

SÚBORY MIKROELEKTRÓD S INTERAGUJÚCIMI DIFÚZNymi VRSTVAMI: VÝROBA A CHARAKTERIZÁCIA

PETER TOMČÍK^a, STANISLAV JURSA^a,
DUŠAN BUSTIN^a a VLADIMÍR TVAROŽEK^b

^a*Katedra analytickej chémie, Chemickotechnologická fakulta, Slovenská Technická univerzita, Radlinského 9, 812 37 Bratislava, Slovenská republika, e-mail: tomcik@cvt.stuba.sk,*

^b*Katedra mikroelektroniky, Elektrotechnická fakulta, Slovenská Technická Univerzita, Ilkovičova 3, 812 19 Bratislava, Slovenská republika*

Došlo dňa 28. VIII. 1997

Obsah

1. Úvod
2. Transportné pomery IDA mikroelektródy
3. Dôsledky prekryvu difúzných vrstiev IDA mikroelektród
 - 3.1. Zberná účinnosť IDA mikroelektród
 - 3.2. Redox cyklovanie
4. Výroba a charakterizácia IDA mikroelektród
5. Záver

1. Úvod

Pri výskume mikroelektród sa ukázalo, že zmenšenie rozmeru pracovnej elektródy tak, aby bol porovnateľný s hrúbkou difúznej vrstvy, prináša isté výhody pri elektroanalytických meraniach. Ustálený difúzny tok s vysokou hustotou, malá kapacita elektrickej dvojvrstvy, prúd merateľný aj v dvojelektrodovom zapojení s malým množstvom indierentného elektrolytu a vysoký pomer signálu k šumu¹⁻¹⁷ predurčujú mikroelektródy k aplikáciám v stopovej analýze a mikroanalýze. Hlavnou nevýhodou mikroelektród je nízka hodnota prúdu a z nej vyplývajúce ťažkosti pri meraní.

Jednou z možností ako zvýšiť hodnotu difúzneho prúdu pri súčasnom zachovaní výhod mikroelektród je ich zoskupovanie do súborov. V súčasnosti sú predmetom inten-

zívneho výskumu súbory mikroelektród, v ktorých jednotlivé mikroelektródy sú umiestnené tak blízko seba, že môže dôjsť k vzájomnému prekryvu ich difúzných vrstiev. Osobitné výhody má polarizovanie dvoch takýchto mikroelektród, alebo dvoch skupín mikroelektród rôznymi potenciálmi. Elektroaktívne látky generované na jednej elektróde (generátore) difundujú k povrchu druhej (kolektoru), kde sa môžu detegovať. Zvlášť efektívny difúzny transport prebieha pri interdigitovaných elektródach, ktorých vzájomná vzdialenosť je menšia než hrúbka difúznej vrstvy. Podobne ako pri rotačnej diskovej elektróde s prstencom (RRDE) aj pri interdigitovaných súboroch mikroelektród (ďalej IDA mikroelektródy) môžeme definovať zbernú účinnosť. Zberná účinnosť je však uveľa väčšia ako pri RRDE a závisí predovšetkým od vzájomnej vzdialenosti mikroelektród v súbore. Ak táto vzdialenosť klesá pod 1 μm , hodnota zbernej účinnosti sa limitne blíži k 100 %. Navyše prúd je lepšie reprodukovateľný ako pri RRDE. Ak na kolektore z generátorového produktu vzniká pôvodná analyzovaná elektroaktívna látka ide o tzv. redox cyklovanie. Efekt redox cyklovania reverzibilných látok poskytuje zosilnený prúd bez kapacitnej zložky, čo zvyšuje citlivosť a selektivitu analýzy.

2. Transportné pomery IDA mikroelektródy

Teoretické štúdie¹⁸⁻²⁸ sú zamerané najmä na mikrocylindrické a mikrovrstvomé IDA mikroelektródy. Experimentálne práce²⁹⁻³¹ sa zaoberajú chronoampérometriou a voltampérometriou s lineárnym nárastom potenciálu.

Pre hrúbku difúznej vrstvy mikrovrstvomé IDA mikroelektródy 5 platí vzťah:

$$\delta = \frac{zFADc}{I} \quad (1)$$

kde z - počet vymenených elektrónov, F - Faradayova konštanta, A - plocha mikroelektródy, D - difúzny koeficient látky, c - koncentrácia látky v roztoku, I - difúzny prúd.

Okrem toho treba popri lineárnej difúzii počítať pri tomto type mikroelektrod aj s difúziou sférickou. Difúzny prúd možno vyjadriť takto:

$$I = \frac{zFACD^{1/2}}{\sqrt{\pi t}} + \frac{zFcDP}{2} = I_{\text{COTT}} + \frac{zFcDP}{2} \quad (2)$$

kde t je doba trvania experimentu a P je parameter.

Dôležité parametre pri posudzovaní súborov mikroelektrod sú ich šírka W_e a dĺžka L (cit.²²). Aoki²⁹ odvodil rovnicu pre hrúbku difúznej vrstvy mikrovrstvovej elektrody v časovej doméne

$$\Theta = \frac{Dt}{W_e^2} < 10^8$$

kde W_e je šírka elektrody:

$$\delta = \frac{W_e}{\frac{1}{\sqrt{\pi\Theta}} + 0,97 - 1,10 \exp\left[\frac{-9,90}{|\ln(12,37\Theta)|}\right]} \quad (3)$$

Je zrejmé, že hrúbka difúznej vrstvy sa zväčšuje s časom a je menšia ako Cottrellovská kvôli okrajovému efektu. Ak je čas veľmi krátky ($0 < 3 \times 10^{-5}$) δ sa stáva Cottrellovskou $\delta_{\text{cot}} = \sqrt{\pi Dt}$.

Pri dostatočne veľkom čase, sa ustáli prúd na určitej hodnote a vtedy voltampérogram snímaný malou polariizačnou rýchlosťou nadobudne sigmoidný tvar.

Hrúbka difúznej vrstvy rastie s W_e . Čím menšie je W_e tým väčšia je zmena δ s časom. Vtedy sa mikroelektroda rýchlejšie dostane do ustáleného stavu.

Prekryv difúzných vrstiev mikrovrstvových elektrod

Rozlišujeme tri prípady²⁸:

7) Keď $\delta < W/2$, ($W = W_e \cdot W_g$, W_g je šírka medzery), difúzne vrstvy sa neprekrývajú a celkový prúd je daný súčtom prúdov jednotlivých mikrovrstiev elektrody, ktorých počet je m . $I_{\text{total}} = mI$, I sa vypočíta z rovnice (2).

2) Keď $\delta > W/2$, difúzne vrstvy dvoch susedných elektrod sa čiastočne prekrývajú. Difúzia je semicylindrická (obr.

1). Funkciou prekrytia je uhol ψ

$$\psi = \tan^{-1} \left(\frac{[\delta^2 - (W/2)^2]^{1/2}}{W/2} \right) \quad (4)$$

Ak sa čas elektrolýzy predĺži, zvýši sa jednak ψ aj δ , ale plocha elektrody sa zníži. Absolútna hodnota prúdu je menšia ako v prípade 7). Rovnica (5), platí ak $8 < 10^8$ za podmienok, že transport látky je vyjadrený dvojrozmernou difúziou závislou od času a mikroelektroda je tak dlhá, že okrajový efekt oboch koncov je zanedbateľný.

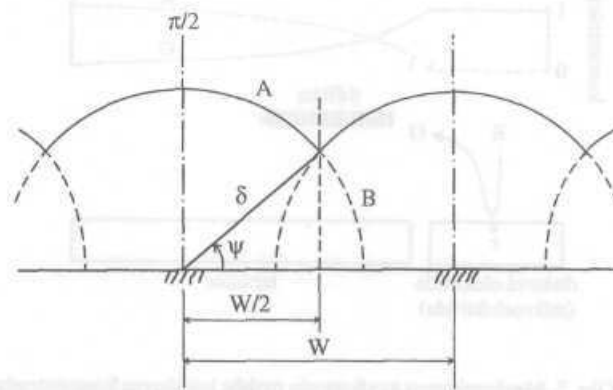
$$I_{\text{total}} = m z F D c L \left[\frac{1}{\pi\Theta} + 0,97 - 1,10 \exp\left(-\frac{9,9}{\ln(12,37\Theta)}\right) \right] K$$

$$K = 1 - \frac{2}{\pi} \tan^{-1} \left[\frac{4W_e^2}{\left[\frac{1}{\sqrt{\pi\Theta}} + 0,97 - 1,10 \exp\left(\frac{-9,90}{|\ln(12,37\Theta)|}\right) \right]^2 W - \frac{W^3}{4}} \right] \quad (5)$$

3) Ak uhol ψ nadobudne limitnú hodnotu $\psi = \delta/2$, nastane úplný prekryv difúzných vrstiev. Rovnica pre prúd je:

$$I_{\text{total}} = \frac{zFcDm(W_e + W_g)L}{(\pi Dt)^{1/2}} \quad (6)$$

kde W_g - vzdialenosť dvoch susedných mikroelektrod (segmentov) od okraja k okraju, m - počet segmentov, L - dĺžka segmentov. Stupeň prekryvu sa môže vyjadriť tzv. prekryvovým faktorom



Obr. 1. Model prekrytia difúzných vrstiev v priečnom reze⁴¹

$$S_f = 1 - \frac{I_{\text{total}}}{\sum_{j=1}^m I_j} \quad (7)$$

kde I_j je prúd j -tej elektródy vtedy, keď ostatné sú vypnuté z multipotenciostatu. Prekryvový faktor zvyčajne reprezentuje pomer plochy difúznej vrstvy prekry tej elektródy k celkovej ploche difúzných vrstiev ostatných samostatných elektród. Prekryvový faktor závisí od doby trvania experimentu a od geometrického usporiadania elektródy³⁵.

3. Dôsledky prekryvu difúzných vrstiev IDA mikroelektrod

3.1. Zberná účinnosť IDA mikroelektrod

Zberná účinnosť IDA mikroelektrody sa vypočíta z pomeru generátorového a kolektorového prúdu. Bard a kol.³⁵ ukázali, že zberná účinnosť závisí od šírky medzery medzi generátorom a kolektorom a môže byť vyjadrená rovnicou:

$$\Phi_{ss} = 0,095 + 0,33 \log j_{\text{gap}} - 0,035 (\log j_{\text{gap}})^2 \quad (8)$$

$$j_{\text{gap}} = 4Dt/(W_g)^2$$

kde Φ_{ss} je zberná účinnosť.

Na základe porovnania zberných účinností mikroelektrod s rôznym geometrickým usporiadaním boli vyvedené nasledujúce závery:

1. Zberná účinnosť na IDA mikroelektrode sa mení nielen

so šírkou medzery, ale aj so šírkou kovovej vrstvy tvoriacej mikroelektrodu, alebo jej segment.

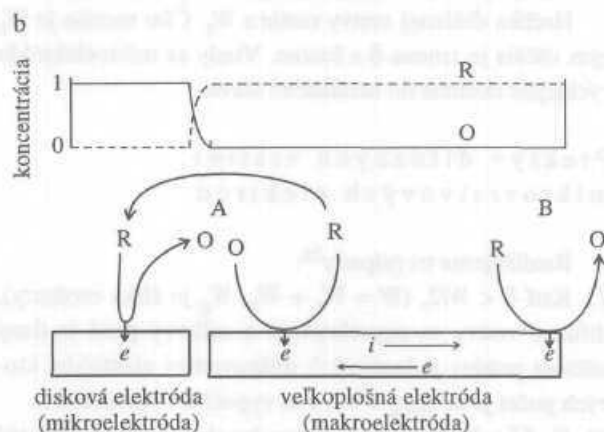
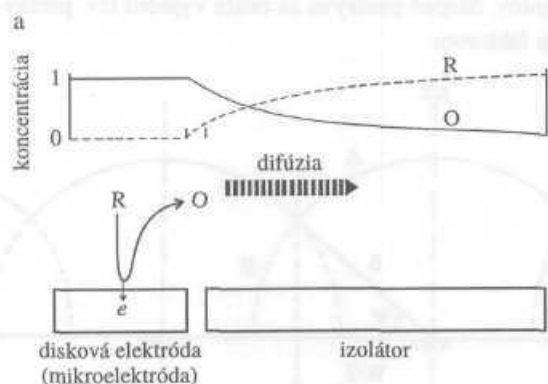
2. Zberná účinnosť sa mení pre rozličné reverzibilné látky s rôznymi difúznymi koeficientami len veľmi málo. Toto potvrdzuje, že rozhodujúci vplyv na zbernú účinnosť majú geometrické faktory.

Zistila sa lineárna závislosť medzi druhou odmocninou z času a veličinou $W_g/4 + W_g$, pre prípad keď prúd dosiahne 50 % hodnoty limitného prúdu. $W_g/4 + W_g$ je priemerná difúzna dráha medzi generátorom a kolektorom. Tento parameter je vhodný na vyhodnocovanie závislosti zbernej účinnosti od geometrie IDA mikroelektrod³⁹.

3.2. Redox cyklovanie IDA mikroelektrod

Tento jav nastane vtedy, keď na jednej mikroelektrode (generátore) generujeme elektroaktívnu látku a potenciál druhej mikroelektrody (kolektora) fixujeme na takej hodnote, ktorá zodpovedá limitnému difúznemu prúdu elektrochemickej reakcie opačnej v porovnaní s generátorovou elektródovou reakciou (duálny mód). Meraný prúd generátora aj kolektora je ustálený a je niekoľkokrát väčší než v prípade, keď je kolektorová mikroelektroda vypnutá z bipotenciostatu (jednoduchý mód). Toto sa niekedy nazýva aj vynútené redox cyklovanie. Nepotenciostatovaná mikroelektroda v blízkosti meranej mikroelektrody neovplyvňuje jej prúdy a správa sa ako izolant (obr. 2a). Ak pri tom použijeme nižšiu polarizačnú rýchlosť (menej ako 5 mV/s) získame tiež vlnu, ktorá je však o mnoho nižšia v porovnaní s prípadom, keď sa vhodne polarizuje kolektorová elektroda.

Prípad samoindukovaného redox cyklovania nastane



Obr. 2. Mechanizmus zvyšovania prúdu lokálnym koncentračným gradientom⁴⁵, a - mikroelektroda umiestená v blízkosti izolantu, b - mikroelektroda umiestená v difúznej vrstve makroelektrody

vtedy, keď do blízkosti mikroelektrody umiestnime veľkoplošnú makroelektrodu. Ak sú obidve elektrody polarizované ako v prvom prípade, ovplyvňujú sa podobne. Rozdiel je len v tom, že prúd na makroelektrode je veľký a difúzna vrstva mikroelektrody dosiahne len malý úsek makroelektrody priliehajúci k medzere medzi nimi. Preto relatívna zmena prúdu tejto makroelektrody je veľmi malá a teda ťažko merateľná. Prúd meraný na mikroelektrode je však podstatne (merateľne) väčší, čo potvrdzuje očakávaný efekt redox cyklovania.

Prekvapivý je výsledok merania prúdu mikroelektrody v prípade, keď makroelektroda, umiestená v jej blízkosti, je vypnutá z potenciostatu. Prúd mikroelektrody je aj v tomto prípade veľký, a to takmer rovnako ako keby makroelektroda bola potenciostatovaná. V tom sa teda mikroelektroda a makroelektroda podstatne líšia.

V experimentoch pri vysvetľovaní efektu samoindukovaného redox cyklovania sa použila elektroda s dvomi samostatne polarizovateľnými elektrodami. Jedna z nich je elektroda zložená z mikrodiskov. Pod ňou je umiestená makroelektroda, ktorej plocha je rovnaká ako plocha mikrodiskovej elektrody^{32,39}. Ak makroelektroda v dvojvrstvovej mikrodiskovej elektrode nie je spojená s potenciostatom prúd oxidovanej formy nepoklesne, a je väčší ako pri samotnej mikrodiskovej elektrode bez makroelektrody umiestenej v jej tesnej blízkosti.

Mechanizmus zvýšenia prúdovej odozvy samoindukovaným redox cyklovaním podľa Horiuchiho a kol.³² je znázornený na obr. 2b.

Oxidovaná forma produkovaná na mikrodisku difunduje do blízkosti povrchu makroelektrody (bod A) a vytvára lokálny koncentračný gradient. V súlade s ustálením rovnováhy na povrchu makroelektrody sa v blízkosti bodu A indukuje redukčná reakcia $O \rightarrow R$ a v bode B oxidačná reakcia $R \rightarrow O$. Redukovaná látka generovaná na povrchu elektrody v blízkosti bodu A difunduje v dôsledku koncentračného deficitu naspäť na mikrodiskovú elektrodu a oxiduje sa znovu, čím uzatvára redox cyklus.

Náboj prechádza v smere $A \rightarrow B$ cez celú makroelektrodu, ktorá sa tak správa ako skrátená koncentračná cela. Je to podobné, ako keby namiesto jednej elektrody boli použité dve rôzne elektrody potenciostatované nezávisle.

Anodický prúd na ľavej elektrode (obr. 2b) je o mnoho väčší v porovnaní s prípadom keď pravý rad nebol spojený s makroelektrodou a keď teda ľavý rad bol obklopený nepolarizovanou mikroelektrodou, ktorej vplyv, ako sa už uviedlo, sa nelíši od izolanta. Anodický prúd medzi pravým radom a makroelektrodou je tým väčší, čím väčší je loga-

ritmus plochy P_t makroelektrody. Tento lineárny vzťah platí dovtedy, až kým makroelektroda nedosiahne stónasobok plochy pravého radu. Ďalšie zväčšovanie plochy k rastu prúdu nevedie.

Veličina, ktorá kvantitatívne popisuje stupeň redox cyklovania je počet redox cyklov. Môže sa vypočítať z hodnôt zbernej účinnosti. Keď zberná účinnosť v smere generátor-kolektor je Φ_1 , a v smere kolektor-generátor Φ_2 , tak počet molekúl látky, vymieňajúcej jeden elektrón, ktoré difundujú naspäť na generátorovú elektrodu po redukcii na kolektorovej elektrode sa môže vyjadriť ako $N\Phi_1\Phi_2$, kde N je počet molekúl oxidovaných za jednotku času na generátorovej elektrode. Tedy počet molekúl, ktoré difundujú naspäť do objemovej fázy roztoku je $N - N\Phi_1\Phi_2$. Potom počet redox cyklov je vyjadrený rovnicou:

$$R_C = \frac{N}{N(1 - \Phi_1\Phi_2)} = \frac{1}{1 - \Phi_1\Phi_2} \quad (9)$$

V experimentoch zvyčajne Φ_1 a Φ_2 bývajú rovnaké, pretože generátor a kolektor majú tú istú plochu. Pri tomto hodnotení redox cyklovania na IDA mikroelektrodách, je správnosť výpočtu redox cyklov zaťažená experimentálnou chybou určenia zbernej účinnosti, ktorá sa, ako vidno, násobí dvakrát.

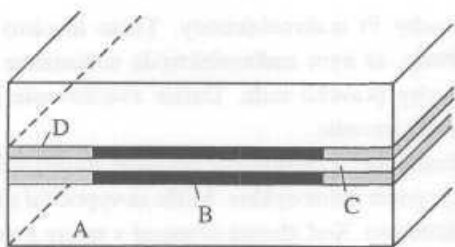
Priemerný počet redox cyklov sa môže tiež vypočítať ako pomer limitného prúdu v duálnom móde I_G a prúdu v jednoduchom móde I_0 . Veličina I_G/I_0 je dobre reprodukovateľná a môže nahradiť hodnoty R_C vypočítané z rovnice (9).

4. Výroba a charakterizácia IDA mikroelektrod

Výroba a charakterizácia mikrovrstvových IDA mikroelektrod

Mikrovrstvové IDA mikroelektrody (obr. 3) sa vyrobili tak, že vrstvy izolačného filmu hrúbky 2, 4 alebo 6 μm sa umiestnili medzi vrstvy Pt fólie. V práci³³ sa použila Pt fólia hrúbky 4 μm . Jej konštrukcia sa spevnila malým množstvom epoxidu, ktorý sa aplikoval najprv na podkladové sklo a potom medzi všetky použité fólie elektrody. Povrch elektrody sa očistil ultrazvukom v metanole a vode. Dĺžka mikroelektrody bola určená opticky.

Testovacou látkou pri charakterizácii bol ferocén³⁴. Pre dvojité mikrovrstvové elektrody sa zberná účinnosť, vy-



Obr. 3. Schematický obraz mikroelektrody s dvojitou kovovou vrstvou²⁰, A - sklená fólia, B - kovová fólia, C - izolátor, D - epoxid

počítaná z pomeru generátorového a kolektorového prúdu pohybuje v rozmedzí 0,1 až 0,5. Zberná účinnosť je nezávislá od iónovej sily roztoku. Voltampérogram roztoku s nízkou iónovou silou nie je skleslený IR spádom³⁶⁻³⁸.

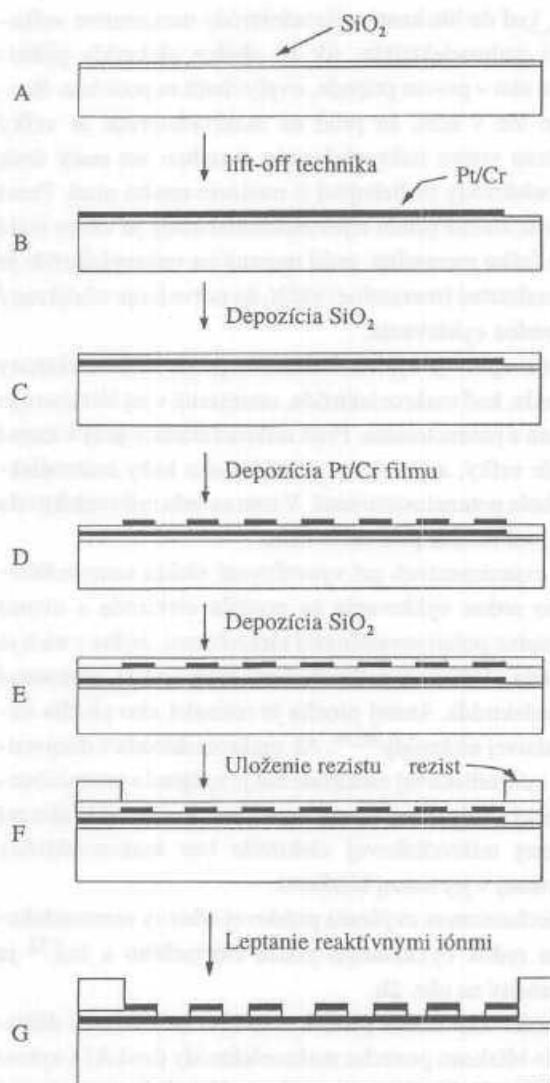
Výroba a charakterizácia vertikálne separovaných IDA mikroelektrod

Vertikálne separované IDA mikroelektrody (obr.4) sa vyrobili tak, že na povrchovo zoxidovaný kremíkový nosič sa naniesla vrstva pozitívneho fotorezistu. Film rezistu sa exponoval UV žiarením cez fotomasku a bol umytý deionizovanou vodou. Po uložení Pt filmu hrúbky 100 nm na nosič, nasledovala depozícia tenkého Cr filmu (5 nm) za vákuových podmienok. Potom bol nosič ponorený do metyletylketónu a konečné vytvarovanie sa urobilo fotolitograficky. Leptanie filmu oxidu kremičitého sa uskutočnilo pomocou reaktívnych iónov v tetrafluórmetáne³⁹⁻⁴².

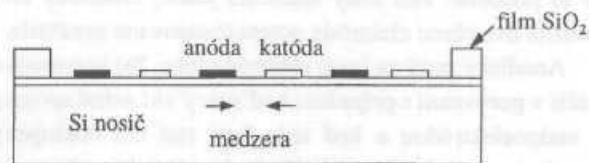
Pri charakterizácii sa získal signál, ktorý je 5x ($R_C = 35$) väčší ako na planárnej IDA mikroelektrode ($R_C = 7$), ktorej segmenty nie sú oddelené vrstvou izolačného filmu šírky 0,5 μm , ale medzerou šírky 2,5 μm (obr. 5). Zvýšenie prúdu je spôsobené malou medzerou vertikálne separovanej IDA mikroelektrody, čo zodpovedá efektívnejšiemu redox cyklovaniu medzi katódou a anódou⁴². Úzka medzera spôsobuje tiež krátku časovú odozvu vertikálne separovaných mikroelektrod (niekoľko ms) oproti planárnym IDA mikroelektrodám (100 ms).

Výroba a charakterizácia uhlíkových IDA mikroelektrod

Anjo a kol. ukázali, že popri kovoch ako materiál na výrobu môže slúžiť aj uhlík⁴³. V cit.⁴⁴ sú opísané vertikálne separované IDA mikroelektrody s dvojitou vrstvou filmu (uhlíkového a platinového). Výroba uhlíkového filmu je



Obr. 4. Výroba vertikálne separovaných IDA mikroelektrod²⁷. Zoxidovaný kremíkový nosič (A) sa pokryje fotorezistom, potom sa deponuje Pt/Cr film (B). Nosič sa opäť pokryje SiO_2 (C) a na to sa položí kovový materiál hornej elektródy (D). Potom sa nosič znovu pokryje SiO_2 (E) a vytvaruje sa rezistom (F). Film SiO_2 sa vyleptá reaktívnymi iónmi a získa sa konečný tvar elektródy (G)



Obr. 5. Planárna IDA mikroelektroda

založená na pyrolýze dianhydridu kyseliny 3,4,9,10-peryléntetrakarboxylovej (PTCDA) podľa Kaplana⁴⁵. Na získanie filmu s veľkou plochou a hladkým povrchom je nutné pomalšie vyparovanie PTCDA. Aby sa zabezpečila väčšia vodivosť uhlíkového filmu, teplota pyrolýzy by mala byť 1000 °C. Štruktúru filmu možno zistiť röntgenovou difrakciou a Ramanovou spektroskopiou.

Cyklický voltampérogram ukazuje veľký posun pík, čo zodpovedá veľkému IR spádu. Lepší potenciálový rozdiel pík ukazuje kombinovaná IDA mikroelektroda (jeden segment z uhlíka a druhý z platiny). Veľký zvyškový prúd spôsobuje hrubý povrch uhlíkovej elektrody (stredná hrúbka 5 nm).

5. Záver

IDA mikroelektrody majú veľmi výhodné vlastnosti, ktoré možno využiť v analytickej chémii. Preukazujú vysokú zbernú účinnosť a vysokú reprodukovateľnosť v porovnaní s RRDE. Navyše ich malý rozmer predurčuje IDA mikroelektrody na *in vivo* experimenty. Najpozoruhodnejšou črtou je však zosilnenie prúdu redox cyklovaním (vynuteným alebo samoindukovaným), kde zosilnený prúd kolektorovej elektrody je zbavený nežiadúcej kapacitnej zložky. Takýto signál sa môže využiť na stopovú analýzu takých látok, ktoré z rozličných dôvodov neprichádzajú do úvahy pri klasických experimentoch elektrochemickej rozpúšťacej analýzy s nahromadením. Najčastejším takýmto dôvodom je rozpustnosť oboch foriem redox systému v analyzovanom roztoku.

Referát treba chápať ako úvod do problematiky IDA mikroelektrod. V budúcnosti chceme opísať konkrétne analytické aplikácie týchto zaujímavých elektroanalytických senzorov.

LITERATÚRA

- Wightman R. M.: *Science* **240**, 415 (1988).
- Howell J. O., Wightman R. M.: *Anal. Chem.* **56**, 524 (1984).
- Johnson D. C., Ryan M. D., Wilson G. S.: *Anal. Chem.* **60**, 147 R (1988).
- Reller H., Kirowa-Eisner E., Gileady E.: *J. Electroanal. Chem.* **161**, 247 (1984).
- Wise J. A., Heineman W. R., Kissinger P. T.: *Anal. Chim. Acta* **127**, 1 (1985).
- Vydra F., Stulík K., Juláková E.: *Rozpouštěcí polarografie a voltametrie*. Praha, SNTL 1977.
- De Vries W. T., van Dalen E.: *J. Electroanal. Chem.* **74**, 315 (1967).
- Dayton M. A., Brown J. C., Stutts K. J., Wightman R. M.: *Anal. Chem.* **52**, 946 (1980).
- Wang. J.: *Stripping Analysis*. VCH Publishers, Deerfield Beach 1985.
- Sinjakova S. I., Markova I. V., Galfajen N.G.: *Anal. Chim.* **15**, 164 (1965).
- Florence T. M. J.: *J. Electroanal. Chem.* **27**, 273 (1970).
- Hills G., Pour A. K., Scharifker B.: *Electrochim. Acta* **28**, 891 (1983).
- Scharifker B., Hills G.: *J. Electroanal. Chem.* **130**, 81 (1981).
- Gunawardena G., Hills G., Scharifker B.: *J. Electroanal. Chem.* **130**, 99 (1981).
- Hills G. J., Schiffrin D. J., Thompson J.: *Electrochim. Acta* **79**, 657 (1974).
- Gunawardena G., Hills G. J., Montenegro I.: *Electrochim. Acta* **23**, 693 (1978).
- Cushman M. R., Bennet B. G., Anderson C. W.: *Anal. Chim. Acta* **130**, 323 (1981).
- Aoki K., Tokuda K., Matsuda H.: *J. Electroanal. Chem.* **235**, 87 (1987).
- Bond A. M., Oldham E. T., Zoski C. G.: *J. Electroanal. Chem.* **245**, 71 (1988).
- Zoski C. G., Bond A. M., Alinson E. T., Oldham K. B.: *Anal. Chem.* **62**, 37 (1990).
- Aoki K., Honda K., Tokuda K., Matsuda H.: *J. Electroanal. Chem.* **186**, 23 (1986).
- Amatore C. A., Deakin M. R., Wightman R. M.: *J. Electroanal. Chem.* **206**, 23 (1986).
- Aoki K., Honda K., Tokuda K., Matsuda H.: *J. Electroanal. Chem.* **799**, 271 (1986).
- Aoki K., Honda K., Matsuda H.: *J. Electroanal. Chem.* **206**, 47 (1988).
- Aoki K., Tanaka M.: *J. Electroanal. Chem.* **266**, 11 (1989).
- Alen H., Hall H. O., Klein N. A., Psalti I. S. M., Walton N. J.: *Anal. Chem.* **67**, 2200 (1989).
- Aoki K.: *J. Electroanal. Chem.* **270**, 35 (1989).
- Ju H., Chen H., Hong G.: *J. Electroanal. Chem.* **341**, 35 (1992).
- Aoki K., Tokuda K., Matsuda H.: *J. Electroanal. Chem.* **225**, 19 (1987).
- Aoki K., Tokuda K.: *J. Electroanal. Chem.* **237**, 163 (1987).

31. Szabo A., Core D. K., Tallmann D. E., Kovach P. M., Wightman R. M.: *J. Electroanal. Chem.* 217, 417 (1987).
32. Horiuchi T., Niwa O., Morita M., Tabei H.: *J. Electrochem. Soc.* 138, 3549 (1991).
33. Bartelt J. E., Deakin M. R., Amatore C. H., Wightman R. M.: *Anal. Chem.* 60, 2167 (1988).
34. Geiger W. E., Smith D. E.: *J. Electroanal. Chem.* 50, 31 (1974).
35. Bard A. J., Crayston G. P., Kittlesen G. P., Shea T. V., Wrighton M. S.: *Anal. Chem.* 58, 2321 (1986).
36. Bond A. M., Henderson T. L., Thormann W. J.: *J. Phys. Chem.* 90, 2911 (1986).
37. Thormann W., van den Bosch P., Bond A. M.: *Anal. Chem.* 57, 2764 (1985).
38. Seddon B. J., Girauld H. M., Edoves M. J.: *J. Electroanal. Chem.* 266, 22 (1990).
39. Niwa O., Morita M., Tabei H.: *Anal. Chem.* 62, 447 (1990).
40. Weishaar D. E., Tallmann D. E.: *Anal. Chem.* 55, 1146 (1983).
41. Aoki K., Morita M., Niwa O., Tabei H.: *J. Electroanal. Chem.* 256, 269 (1988).
42. Niwa O., Morita M., Tabei H.: *J. Electroanal. Chem. Interfacial Electrochem.* 267, 291 (1989).
43. Rojo A., Rosenstratten A., Anjo D.: *Anal. Chem.* 58, 2988 (1986).
44. Tabei H., Morita M., Niwa O., Horiuchi T.: *J. Electroanal. Chem.* 334, 25 (1992).
45. Kaplan M. L., Schmidt P. H., Chen C. M., Walsh W. M. Jr: *Appl. Phys. Lett.* 36, 867 (1980).

P. Tomčík^a, S. Jursa^a, D. Bustin^a, and V. Tvarožek^b
 (^a*Department of Analytical Chemistry*, ^b*Department of Microelectronics, Faculty of Chemical Technology, Slovak Technical University, Bratislava, Slovak Republic*): **Micro-electrode Arrays with Interacting Diffusion Layers: Fabrication and Characterization**

The review deals with the fabrication and characterization of interdigitated array (IDA) microelectrodes. The close constitution of IDA causes special effects which can be useful for analytical applications. Transport phenomena of the microband IDA microelectrodes are surveyed and the consequences of the diffusion layer overlapping, such as a high collection efficiency in comparison with RRDE and current amplification by redox cycling, are discussed. A brief description of the fabrication of vertically separated IDA microelectrodes is given.