱은 해수, 토양, 대기 등에 잔류하여 전세계적으로 널리 퍼져있으며, 미세 플라스틱에 흡착된 유기물에 의해 또는 미세 플라스틱 그 자체로 생태계에 악영향을 끼치고 있다.

[0003] 미세 플라스틱은 5mm 미만 크기의 작은 플라스틱 조각을 말한다. 미세 플라스틱은 처음부터 미세 플라스틱으로 제조되거나, 플라스틱 제품이 부서지면서 생성된다. 미세 플라스틱은 일상생활에서 쉽게 접할 수 있는 치약, 세정제 또는 스크럽 등에 포함되어 있는데, 예컨대, 150ml 제품에는 대략 280만 개의 미세 플라스틱이 함유돼 있는 것으로 알려져 있다.

[0004] 미세 플라스틱은 환경을 파괴하는 것은 물론 인간의 건강을 위협한다는 점에서도 문제가 된다. 미세 플라스틱을 먹이로 오인해 먹은 강·바다의 생물들을 결국 인간이 섭취하게 되기 때문이다. 미세 플라스틱은 장폐색을 유발할 수 있으며 에너지 할당 감소, 성장 등에도 악영향을 미칠 수 있다.

[0005] 미세 플라스틱은 입경에 따라 일반적으로 마이크로 플라스틱과 나노 플라스틱으로 분류할 수 있다. 마이크로 플라스틱은 5mm 이하의, 나노 플라스틱은 1 μ m 또는 100nm 이하의 플라스틱 입자로 정의된다. 나노 플라스틱은 큰 비표면적, 독소 함유 능력, 세포막 침투능력 등으로 인해 마이크로 플라스틱보다 위험하다.

[0006] 현재까지 미세 플라스틱 검출을 위한 다양한 기술들이 개발되었다. 주사 전자 현미경(SEM)과 투과 전자 현미경(TEM)은 기존 광학 현미경으로 관찰이 불가능했던 수 나노 단위의 입자에 대한 고해상도 이미지를 제공해준다.

[0007] 일반적으로, 미세 플라스틱의 분석에는 현미경이 결합된 적외선분광법, 라만분광법 등 광학식 측정기와, 기체(및 액체) 크로마토그래피와 결합된 질량분석기(GC(LC)/MS) 등이 사용되고 있다.

[0008] 미세플라스틱의 화학 조성 분석 방법으로는 푸리에 변환 적외선분광법(FT-IR)과 라만 분광법이 사용되고 있다.

[0009] FT-IR은 시료에 적외선을 비추어서 쌍극자 모멘트가 변화하는 분자 골격의 진동과 회전에 대응하는 에너지의 흡수를 측정하는 분석법으로 탄소 기반의 고분자를 측정하는 데에 유리하다. 그러나 FT-IR의 공간 분해능(약 20 μ m)은 나노 플라스틱 분석에 적합하지 않다.

[0010] 라만 분광법은 빠르고 비파괴적이며, 고유한 분자 지문을 제공하여 미세플라스틱 검출에 적합한 방법으로 알려져 있다. 또한, 물에 의한 간섭을 받지 않는다는 점은 FT-IR보다 유용하게 사용될 수 있다. 그러나 라만 분광법의 근본적으로 낮은 산란 단면적은 1 μ m 미만의 나노 플라스틱 검출을 어렵게 한다.

[0011] 한편, 표면 증강 라만 분광법(SERS)은 기존의 라만 분광법의 장점을 갖으면서, 낮은 신호 효율 문제를 해결할 수 있다. SERS는 금속 나노 구조체와 입사광의 상호작용으로 금속 입자 표면에 LSPR(localized surface plasmon resonance) 현상이 나타나고, 이로 인해 생긴 근접 장(Local field)에 분자가 위치할 때 그 라만 신호가 강하게 증폭되는 현상을 이용한다. 라만 신호의 증강은 주로 금속 입자의 거친 표면 또는 입자 사이 접촉부에서 나타나며, 금속 입자의 크기와 형태를 조절하여 강한 라만 신호 증강을 얻으려는 연구가 지속되어 왔다.

[0012] 그러나 이러한 장점에도 SERS를 이용한 나노플라스틱 검출에 대한 연구는 소수만 진행되었다. 2021년 Jungmok You 그룹에서는 Regenerated cellulose 위의 은 나노 입자의 배열로 제작된 SERS 기질을 이용하여 84 nm 와 600 nm 크기의 폴리스티렌(PS) 입자를 0.1 mg/mL까지 검출했다. 또한 2022년 Yongchao Lai 그룹에서는 은 나노 입자를 KI로 응집시킨 기질로 100 nm PS를 6.25 μ g/mL까지 검출했다.

[0013] 그러나 SERS는 근본적으로 기질 제작 과정을 필요로 한다. 특히, 실제 환경 시료의 조사 시에는 이 과정이 큰 경제적, 시간적 소모를 야기할 수 있다. 또한, SERS 기질에 여러 분석 분자가 존재하면 신호 간섭이 발생할 수 있으며, 이로 인해 혼합물의 다양한 구성 요소를 정확하게 식별하고 정량화하기 어려운 문제가 있다.

[0014] 따라서, 상기와 같은 미세 플라스틱의 분석 방법에도 불구하고, 나노 플라스틱의 정성, 정량 분석에 대한 통일된 방법은 제시되지 않아 이에 대한 연구가 필요한 실정이다.

선행기술문헌

특허문헌

[0015] (특허문헌 0001) 한국 등록특허공보 제10-1589039호

발명의 내용

해결하려는 과제

[0016] 본 발명은 상기의 문제점을 해결하기 위하여 나노 플라스틱의 정성 및 정량 분석이 가능한 미세 입자 검출방법을 제공한다.

과제의 해결 수단

[0017] 본 발명의 일 실시상태에 따르면, 미세 입자 검출 장치가 미세 입자를 검출하는 방법에 있어서, 미세 입자가 표면에 배치된 슬라이드 위로 상기 미세 입자에 광을 조사하는 단계, 상기 미세 입자로부터 방출되는 라만 신호를 수신하여 상기 라만 신호를 센싱하는 단계, 상기 센싱한 라만 신호를 분석하는 단계 및 상기 센싱한 라만 신호를 분석하여 유체 내 포함된 미세 입자의 성분과 입자 수를 검출하는 단계를 포함하며, 상기 미세 입자는 입자 크기가 1 μm 미만인 나노 플라스틱이고, 상기 나노 플라스틱은 나노 렌즈로서 상기 라만 신호를 증강하여 상기 미세 입자의 성분과 입자 수를 검출하는 것을 특징으로 하는 미세 입자 검출방법을 제공한다.

[0018] 상기 미세 입자에 조사되는 광은 상기 미세 입자인 상기 나노 플라스틱의 표면에 직접 조사되고, 상기 나노 플라스틱이 나노 렌즈로서 상기 나노 플라스틱으로부터 방출되는 라만 신호를 증강하는 것을 특징으로 한다.

[0019] 상기 미세 입자 검출 장치는 분광기, 레이저 모듈 및 모터 스테이지를 포함하는 것을 특징으로 한다.

[0020] 상기 레이저 모듈에서 구동되는 레이저 파워는 1mW 내지 5 mW인 것을 특징으로 한다.

[0021] 상기 분광기의 효율은 실리콘(silicon) 520 cm^{-1} 피크(peak)에 대하여 100배 대물렌즈(NA 0.9)로 1 mW, 1s로 측정한 라만 카운트가 5,000 카운트(counts) 이상인 것을 특징으로 한다.

[0022] 상기 모터 스테이지는 피에조(piezo) 기반 나노 스테이지이며, 평면상 분해능(resolution)이 200 nm 이하이고, 반복위치결정도(positioning repeatability)가 200 nm 이하인 것을 특징으로 한다.

발명의 효과

[0023] 본 발명의 일 실시상태에서는 미세 입자 검출방법을 제공하며, 상기 미세 입자는 입자 크기가 1 μm 미만인 나노 플라스틱이고, 상기 나노 플라스틱은 나노 렌즈로서 상기 라만 신호를 증강하여 나노 사이즈의 상기 미세 입자의 성분과 입자 수를 검출할 수 있다.

[0024] 즉, 본 발명의 일 실시상태에서는 미세 입자 검출방법에서 상기 미세 입자에 조사되는 광은 상기 미세 입자인 상기 나노 플라스틱의 표면에 직접 조사되고, 상기 나노 플라스틱이 나노 렌즈로서 상기 나노 플라스틱으로부터 방출되는 라만 신호를 증강하는 것을 특징으로 한다.

[0025] 이로 인하여, 입자 크기가 1 μm 미만인 나노 플라스틱의 정성 및 정량 분석이 가능한 미세 입자 검출방법을 제공할 수 있다.

[0026] 또한, 본 발명의 일 실시상태에 따르면, 나노 플라스틱에 대한 라만 분광의 분석 정확도 및 신뢰도를 향상시킬 수 있다.

[0027] 또한, 종래 나노 플라스틱의 정성 및 정량 분석에 사용되는 표면 증강 라만 분광법 (SERS)은 근본적으로 기질 제작 과정을 필요로 하며, 이로 인하여, 실제 환경 시료의 조사 시에는 큰 경제적, 시간적 소모를 야기할 수 있고, 또한, SERS 기질에 여러 분석 분자가 존재하면 신호 간섭이 발생할 수 있으며, 이로 인해 혼합물의 다양한 구성 요소를 정확하게 식별하고 정량화하기 어려운 문제가 있었으나, 본 발명의 일 실시상태에 따르면, 기존의

라만분광법에 의하더라도 나노 플라스틱의 분석이 가능하기 때문에, 대면적으로 나노 플라스틱의 정성 및 정량 분석이 용이하게 가능하며, 측정 정확도 및 신뢰도도 우수한 것을 특징으로 한다.

[0028] 또한, 본 발명의 일 실시상태에 따르면, 상기 미세 입자 검출 장치가 포함하는 레이저 모듈에서 구동되는 레이저 파워는 1mW 내지 5 mW이기 때문에, 나노 플라스틱이 녹지 않고 측정할 수 있어 측정의 정확도 및 신뢰도를 향상시킬 수 있다.

[0029] 또한, 본 발명의 일 실시상태에 따르면, 상기 미세 입자 검출 장치가 포함하는 분광기의 효율은 5,000 카운트(counts) 이상, 바람직하게는 10,000 카운트(counts) 이상의 강도 범위를 가지기 때문에 신호 증강 효과를 얻을 수 있어, 나노 사이즈의 나노 플라스틱에 대한 라만 분광 분석의 정확도를 향상시킬 수 있다.

[0030] 또한, 본 발명의 일 실시상태에 따르면, 상기 미세 입자 검출 장치가 포함하는 모터 스테이지가 피에조(piezo) 기반 나노 스테이지이며, 평면상 분해능(resolution)이 200 nm 이하이고, 반복위치결정도(positioning repeatability)가 200 nm 이하인 것을 특징으로 하기 때문에, 나노 플라스틱의 위치를 정확히 파악할 수 있고, 이를 기초로 라만 분광 분석의 정확도를 향상시킬 수 있다.

도면의 간단한 설명

[0031] 도 1은 본 발명의 일 실시예에 따른 미세 입자 검출을 위한 라만 분광기의 일 예를 나타내는 그림이다.

도 2는 본 발명의 일 실시예에서 사용한 일반 상용 라만 장비를 보여주는 사진이다.

도 3은 본 발명의 일 실시예에 따른 미세 입자를 자동으로 인식하고 크기를 특정한 현미경 비전상 이미지이다.

도 4는 각 미세 입자(나노 플라스틱 입자)에 대해 각각 레이저를 주사했을 때 나노 플라스틱 입자에서 라만 신호가 검출된 예를 나타내는 도면이다(PE, ~600nm 가 검출된 예시임).

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0032] 본 명세서에 있어서, 어떤 부분이 어떤 구성요소를 "포함" 한다고 할 때, 이는 특별히 반대되는 기재가 없는 한 다른 구성요소를 제외하는 것이 아니라 다른 구성 요소를 더 포함할 수 있는 것을 의미한다.

[0033] 본 명세서에 있어서, 어떤 부재가 다른 부재 "상에" 위치하고 있다고 할 때, 이는 어떤 부재가 다른 부재에 접해 있는 경우뿐 아니라 두 부재 사이에 또 다른 부재가 존재하는 경우도 포함한다.

[0034] 본 명세서에 있어서, 용어 "~하는 단계" 및 "~의 단계"는 "~를 위한 단계"를 의미하지 않는다.

[0035] 본 명세서에 있어서, 나노 플라스틱은 나노 사이즈의 미세 플라스틱을 의미하며, 1 μ m 미만의 플라스틱 입자로 정의되는 나노 사이즈의 미세 플라스틱을 의미한다.

[0037] 도 1은 본 발명의 일 실시예에 따른 미세 입자 검출을 위한 라만 분광기의 일 예를 나타내는 그림이다.

[0038] 도 2는 본 발명의 일 실시예에서 사용한 일반 상용 라만 장비를 보여주는 사진이다.

[0039] 이하 본 발명의 실시를 위한 구체적인 내용을 상세히 설명한다.

[0040] 본 발명의 일 실시상태에 따른 미세 입자 검출방법은, 미세 입자 검출 장치가 미세 입자를 검출하는 방법에 있어서, 미세 입자가 표면에 배치된 슬라이드 위로 상기 미세 입자에 광을 조사하는 단계, 상기 미세 입자로부터 방출되는 라만 신호를 수신하여 상기 라만 신호를 센싱하는 단계, 상기 센싱한 라만 신호를 분석하는 단계 및 상기 센싱한 라만 신호를 분석하여 유체 내 포함된 미세 입자의 성분과 입자 수를 검출하는 단계를 포함하며, 상기 미세 입자는 입자 크기가 1 μ m 미만인 나노 플라스틱이고, 상기 나노 플라스틱은 나노 렌즈로서 상기 라만 신호를 증강하여 상기 미세 입자의 성분과 입자 수를 검출하는 것을 특징으로 한다.

[0041] 상기 미세 입자에 조사되는 광은 상기 미세 입자인 상기 나노 플라스틱의 표면에 직접 조사되고, 상기 나노 플라스틱이 나노 렌즈로서 상기 나노 플라스틱으로부터 방출되는 라만 신호를 증강하는 것을 특징으로 한다.

[0042] 상기 미세 입자 검출 장치는 분광기, 레이저 모듈 및 모터 스테이지를 포함하는 것을 특징으로 한다.

[0043] 상기 레이저 모듈에서 구동되는 레이저 파워는 1 mW 내지 5 mW인 것을 특징으로 한다.

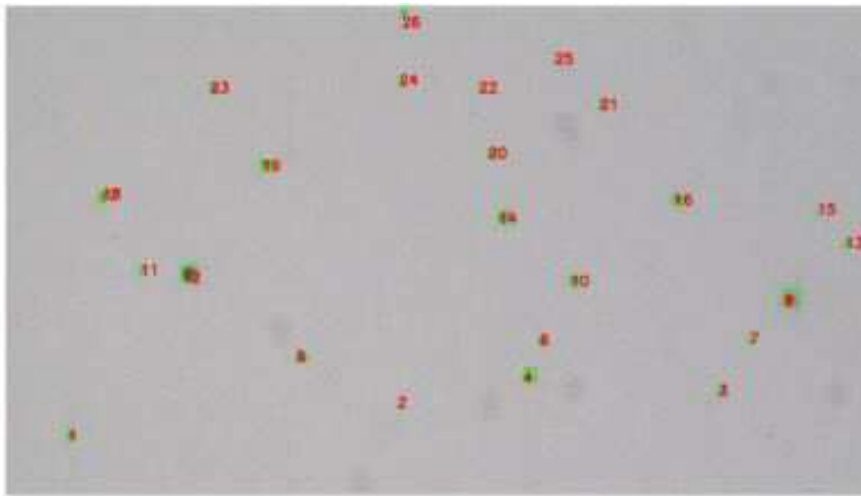
- [0044] 상기 분광기의 효율은 실리콘(silicon) 520 cm^{-1} 피크(peak)에 대하여 100배 대물렌즈(NA 0.9)로 1 mW, 1s로 측정한 라만 카운트가 5,000 카운트(counts) 이상인 것을 특징으로 한다.
- [0045] 상기 모터 스테이지는 피에조(piezo) 기반 나노 스테이지이며, 평면상 분해능(resolution)이 200 nm 이하이고, 반복위치결정도(positioning repeatability)가 200 nm 이하인 것을 특징으로 한다. 상기 모터 스테이지는 피에조(piezo) 기반 나노 스테이지로서 바람직하게는 2차원 모터 스테이지일 수 있으며, 3차원 모터 스테이지일 수도 있다.
- [0047] 본 발명의 일 실시상태에 따른 미세 입자 검출방법은, 미세 입자 검출 장치가 미세 입자를 검출하는 방법에 있어서, 미세 입자가 표면에 배치된 슬라이드 위로 상기 미세 입자에 광을 조사하는 단계가 수행된다.
- [0048] 상기 미세 입자 검출 장치는 분광기, 레이저 모듈 및 모터 스테이지를 포함하는 것을 특징으로 한다.
- [0049] 또한, 상기 미세 입자 검출 장치는 광학 현미경이 결합된 마이크로 라만 분광기일 수 있다.
- [0050] 상기 광학 현미경은 일반적으로 사용되는 것일 수 있으며, 예를 들어 암시야(dark field) 현미경일 수 있다. 상기 암시야(dark field) 현미경은 상기 슬라이드 상에 배치된 미세 입자를 관찰할 수 있다.
- [0051] 상기 미세 입자 검출 장치가 검출하는 미세 입자는 나노 플라스틱일 수 있다. 상기 나노 플라스틱은 주로 폴리스틸렌(PS: Polystyrene), 폴리프로필렌(PP: Polypropylene), 폴리에틸렌 테레프탈레이트 (PET: Polyethylene Terephthalate) 폴리염화비닐(PVC: Polyvinyl Chloride) 또는 폴리에틸렌(PE: Polyethylene) 성분을 포함한다. 상기 미세입자 검출장치는 유체 내 포함된 나노 플라스틱의 성분과 함량을 구분하여 검출할 수 있다.
- [0052] 상기 나노 플라스틱은 나노 사이즈의 미세 플라스틱을 의미하며, 1 μm 미만의 플라스틱 입자로 정의되는 나노 사이즈의 미세 플라스틱을 의미할 수 있다.
- [0053] 구체적으로, 본 발명의 일 실시상태에 따르면, 상기 미세 입자는 입자 크기가 1 μm 미만인 나노 플라스틱일 수 있다. 상기 나노 플라스틱 입자 크기의 하한값은 특별히 한정되지 않으며, 예를 들어 1 nm 이상일 수 있다.
- [0054] 종래 라만 분광기를 사용한 라만 분광법의 경우 근본적으로 낮은 산란 단면적으로 인해 1 μm 이하의 나노 플라스틱 검출을 어렵게 한다. 이러한 종래 라만 분광법의 문제를 극복하기 위하여 표면 증강 라만 분광법 (SERS)은 기존의 라만 분광법의 장점을 가지면서, 낮은 신호 효율 문제를 해결할 수 있다.
- [0055] 그러나, 나노 플라스틱의 정성 및 정량 분석에 사용되는 표면 증강 라만 분광법 (SERS)은 근본적으로 기질 제작 과정을 필요로 하며, 이로 인하여, 실제 환경 시료의 조사 시에는 큰 경제적, 시간적 소모를 야기할 수 있고, 또한, SERS 기질에 여러 분석 분자가 존재하면 신호 간섭이 발생할 수 있으며, 이로 인해 혼합물의 다양한 구성요소를 정확하게 식별하고 정량화하기 어려운 문제가 있어 용이하게 나노 플라스틱의 정성 및 정량 분석이 어려웠다.
- [0056] 그러나, 본 발명의 일 실시상태에 따르면, 기존의 라만분광법에 의하더라도 나노 플라스틱의 분석이 가능하기 때문에, 대면적으로 나노 플라스틱의 정성 및 정량 분석이 용이하게 가능하며, 측정 정확도 및 신뢰도도 우수한 것을 특징으로 한다.
- [0057] 상기 슬라이드는 유리 기판 또는 실리콘 웨이퍼 기판일 수 있으나, 반드시 이에 제한되는 것은 아니다.
- [0058] 상기 레이저 모듈은 상기 미세 입자에 광을 조사하는 광원을 포함하며, 상기 광원은 미세 입자로부터 라만 산란을 유도하기 위한 광을 조사한다. 상기 미세 입자의 성분에 따라 라만 신호의 파장과 그 파장 대역에서의 세기가 상이해지는 것을 이용하기 위해, 상기 광원은 미세 입자로부터 라만 산란을 유도하기 위한 광을 조사한다.
- [0059] 다음으로, 상기 미세 입자로부터 방출되는 라만 신호를 수신하여 상기 라만 신호를 센싱하는 단계가 수행된다. 상기 분광기는 상기 미세 입자로부터 산란된 라만 신호를 센싱한다.
- [0060] 다음으로, 상기 센싱한 라만 신호를 분석하는 단계 및 상기 센싱한 라만 신호를 분석하여 유체 내 포함된 미세 입자의 성분과 입자 수를 검출하는 단계가 수행된다.
- [0061] 본 발명의 일 실시상태에 따르면, 상기 미세 입자는 입자 크기가 1 μm 미만인 나노 플라스틱이고, 상기 나노 플라스틱은 나노 렌즈로서 상기 라만 신호를 증강하여 나노 사이즈의 상기 미세 입자의 성분과 입자 수를 검출하는 것을 특징으로 한다.

- [0062] 즉, 상기 미세 입자에 조사되는 광은 상기 미세 입자인 상기 나노 플라스틱의 표면에 직접 조사되고, 상기 나노 플라스틱이 나노 렌즈로서 상기 나노 플라스틱으로부터 방출되는 라만 신호를 증강하는 것을 특징으로 한다.
- [0063] 종래, 나노 사이즈의 미세 입자를 측정하기 위하여, 표면 증강 라만분광법 이외에 종래 라만 분광법을 이용하되 기관 표면과 일정 거리 이격된 위치에 나노 렌즈를 인위적으로 위치하여 신호를 증강하려는 시도가 있었다.
- [0064] 그러나, 이러한 경우에도 표면 증강 라만분광법과 유사하게 기존의 라만 분광법에 따른 분광기에 추가로 정밀한 위치에 나노 렌즈를 인위적으로 설치하여야 하는 문제가 있었으며, 이러한 시도에 의하더라도 나노 사이즈의 미세 입자의 측정의 정확도와 신뢰도가 높지 않다는 문제가 있었다.
- [0065] 그러나, 본 발명의 일 실시형태에 따르면, 기존의 라만 분광기를 그대로 사용하더라도 나노 플라스틱이 나노 렌즈로서 역할을 수행하기 때문에, 나노 플라스틱의 표면에 직접 광을 조사하여 상기 나노 플라스틱으로부터 방출되는 라만 신호를 증강할 수 있다.
- [0066] 즉, 본 발명의 일 실시형태에 따르면, 별도로 나노 렌즈를 추가하거나 표면 증강 라만분광법을 수행하기 위하여 기질 제작 과정을 필요로 하지 않기 때문에, 용이하게 나노 플라스틱의 정성 및 정량 분석이 가능하고, 측정의 정확도 및 신뢰도가 우수한 장점이 있다.
- [0068] 한편, 본 발명의 일 실시상태에 따르면, 상기 미세 입자 검출 장치는 분광기, 레이저 모듈 및 모터 스테이지를 포함하는 것을 특징으로 한다.
- [0069] 상기 미세 입자 검출 장치는 후술하는 바와 같이, 본 발명의 나노 플라스틱의 정성 및 정량 분석의 정확도 및 신뢰도 향상을 위해 특별한 제어 조건을 제외하고는 기존의 라만 분광법에 따른 분광 시스템의 구성을 그대로 채용할 수 있다. 따라서, 이하 본 발명의 설명에서 기존 라만 분광법에 따른 분광 시스템의 구성과 동일한 부분에 대하여는 구체적인 설명을 생략하도록 한다.
- [0071] 본 발명의 일 실시상태에 따른 미세 입자 검출방법은, 미세 입자 검출 장치가 미세 입자를 검출하는 방법에 있어서, 미세 입자가 1 μm 미만의 입자 크기를 갖는 나노 플라스틱을 측정할 수 있으나, 기존의 라만 분광법을 채용하기 때문에, 그 측정의 정확도와 신뢰도를 향상시키기 위하여 미세 입자 검출 장치를 이용하여 측정하는 과정에서 특별한 측정 제어 조건이 필요하다.
- [0072] 구체적으로, 본 발명의 일 실시상태에 따르면, 상기 레이저 모듈에서 구동되는 레이저 파워가 1 mW 내지 5 mW인 것을 특징으로 한다.
- [0073] 본 발명의 일 실시상태에 따르면, 상기 미세 입자 검출 장치가 포함하는 레이저 모듈에서 구동되는 레이저 파워는 1 mW 내지 5 mW이기 때문에, 나노 플라스틱이 녹지 않은 상태에서 정성 및 정량 분석을 할 수 있어 측정의 정확도 및 신뢰도를 향상시킬 수 있다.
- [0074] 종래 라만 분광법에서는 미세 입자를 검출하기 위하여, 레이저 모듈에서 구동되는 레이저 파워가 20 mW 내지 100 mW 정도의 수준에서 수행되었으나, 본 발명에서는 레이저 모듈에서 구동되는 레이저 파워는 1 mW 내지 5 mW인 것을 특징으로 한다.
- [0075] 종래와 같이 레이저 파워가 20 mW 내지 100 mW 정도의 수준에서 수행될 경우에는 작은 나노 사이즈의 플라스틱은 높은 레이저 파워로 인하여 측정 전에 녹는 문제가 생길 수 있다.
- [0076] 그러나, 상기와 같이 본 발명에서는 레이저 파워가 1 mW 내지 5 mW이기 때문에, 나노 플라스틱이 녹지 않은 상태에서 측정할 수 있으며, 이로 인하여 측정의 정확도 및 신뢰도를 향상시킬 수 있다.
- [0077] 상기 레이저 모듈에서 구동되는 레이저 파워가 1 mW 미만일 경우에는 상기 레이저 파워가 너무 낮기 때문에, 상기 나노 플라스틱이 나노 렌즈로서 상기 나노 플라스틱으로부터 방출되는 라만 신호를 충분히 증강할 수 없어 나노 플라스틱의 정성 및 정량 분석이 어려울 수 있다.
- [0078] 한편, 상기 레이저 모듈에서 구동되는 레이저 파워가 5 mW를 초과하는 경우에는 상기 레이저 파워가 높기 때문에, 작은 사이즈의 나노 플라스틱이 측정 전에 녹을 수 있어 또한 나노 플라스틱을 측정하기 어려울 수 있다.

- [0080] 다음으로, 본 발명의 일 실시상태에 따르면, 나노 플라스틱의 정성 및 정량 분석을 위해 상기 분광기의 효율은 실리콘(silicon) 520 cm^{-1} 피크(peak)에 대하여 100배 대물렌즈(NA 0.9)로 1 mW, 1s로 측정시 라만 카운트가 5,000 카운트(counts) 이상인 것을 특징으로 한다.
- [0081] 즉, 상기 분광기 효율은 실리콘(silicon) 진동수 520 cm^{-1} 에서의 피크(peak)에 대하여 개구수(Numerical Aperture, NA)가 0.9인 100배 대물렌즈로 1 mW, 1s로 측정시 라만 카운트가 5,000 카운트(counts) 이상인 것을 특징으로 한다.
- [0082] 본 발명의 일 실시상태에 따르면, 상기 미세 입자 검출 장치가 포함하는 분광기의 효율은 5,000 카운트(counts) 이상, 바람직하게는 10,000 카운트(counts) 이상의 강도 범위를 가지기 때문에 신호 증강 효과를 얻을 수 있어, 나노 사이즈의 나노 플라스틱에 대한 라만 분광 분석의 정확도를 향상시킬 수 있다.
- [0083] 상기 미세 입자 검출 장치가 포함하는 분광기의 효율이 5,000 카운트(counts) 미만의 경우에는 상기 분광기의 효율이 낮아 신호 증강 효과를 얻기 어렵기 때문에, 나노 플라스틱을 측정하기 어려울 수 있다.
- [0085] 다음으로, 본 발명의 일 실시상태에 따르면, 나노 플라스틱의 정성 및 정량 분석을 위해 상기 모터 스테이지는 피에조(piezo) 기반 나노 스테이지이며, 평면상 분해능(resolution)이 200 nm 이하이고, 반복위치결정도(positioning repeatability)가 200 nm 이하인 것을 특징으로 한다.
- [0086] 본 발명의 일 실시상태에 따르면, 상기 미세 입자 검출 장치가 포함하는 모터 스테이지가 피에조(piezo) 기반 나노 스테이지이며, 평면상 분해능(resolution)이 200 nm 이하이고, 반복위치결정도(positioning repeatability)가 200 nm 이하인 것을 특징으로 하기 때문에, 나노 플라스틱의 위치를 정확히 파악할 수 있고, 이를 기초로 라만 분광 분석의 정확도를 향상시킬 수 있다.
- [0087] 상기 모터 스테이지는 피에조(piezo) 기반 나노 스테이지로서 바람직하게는 2차원 모터 스테이지일 수 있으며, 이에 한정되는 것은 아니며, 예를 들어 3차원 모터 스테이지일 수도 있다.
- [0088] 상기 피에조(piezo) 기반 나노 스테이지인 모터 스테이지가 2차원 모터 스테이지인 경우에는 정밀하게 제어되는 자동 스테이지를 x, y축의 일정 간격으로 순차적으로 움직여 이미지를 구성하는 매핑(mapping)이 가능하도록 한다.
- [0089] 상기와 같이 나노 플라스틱에 대하여 표면의 화학적 매핑이 가능하기 때문에, 대면적 기관 상의 나노 플라스틱의 입자 조성, 형태학적(morphology) 분석 및 분석 필터에서의 분포를 통해 나노 플라스틱의 정성 및 정량 분석이 가능하다.
- [0090] 특히, 본 발명의 일 실시상태에 따르면, 나노 플라스틱의 정성 및 정량 분석의 정확도 및 신뢰도 향상을 위해, 평면상 분해능(resolution)이 200 nm 이하이고, 반복위치결정도(positioning repeatability)가 200 nm 이하인 것을 특징으로 한다.
- [0091] 즉, 상기 피에조(piezo) 기반 나노 스테이지의 제어 조건은 평면상 분해능(resolution)이 200 nm 이하이고, 반복위치결정도(positioning repeatability)가 200 nm 이하인 것을 특징으로 한다.
- [0092] 상기 평면상 분해능(resolution)이 200 nm를 초과하는 경우에는, 나노 사이즈의 플라스틱 입자에 대한 측정이 어려워 나노 플라스틱의 정성 및 정량 분석의 정확도와 신뢰도가 저하되는 문제가 있다.
- [0093] 한편, 상기 피에조(piezo) 기반 나노 스테이지의 반복위치결정도(positioning repeatability)가 200 nm를 초과하는 경우에는, 나노 사이즈의 플라스틱 입자에 대한 측정이 어려워 나노 플라스틱의 정성 및 정량 분석의 정확도와 신뢰도가 저하되는 문제가 있다.
- [0095] 이하, 본 발명을 구체적으로 설명하기 위해 실시예를 들어 상세하게 설명하기로 한다. 그러나, 본 발명에 따른 실시예들은 여러 가지 다른 형태로 변형될 수 있으며, 본 발명의 범위가 아래에서 기술하는 실시예들에 한정되는 것으로 해석되지 않는다. 본 명세서의 실시예들은 당업계에서 평균적인 지식을 가진 자에게 본 발명을 보다 완전하게 설명하기 위해 제공되는 것이다.

- [0097] **실시예**
- [0098] 동결 파쇄된 미세 플라스틱을 물이나 에탄올에 잘 분산시킨 후 글라스 웨이퍼 위에 적하하고 본 발명의 일 실시예에 따른 미세 입자 검출 장치를 이용하여 미세 입자를 검출하였다.
- [0099] 상기 미세 검출 장치는 라만분광 시스템이며, 상기 라만분광 시스템의 라만 분광기를 이용하여 미세 플라스틱을 정량 및 정성 분석하였다.
- [0100] 도 3은 본 발명의 일 실시예에 따른 미세 입자를 자동으로 인식하고 크기를 특정한 현미경 비전상 이미지이다.
- [0101] 도 3을 참조하면, 본 발명의 일 실시예에 따라 미세 입자 검출 단계에서는, 현미경 비전상에서 자동으로 입자를 인식하고, 입자의 크기를 특정하여 각 나노 플라스틱 입자의 정량 및 정성 분석을 수행할 수 있다.
- [0102] 상기 글라스 웨이퍼 상에 떨어뜨린 나노 플라스틱 입자들에 532 nm 파장, 레이저 파워가 2 mW의 레이저를 주사하여 라만 신호를 검출하였다.
- [0103] 도 4는 각 미세 입자(나노 플라스틱 입자)에 대해 각각 레이저를 주사했을 때 나노 플라스틱 입자에서 라만 신호가 검출된 예를 나타내는 도면이다(PE, ~600nm 가 검출된 예시임).
- [0104] 도 4를 참조하면, 본 발명의 일 실시예에 따라 600 nm 이하의 나노 사이즈의 폴리에틸렌(PE) 입자를 정밀하게 측정할 수 있음을 알 수 있다.
- [0106] 본 발명의 일 실시상태에 따르면, 표면 증강 라만 분광법(SERS)에 의하여 측정하지 않더라도 나노 플라스틱의 분석이 가능하기 때문에, 대면적으로 나노 플라스틱의 정성 및 정량 분석이 용이하게 가능하며, 측정 정확도 및 신뢰도도 우수한 것을 특징으로 한다.
- [0108] 이상에서 설명한 본 발명은, 본 발명이 속하는 기술분야에서 통상의 지식을 가진 자에게 있어서 본 발명의 기술적 사상을 벗어나지 않는 범위내에서 여러 가지 치환, 변경이 가능하므로 전술한 실시예에 한정되는 것은 아니다.

도면3



도면4

