(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2020-0132113
(43) 공개일자 2020년11월25일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
B01J 2/02 (2015.01) *C08J 3/12* (2006.01)
C08J 3/21 (2006.01)
(52) CPC특허분류
B01J 2/02 (2013.01)
C08J 3/122 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2019-0057059
(22) 출원일자 2019년05월15일
심사청구일자 2019년05월15일

(71) 출원인
경희대학교 산학협력단
경기도 용인시 기흥구 덕영대로 1732 (서천동, 경희대학교 국제캠퍼스내)
고려대학교 산학협력단
서울특별시 성북구 안암로 145, 고려대학교 (안암동5가)
(72) 발명자
박범준
경기도 용인시 기흥구 덕영대로 1732, 화학공학과(서천동,경희대학교국제캠퍼스)
임상혁
경기도 화성시 동탄순환대로21길 53, 1314동 301호(청계동, 롯데캐슬 알바트로스)
(뒷면에 계속)
(74) 대리인
김연권

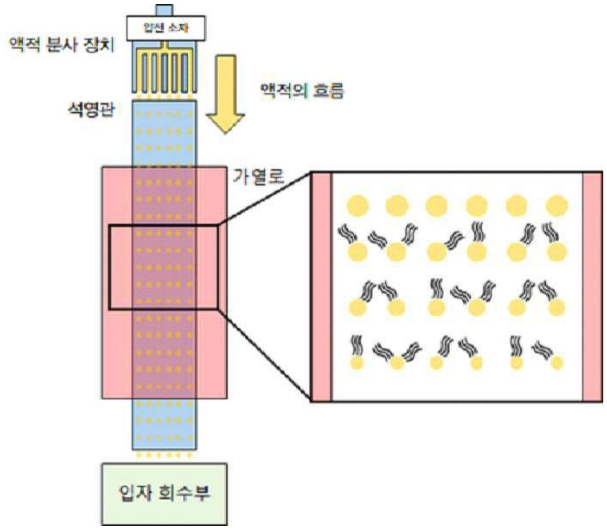
전체 청구항 수 : 총 14 항

(54) 발명의 명칭 **마이크로 입자의 대량 생산 방법 및 이를 통해 제조된 마이크로 입자**

(57) 요 약

본 발명은 마이크로 입자의 대량 생산 방법 및 이를 통해 제조된 마이크로 입자를 개시한다. 본 발명의 실시예에 따른 마이크로 입자의 대량 생산 방법은 압전 소자를 포함하는 액적 분사 장치에 구비된 노즐을 통해 고분자 용액이 분사되어 액적이 형성되는 단계; 상기 액적이 가열로를 통과하면서 마이크로 입자가 형성되는 단계; 및 상기 마이크로 입자를 회수하는 단계를 포함하는 것을 특징으로 한다.

대 표 도 - 도1



(52) CPC특허분류
C08J 3/212 (2013.01)
(72) 발명자
김경학
경기도 수원시 영통구 청명로59번길 7-1, 302호(영통동)
최규환
경기도 수원시 영통구 청명로 18, 507호(영통동)
김진수
경기도 성남시 분당구 수내로 206, 305동 1302호(수내동, 푸른마을 아파트)

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호	NRF-2014R1A5A1009799
부처명	과학기술정보통신부
과제관리(전문)기관명	한국연구재단
연구사업명	이공분야기초연구사업/선도연구센터지원사업/이공학분야(S/ERC)
연구과제명	ERC-결정기능화공정기술센터
기 여 율	1/1
과제수행기관명	경희대학교 산학협력단
연구기간	2014.05.01 ~ 2021.02.28

명 세 서

청구범위

청구항 1

압전 소자를 포함하는 액적 분사 장치에 구비된 노즐을 통해 고분자 용액이 분사되어 액적이 형성되는 단계;

상기 액적이 가열로를 통과하면서 마이크로 입자가 형성되는 단계; 및

상기 마이크로 입자를 회수하는 단계

를 포함하는 것을 특징으로 하는 마이크로 입자의 대량 생산 방법.

청구항 2

제1항에 있어서,

상기 압전 소자의 주파수는 1 Hz 내지 960 Hz인 것을 특징으로 하는 마이크로 입자의 대량 생산 방법.

청구항 3

제1항에 있어서,

상기 노즐은 단일 노즐 또는 복수 개의 홀을 가진 멀티 홀 노즐인 것을 특징으로 하는 마이크로 입자의 대량 생산 방법.

청구항 4

제1항에 있어서,

상기 노즐의 재질은 유리, 석영(quartz), 폴리에테르에테르케톤 (Polyether ether ketone, PEEK), S-PEEK (sulfonated-PEEK), 폴리아크릴케톤 (Polyacryletherketone, PAEK) 중 어느 하나인 것을 특징으로 하는 마이크로 입자의 대량 생산 방법.

청구항 5

제1항에 있어서,

상기 노즐의 홀(hole)은 10 μm 내지 150 μm의 직경을 가지는 것을 특징으로 하는 마이크로 입자의 대량 생산 방법.

청구항 6

제1항에 있어서,

상기 고분자 용액은 친수성 고분자인 고분자로는 알지네이트 (Alginate), PLGA (Poly(lactic-co-glycolic acid)), PVDF (Polyvinylidene fluoride), 셀룰로오스 아세테이트, PEG (Polyethyleneglycol), PVP (Polyvinylpyrrolidone)와, 소수성 고분자인 폴리스티렌 (Polystyrene, PS), 폴리아크릴로니트릴 (Polyacrylonitrile, PAN), 폴리메타크릴레이트 (Polymethacrylate, PMMA) 중 적어도 어느 하나를 포함하는 것을 특징으로 하는 마이크로 입자의 대량 생산 방법.

청구항 7

제1항에 있어서,

상기 고분자 용액은 물, 메탄올 (methanol), 에탄올 (ethanol), 프로판올 (propanol), 부탄올 (butanol), 이소프로필알코올 (isopropyl alcohol), 이소부틸알콜 (isobutyl alcohol), 에틸렌글리콜 (ethylene glycol), 아세톤 (acetone), 메틸에틸케톤 (methylethylketone), 사이클로헥사논 (cyclohexanone), 헥산 (hexane), 디에틸아민 (Diethylamine) ,트리에틸아민 (Triethylamine), 옥타데실아민 (Octadecylamine), 사이클로 헥산 (cyclohexane), 에틸아세테이트 (ethylacetate), 아세톤 (acetone), 디메틸포름아미드 (Dimethylformamide), 디메틸아세트아미드 (Dimethylacetamide), 메틸렌 클로라이드 (methylene chloride), 디클로로메탄 (Dichloromathane), 클로로포름 (Chloroform), 사염화탄소 (Tetrachloromethane), 디메틸설폭사이드 (Dimethylsulfoxide), 다이옥신 (Dioxin), 니트로메탄 (Nitromethane), 톨루엔 (toluene), 자이렌 (xylnene), 디클로로벤젠 (Dichlorobenzene), 디메틸벤젠 (Dimethylbenzene), 트리메틸벤젠 (trimethylbenzene), 메틸나프탈렌 (methylnaphthalene), 테트라하이드로퓨란 (Tetrahydrofurane), N-메틸 -2-피롤리돈 (N-methyl-r-pyrrolidone), 피리딘 (pyridine), 아크릴로니트릴 (acrylonitrile), 아닐린 (aniline), 솔비톨 (sorbitol), 카비톨(carbitol), 카비톨아세테이트 (carbitolacetate), 메틸셀로졸브 (methyl cellosolve) 및 에틸셀로졸브 (ethyl cellosolce)로 이루어진 군으로부터 하나 이상을 용매로 포함하는 것을 특징으로 하는 마이크로 입자의 대량 생산 방법.

청구항 8

제1항에 있어서,

상기 고분자 용액의 점도는 1 cP 내지 40 cP인 것을 특징으로 하는 마이크로 입자의 대량 생산 방법.

청구항 9

제1항에 있어서,

상기 가열로의 내부 온도는 150 ℃ 내지 200 ℃ 인 것을 특징으로 하는 마이크로 입자의 대량 생산 방법.

청구항 10

제1항에 있어서,

상기 가열로의 길이는 15cm 내지 200cm인 것을 특징으로 하는 마이크로 입자의 대량 생산 방법.

청구항 11

제1항 내지 제10항 중 어느 한 항에 따라 형성된 마이크로 입자.

청구항 12

제11항에 있어서,

상기 마이크로 입자의 직경은 5 μm 내지 300 μm인 것을 특징으로 하는 마이크로 입자.

청구항 13

제11항에 있어서,

상기 마이크로 입자의 크기 분포는 1.5 ㎛ 내지 25 ㎛인 것을 특징으로 하는 마이크로 입자.

청구항 14

제11항에 있어서,

상기 마이크로 입자의 직경에 대한 변동계수(Coefficient of variation, CV)는 5 % 내지 50 %인 것을 특징으로 하는 마이크로 입자.

발명의 설명

기 술 분 야

[0001] 본 발명은 마이크로 입자의 대량 생산 방법 및 이를 통해 제조된 마이크로 입자에 관한 것이다.

배 경 기 술

[0003] 기존 마이크로 입자를 만드는 방법에서 고분자 입자일 경우, 고분자를 용매에 녹여 계면활성제가 포함된 다른 유체에 분산시키고 용매를 건조하는 방법 또는 단량체의 분산중합이나 유화중합을 통해 고분자 입자를 형성하는 방법을 사용했다.

[0004] 일반적으로, 직경 5㎛이하의 고분자 입자는 분산중합 또는 유화중합의 배치 공정을 이용해 제작할 수 있지만, 입자의 직경이 5 내지 30㎛정도의 입자는 이러한 배치공정으로 균일한 크기의 입자 제작이 어렵다.

[0005] 마이크로 입자를 제조하는 종래 기술로 연속적 입자 제조 공정인 미세유체장치, 전기유체분무장치 (electro hydrodynamic atomization), 잉크젯 프린팅 (inkjet printing) 방법이 있으며, 이를 통해 5 내지 30㎛정도 마이크로 입자 제조가 가능하다.

[0006] 예를 들어, 연속제조공정으로 고분자 입자를 생산하기 위해서, 고분자를 유기용매에 녹여 균일 상 용액을 만들고, 이 용액을 상기 나열한 연속적 입자제조공정을 이용하여 균일한 액적을 토출한 다음, 토출된 액적을 계면활성제가 포함된 연속 상 용액에 포집한 후, 분산상 액적에 포함된 유기용매를 며칠 간 건조해서 고체 상의 고분자 입자를 제조할 수 있다.

[0007] 상기 방법은 습식건조방식을 사용하는 것인데, 습식건조방식은 장시간의 용매 건조 시간이 필요하고, 많은 양의 연속 상 용액이 필요하며, 또한 액적 안정화를 위한 계면활성제가 반드시 필요하다는 문제점이 있다. 이에 따라 습신건조방식과 결합된 연속적 입자제조공정은 실제 "연속적" 구현이 어렵게 된다. 또한 종래 기술은 액적토출구가 한 개인 노즐을 통한 입자 제조 방식으로 생산성이 좋지 못하다는 문제점이 있다.

선행기술문헌

특허문헌

[0009] (특허문헌 0001) 대한민국 공개특허공보 제10-2007-0094649호, "분사 열분해에 의한 혼합된 산화물의 제조방법"

(특허문헌 0002) 대한민국 공개특허공보 제10-2005-0054349호, "유무기 나노 복합체 및 그의 제조방법"

발명의 내용

해결하려는 과제

[0010] 본 발명의 실시예는 압전 소자를 통해 고분자 용액을 토출하여 균일한 액적을 형성하고, 액적을 가열로에 통과

시키면서 균일한 크기의 마이크로 입자를 생산하는 방법을 제공한다.

[0011] 본 발명의 실시예는 압전 소자를 이용하여 형성된 액적이 가열로를 통과하면서 입자 크기 분포가 작고 변동계수가 작은 마이크로 입자를 제공한다.

과제의 해결 수단

[0013] 본 발명의 실시예에 따른 마이크로 입자의 대량 생산 방법은 압전 소자를 포함하는 액적 분사 장치에 구비된 노즐을 통해 고분자 용액이 분사되어 액적이 형성되는 단계; 상기 액적이 가열로를 통과하면서 마이크로 입자가 형성되는 단계; 및 상기 마이크로 입자를 회수하는 단계를 포함하는 것을 특징으로 한다.

[0014] 본 발명의 실시예에 따른 마이크로 입자의 대량 생산 방법에 따르면, 상기 압전 소자의 주파수는 1 Hz 내지 960 Hz일 수 있다.

[0015] 본 발명의 실시예에 따른 마이크로 입자의 대량 생산 방법에 따르면, 상기 노즐은 단일 노즐 또는 복수 개의 홀을 가진 멀티 홀 노즐일 수 있다.

[0016] 본 발명의 실시예에 따른 마이크로 입자의 대량 생산 방법에 따르면, 상기 노즐의 재질은 유리, 석영(quartz), 폴리에테르에테르케톤 (Polyether ether ketone, PEEK), S-PEEK (sulfonated-PEEK), 폴리아크릴케톤 (Polyacryletherketone, PAEK) 중 어느 하나일 수 있다.

[0017] 본 발명의 실시예에 따른 마이크로 입자의 대량 생산 방법에 따르면, 상기 노즐의 홀(hole)은 10 μm 내지 150 μm의 직경을 가질 수 있다.

[0018] 본 발명의 실시예에 따른 마이크로 입자의 대량 생산 방법에 따르면, 상기 고분자 용액은 친수성 고분자인 고분자로는 알지네이트 (Alginate), PLGA (Poly(lactic-co-glycolic acid)), PVDF (Polyvinylidene fluoride), 셀룰로오스 아세테이트, PEG (Polyethyleneglycol), PVP (Polyvinylpyrrolidone)와, 소수성 고분자인 폴리스티렌 (Polystyrene, PS), 폴리아크릴로니트릴 (Polyacrylonitrile, PAN), 폴리메타크릴레이트 (Polymethacrylate, PMMA) 중 적어도 어느 하나를 포함할 수 있다.

[0019] 본 발명의 실시예에 따른 마이크로 입자의 대량 생산 방법에 따르면, 상기 고분자 용액은 물, 메탄올 (methanol), 에탄올 (ethanol), 프로판올 (propanol), 부탄올 (butanol), 이소프로필알코올 (isopropyl alcohol), 이소부틸알콜 (isobutyl alcohol), 에틸렌글리콜 (ethylene glycol), 아세톤 (acetone), 메틸에틸케톤 (methylethylketone), 사이클로헥사논 (cyclohexanone), 헥산 (hexane), 디에틸아민 (Diethylamine) ,트리에틸아민 (Triethylamine), 옥타데실아민 (Octadecylamine), 사이클로 헥산 (cyclohexane), 에틸아세테이트 (ethylacetate), 아세톤 (acetone), 디메틸포름아미드 (Dimethylformamide), 디메틸아세트아미드 (Dimethylacetamide), 메틸렌 클로라이드 (methylene chloride), 디클로로메탄 (Dichloromathane), 클로로포름 (Chloroform), 사염화탄소 (Tetrachloromethane), 디메틸설폭사이드 (Dimethylsulfoxide), 다이옥신 (Dioxin), 니트로메탄 (Nitromethane), 톨루엔 (toluene), 자이렌 (xylnene), 디클로로벤젠 (Dichlorobenzene), 디메틸벤젠 (Dimethylbenzene), 트리메틸벤젠 (trimethylbenzene), 메틸나프탈렌 (methylnaphthalene), 테트라하이드로퓨란 (Tetrahydrofurane), N-메틸 -2-피롤리돈 (N-methyl-r-pyrrolidone), 피리딘 (pyridine), 아크릴로니트릴 (acrylonitrile), 아닐린 (aniline), 솔비톨 (sorbitol), 카비톨(carbitol), 카비톨아세테이트 (carbitolacetate), 메틸셀로졸브 (methyl cellosolve) 및 에틸셀로졸브 (ethyl cellosolce)로 이루어진 군으로부터 하나 이상을 용매로 포함할 수 있다.

[0020] 본 발명의 실시예에 따른 마이크로 입자의 대량 생산 방법에 따르면, 상기 고분자 용액의 점도는 1 cP 내지 40 cP일 수 있다.

[0021] 본 발명의 실시예에 따른 마이크로 입자의 대량 생산 방법에 따르면, 상기 가열로의 내부 온도는 150 ℃ 내지 200 ℃ 일 수 있다.

[0022] 본 발명의 실시예에 따른 마이크로 입자의 대량 생산 방법에 따르면, 상기 가열로의 길이는 15cm 내지 200cm일 수 있다.

[0023] 본 발명의 실시예에 따른 마이크로 입자의 대량 생산 방법에 따라 마이크로 입자가 제조된다.

[0024] 본 발명의 실시예에 따른 마이크로 입자에 따르면, 상기 마이크로 입자의 직경은 5 μm 내지 300 μm 인 것을

특징으로 한다.

[0025] 본 발명의 실시예에 따른 마이크로 입자에 따르면, 상기 마이크로 입자의 크기 분포는 1.5 μm 내지 25 μm 일 수 있다.

[0026] 본 발명의 실시예에 따른 마이크로 입자에 따르면, 상기 마이크로 입자의 직경에 대한 변동계수(Coefficient of variation, CV)는 5 % 내지 50 %일 수 있다.

발명의 효과

[0028] 본 발명의 실시예는 고분자 용액을 토출시킬 때 압전 소자를 이용하여 액적이 유착되거나 과도하게 작은 크기의 액적이 형성되지 않도록 액적이 한 방울씩 떨어지게 함으로써, 균일한 크기의 액적을 형성하는 효과를 제공한다.

[0029] 본 발명의 실시예는 압전 소자를 이용하여 형성된 균일한 액적이 가열로를 통과하면서 용매만 빠르게 건조되어 균일한 크기의 마이크로 입자를 대량으로 생산하는 효과를 제공한다.

[0030] 본 발명의 실시예는 고분자 용액이 친수성 및 소수성 고분자를 포함할 때 가열로에 의한 액적의 건조를 통해 용매만 빠르게 증발시킴으로써, 열역학적으로 분리가 일어나지 않는 마이크로 입자를 생산하는 효과를 제공한다.

도면의 간단한 설명

[0032] 도 1은 본 발명의 실시예에 따른 마이크로 입자를 제조하는 모습을 나타내는 것이다.

도 2는 본 발명의 실시예에 따른 마이크로 입자를 제조하는 과정을 나타낸 순서도이다.

도 3은 본 발명의 실시예에 따른 액적 분사 장치의 구체적인 구성을 보여주는 것이다.

도 4는 본 발명의 실시예에 따른 액적이 액적 분사 장치에 의해 토출되는 모습을 초고속 카메라로 촬영한 사진이다.

도 5는 본 발명의 실시예에 따른 노즐을 통해 정상적으로 토출되는 액적의 수직적 흐름을 촬영한 이미지이다.

도 6은 본 발명의 실시예에 따른 정상 토출된 액적과 비정상 토출된 액적의 형성을 비교하는 사진이다.

도 7a및 도 7b는 본 발명의 실시예에 따라 제조된 폴리스티렌 (Polystyrene, PS) 입자를 전자현미경으로 확대 촬영한 사진이다.

도 8은 본 발명의 비교예에 따른 폴리스티렌(Polystyrene, PS) 입자를 전자현미경으로 확대 촬영한 사진이다.

도 9는 본 발명의 대조예에 따른 폴리스티렌 입자를 전자 현미경으로 확대 촬영한 사진이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0033] 이하 첨부 도면들 및 첨부 도면들에 기재된 내용들을 참조하여 본 발명의 실시예를 상세하게 설명하지만, 본 발명이 실시예에 의해 제한되거나 한정되는 것은 아니다.

[0034] 본 명세서에서 사용된 용어는 실시예들을 설명하기 위한 것이며 본 발명을 제한하고자 하는 것은 아니다. 본 명세서에서, 단수형은 문구에서 특별히 언급하지 않는 한 복수형도 포함한다. 명세서에서 사용되는 "포함한다(comprises)" 및/또는 "포함하는(comprising)"은 언급된 구성요소, 단계는 하나 이상의 다른 구성요소, 단계의 존재 또는 추가를 배제하지 않는다.

[0035] 본 명세서에서 사용되는 "실시예", "예", "측면", "예시" 등은 기술된 임의의 양상(aspect) 또는 설계가 다른 양상 또는 설계들보다 양호하다거나, 이점이 있는 것으로 해석되어야 하는 것은 아니다.

[0036] 또한, '또는'이라는 용어는 배타적 논리합 'exclusive or'이기보다는 포함적인 논리합 'inclusive or'를 의미한다. 즉, 달리 언급되지 않는 한 또는 문맥으로부터 명확하지 않는 한, 'x가 a 또는 b를 이용한다'라는 표현은 포함적인 자연 순열들(natural inclusive permutations) 중 어느 하나를 의미한다.

[0037] 또한, 본 명세서 및 청구항들에서 사용되는 단수 표현("a" 또는 "an")은, 달리 언급하지 않는 한 또는 단수 형

태에 관한 것이라고 문맥으로부터 명확하지 않는 한, 일반적으로 "하나 이상"을 의미하는 것으로 해석되어야 한다.

[0038] 아래 설명에서 사용되는 용어는, 연관되는 기술 분야에서 일반적이고 보편적인 것으로 선택되었으나, 기술의 발달 및/또는 변화, 관례, 기술자의 선호 등에 따라 다른 용어가 있을 수 있다. 따라서, 아래 설명에서 사용되는 용어는 기술적 사상을 한정하는 것으로 이해되어서는 안 되며, 실시예들을 설명하기 위한 예시적 용어로 이해되어야 한다.

[0039] 또한, 특정한 경우는 출원인이 임의로 선정한 용어도 있으며, 이 경우 해당되는 설명 부분에서 상세한 그 의미를 기재할 것이다. 따라서 아래 설명에서 사용되는 용어는 단순한 용어의 명칭이 아닌 그 용어가 가지는 의미와 명세서 전반에 걸친 내용을 토대로 이해되어야 한다.

[0040] 다른 정의가 없다면, 본 명세서에서 사용되는 모든 용어(기술 및 과학적 용어를 포함)는 본 발명이 속하는 기술 분야에서 통상의 지식을 가진 자에게 공통적으로 이해될 수 있는 의미로 사용될 수 있을 것이다. 또 일반적으로 사용되는 사전에 정의되어 있는 용어들은 명백하게 특별히 정의되어 있지 않는 한 이상적으로 또는 과도하게 해석되지 않는다.

[0041] 한편, 본 발명의 설명함에 있어서, 관련된 공지 기능 또는 구성에 대한 구체적인 설명이 본 발명의 요지를 불필요하게 흐릴 수 있다고 판단되는 경우에는, 그 상세한 설명을 생략할 것이다. 그리고, 본 명세서에서 사용되는 용어(terminology)들은 본 발명의 실시예를 적절히 표현하기 위해 사용된 용어들로서, 이는 사용자, 운용자의 의도 또는 본 발명이 속하는 분야의 관례 등에 따라 달라질 수 있다. 따라서, 본 용어들에 대한 정의는 본 명세서 전반에 걸친 내용을 토대로 내려져야 할 것이다.

[0043] 본 발명의 실시예에 따른 마이크로 입자의 대량 생산 방법에 대한 구체적인 설명하기에 앞서, 도 1과 함께 본 발명의 실시예에 따른 마이크로 입자를 대량 생산하는 장치에 대해 간략히 설명하도록 한다.

[0045] 도 1은 본 발명의 실시예에 따른 마이크로 입자를 제조하는 모습을 나타내는 것이다.

[0046] 도 1을 참조하면, 본 발명의 실시예에 따른 마이크로 입자의 대량 생산 장치는 액적 분사 장치, 가열로, 입자 회수부를 포함한다.

[0047] 액적 분사 장치는 액적의 성분이 되는 고분자 용액을 분사하여 액적(droplet)을 형성하는 장치이다.

[0048] 상기 액적 분사 장치는 기존 노즐 및 스프레이를 이용한 분사, 정전기력을 이용한 분사 등의 방법을 이용할 수 있으며, 이에 한정되는 것은 아니다.

[0049] 그러나, 본 발명의 실시예에 따른 마이크로 입자의 대량 생산 장치는 압전 소자를 포함하는 액적 분사 장치를 이용하여 균일한 크기의 마이크로 입자를 생산한다.

[0050] 가열로는 상기 액적의 용매를 건조시키는 것으로서, 상기 액적 분사 장치에 의해 형성된 액적이 가열로 내부를 따라 수직 낙하하면서 액적에 포함된 용매를 건조시켜 마이크로 크기의 입자를 생성하는 기능을 제공한다.

[0051] 이때 가열로는 내부에 석영관이 구비되어 석영관을 둘러싸는 형태를 가질 수 있으며, 상기 액적 분사 장치에 의해 형성된 액적이 가열로에 의해 가열된 석영관 내부를 통과하면서 마이크로 입자가 제조될 수 있는 것이다.

[0052] 이때 상기 석영관 말고 가열로의 가열에 의해 녹지 않는 재질의 관이면 어느 것을 사용해도 무관하다.

[0053] 본 발명의 설명에서는 가열로를 액적이 통과하는 석영관을 포함하는 개념으로 서술하도록 한다.

[0054] 상기 액적이 지면으로부터 수직 방향으로 낙하하기 위해서는, 상기 석영관은 도 1에 도시된 바와 같이 지면으로부터 수직 방향으로 세워지는 것이 바람직하다.

[0055] 입자 회수부는 액적이 가열로를 통과하여 형성된 마이크로 입자가 모이는 회수 탱크와 같은 곳이다.

[0056] 실시예에 따라서는, 마이크로 입자를 회수하기 위해 입자 회수부에 로릴 확산 나트륨(Sodium dodecyl sulfate, SDS) 용액과 같은 별도의 용액이 준비될 수 있다.

[0057] 또한, 도 1에는 도시되지 않았지만 상기 액적 분사 장치에 의해 액적이 형성되기 위해서는 고분자 용액이 액적

분사 장치로부터 토출될 수 있다.

[0058] 본 발명의 실시예에 따른 마이크로 입자의 대량 생산 장치는 고분자 용액의 토출을 위해 고분자 용액을 저장하는 약액 탱크를 별도로 구비할 수 있다.

[0059] 이상, 본 발명의 실시예에 따른 마이크로 입자의 대량 생산 장치에 대해 간략히 설명하였으며, 이후 본 발명의 실시예에 따른 마이크로 입자의 대량 생산 방법을 다루면서 상기 마이크로 입자의 대량 생산 장치에 대해 보다 자세히 다루도록 한다.

[0061] 도 2는 본 발명의 실시예에 따른 마이크로 입자를 제조하는 과정을 나타낸 순서도이다.

[0062] 도 2를 참조하면, 본 발명에 따른 마이크로 입자의 대량 생산 방법은 압전 소자를 포함하는 액적 분사 장치에 구비된 노즐을 통해 고분자 용액이 분사되어 액적이 형성되는 단계(S100), 상기 액적이 가열로를 통과하면서 마이크로 입자가 형성되는 단계(S200) 및, 상기 마이크로 입자를 입자 회수부로 회수하는 단계(S300)를 포함한다.

[0064] 압전 소자를 포함하는 액적 분사 장치에 구비된 노즐을 통해 고분자 용액이 분사되어 액적이 형성되는 단계(S100)는, 압전(piezo) 소자가 구비된 액적 분사 장치에서 노즐을 통해 고분자 용액을 분사함으로써, 압전 소자가 구비되지 않은 액적 분사 장치에 비해 균일한 크기의 액적(droplet)을 형성할 수 있다.

[0065] 상기 노즐은 복수 개의 홀(hole)을 가진 멀티 홀 노즐, 오리피스(orifice)와 같은 단일 노즐, 복수 개의 석영(quartz) 재질 모세관을 묶어 제조한 노즐이 될 수 있으며, 이에 한정되는 것은 아니다.

[0066] 그러나, 상기 단일 노즐은 상기 멀티 홀 노즐보다 마이크로 입자의 생산성이 떨어지고 멀티 홀 노즐은 생산되는 마이크로 입자의 균일도가 떨어질 수 있다.

[0067] 따라서, 본 발명의 실시예에 따른 마이크로 입자의 대량 생산 방법에서는 생산성을 향상시키기 위해 단일 노즐의 집합을 사용하거나, 균일도를 향상시키기 위해 멀티 홀의 압전 노즐을 사용하는 것이 바람직하다.

[0068] 이때 액적 분사 장치에 대한 구체적인 설명을 도 3과 함께 하면 다음과 같다.

[0070] 도 3은 본 발명의 실시예에 따른 액적 분사 장치의 구체적인 구성을 보여주는 것이다.

[0071] 도 3을 참조하면, 액적 분사 장치는 유체 공급장치, 압전 소자, 노즐을 포함할 수 있다.

[0072] 유체 공급장치는 고분자 용액을 분사시키기 위해 압력을 제공하는 구성이고, 압전 소자는 균일한 액적을 분사하기 위해 전압을 조절하여 고분자 용액을 한 방울씩 떨어뜨리면서 균일한 크기의 액적을 형성하는 역할을 하며, 최종적으로 노즐에서 고분자 용액이 토출되어 균일한 크기의 액적이 형성 및 분사된다.

[0074] 도 4는 본 발명의 실시예에 따른 액적이 액적 분사 장치에 의해 토출되는 모습을 초고속 카메라로 촬영한 사진이다.

[0075] 도 4를 참조하면, 압전 소자가 구비된 액적 분사 장치에 의해 균일한 크기의 액적이 형성되어 한 방울씩 떨어지는 것을 알 수 있다.

[0076] 압전 소자는 균일한 크기의 액적을 한 방울씩 떨어뜨리기 위해 주파수를 1 Hz 내지 960 Hz로 설정될 수 있다.

[0077] 상기 노즐이 단일 노즐일 경우 상기 압전 소자는 1kHz 내지 20kHz의 주파수로 설정될 수 있다.

[0078] 상기 노즐이 폴리에테르에테르케톤(Polyether ether ketone, PEEK) 재질로 복수 개의 홀을 가진 노즐일 경우 상기 압전 소자는 280kHz 내지 960kHz의 주파수로 설정될 수 있다.

[0079] 실시예에 따라서는 액적 분사 장치에 의해 분사되는 고분자 용액의 용매에 따라 상기 압전 소자의 주파수를 설정할 수 있다.

[0080] 상기 고분자 용액의 용매가 증류수인 경우 상기 압전 소자는 200kHz 내지 300kHz의 주파수로 설정될 수 있다.

[0081] 상기 고분자의 용액의 용매가 증류수인 경우 상기 압전 소자의 주파수가 300kHz를 초과하면 과도한 진동 및 압

력에 의해 상기 노즐의 내부 유로가 손상될 수 있다.

[0082] 상기 노즐은 황동(brass), 청동(bronze), 강철(steel), 주조 철(cast iron), 스테인리스(stainless steel), 니켈(nickel), 합금 등의 금속 재질, 석영(quartz), RBSC(Reaction bonded silicon carbide), SNBSC(Silicon nitride-bonded silicon carbide) 등의 세라믹 재질, 폴리염화비닐(Polyvinylchloride, PVC), 염화폴리비닐 염화물(Chlorinated polyvinyl chloride, CPVC), ABS(Acrylonitrile budadiene styrene), 플루오르화 폴리비닐리덴(Polyvinylidene fluoride, PVDF), 폴리우레탄(Polyurethane, PU), UHMW 폴리에틸렌(Ultra-high-molecular-weight polyethylene) 등의 플라스틱 재질로 이루어질 수 있다.

[0083] 실시예에 따라서는, 상기 노즐은 복수 개의 유리 및 석영(quartz) 재질의 모세관을 묶어서 제조될 수 있다.

[0084] 실시예에 따라서는, 복수 개의 홀을 가진 노즐의 경우 폴리에테르에테르케톤 (Polyether ether ketone, PEEK), S-PEEK (sulfonated-PEEK), 폴리아크릴케톤 (Polyacryletherketone, PAEK)로 이루어진 그룹에서 어느 하나를 상기 노즐의 재질로 선택할 수 있다.

[0085] 상기 노즐의 재질은 상술한 물질에 한정되는 것은 아니다.

[0086] 상기 노즐은 홀 직경의 크기를 조절하여 다양한 유기 용매를 포함하는 고분자 용액 또는 약액이 토출 가능하다.

[0087] 본 발명의 실시예에 따른 노즐의 홀(hole)은 10 μm 내지 150 μm의 직경을 가질 수 있다.

[0088] 상기 노즐의 홀 직경이 10 μm 보다 작을 경우, 모세관 압력으로 인해 토출이 어렵다.

[0089] 상기 노즐의 홀 직경이 150 μm 보다 클 경우 압력이 너무 작아서 마이크로 입자 크기 조절이 어려우며, 제조되는 마이크로 입자가 너무 커서 장치 내부 열선 또는 가열관을 통해 건조가 어려워질 수 있다.

[0090] 균일한 액적 형성으로 인한 균일한 마이크로 입자를 제조하기 위해 노즐의 홀 직경을 조절하는 것이 얼마나 중요한지 도 6a 내지 도 7과 함께 설명하도록 한다.

[0092] 도 5는 노즐이 막히지 않아 정상적으로 떨어지는 액적의 흐름을 촬영한 이미지이다.

[0093] 도 5를 참조하면, 상기 노즐이 막히지 않아 액적이 정상적으로 수직 낙하하는 것을 확인할 수 있다.

[0094] 그러나, 노즐의 일부 홀이 막힘으로 인해 높은 압력이 걸려 액적이 사선 방향으로 흐를 수 있다.

[0095] 즉, 액적이 사선 방향으로 흐르는 것을 통해 노즐의 홀 막힘 현상을 알 수 있고, 이를 통해 액적의 크기가 불균일하게 형성될 수 있다.

[0097] 도 6은 본 발명의 실시예에 따른 정상 토출된 액적과 비정상 토출된 액적의 형성을 비교하는 사진이다.

[0098] 도 6을 참조하면, 노즐이 막히지 않은 경우 정상 크기의 액적이 형성될 수 있다.

[0099] 그러나, 노즐이 막히는 경우 액적이 유착(droplet coalescence)되거나 과도하게 작은 크기의 액적(satellite droplet)이 형성되어 본 발명에 따른 균일한 마이크로 입자를 제조할 수 없게 된다.

[0100] 따라서, 노즐의 홀 직경을 상기 수치 범위로 한정함으로써 노즐의 홀 막힘 현상을 방지함에 따라 균일한 액적을 형성하고 가열로를 통해 건조시킴으로써 본 발명에 따른 균일한 마이크로 입자를 생성할 수 있다.

[0102] 다시 도 3을 참조하면, 고속 카메라는 고분자 용액이 토출되어 형성된 액적이 떨어지는 모습을 실시간으로 관찰 및 촬영하기 위한 것으로, 후술할 특성 평가에서 다루겠지만 본 발명의 실시예에 따른 액적이 어떻게 떨어지는지 확인하기 위한 장치이다.

[0103] 컴퓨터 및 함수 발생기는 압전 소자의 전압 및 주파수를 제어할 수 있다.

[0104] 시각화 장치(Visualization)는 컴퓨터 및 함수 발생기의 데이터를 시각화한다.

[0105] 상기 액적 분사 장치에 의해 토출되는 고분자 용액은 본 발명의 실시예에 따른 마이크로 입자를 이루는 성분과 용매를 포함하는 것으로서, 고분자 용액의 용이한 토출을 위해 상기 고분자 용액 내에는 고체 상의 용질이 포함

되지 않는 것이 바람직하다.

[0106] 상기 고분자 용액은 친수성 고분자인 고분자로는 알지네이트 (Alginate), PLGA (Poly(lactic-co-glycolic acid)), PVDF (Polyvinylidene fluoride), 셀룰로오스 아세테이트, PEG (Polyethyleneglycol), PVP (Polyvinylpyrrolidone)와, 소수성 고분자인 폴리스티렌 (Polystyrene, PS), 폴리아크릴로니트릴 (Polyacrylonitrile, PAN), 폴리메타크릴레이트 (Polymethacrylate, PMMA) 중 적어도 어느 하나를 포함할 수 있다.

[0107] 실시예에 따라서는, 상기 고분자 용액은 폴리에스테르 (polyester), 폴리스티렌 (polystyrene), 폴리카보네이트 (polycarbonate), 폴리이미드 (polyimide), 폴리설포네이트 (polysulfonate), 폴리아세탈 (polyacetal), 폴리아크릴 (polyacryl), 폴리비닐 (polyvinyl), 폴리페닐렌에테르수지 (polyphenylether), 폴리올레핀 (polyolefin), 아크릴로니트릴-부타디엔 -스티렌공중합체 (Acrylonitrile-butadiene-styrene copolymer), 폴리아릴레이트 (polyarylate), 폴리아미드 (polyamide), 폴리아미드이미드 (polyamideimide), 폴리아릴설폰 (polyarylsulfone), 폴리에테르이미드 (polyetherimide), 폴리에테르설폰 (polyethersulfone), 폴리페닐렌설피드 (polyphenylene sulfide), 불소계 폴리이미드 (polyimide fluorinated), 폴리에테르케톤 (polyetherketone), 폴리벤조옥사졸 (polybenzoxazole), 폴리옥사디아졸 (polyoxadiazole), 폴리벤조티아졸 (polybenzothiazhole), 폴리벤지미다졸 (polybenzimidazole), 폴리트리아졸 (polytriazole), 폴리디벤조퓨란 (polydibenzofurane), 폴리설폰 (polysulfone), 폴리우레아 (polyurea), 폴리포스파젠 (polyphosphazene) 및 액정 중합체 고분자 중 적어도 어느 하나를 포함할 수 있으며, 상술한 물질에 한정되는 것은 아니다.

[0108] 상기 고분자 용액은 물, 메탄올 (methanol), 에탄올 (ethanol), 프로판올 (propanol), 부탄올 (butanol), 이소프로필알코올 (isopropyl alcohol), 이소부틸알콜 (isobutyl alcohol), 에틸렌글리콜 (ethylene glycol), 아세톤 (acetone), 메틸에틸케톤 (methylethylketone), 사이클로헥사논 (cyclohexanone), 헥산 (hexane), 디에틸아민 (Diethylamine) ,트리에틸아민 (Triethylamine), 옥타데실아민 (Octadecylamine), 사이클로 헥산 (cyclohexane), 에틸아세테이트 (ethylacetate), 아세톤 (acetone), 디메틸포름아미드 (Dimethylformamide), 디메틸아세트아미드 (Dimethylacetamide), 메틸렌 클로라이드 (methylene chloride), 디클로로메탄 (Dichloromathane), 클로로포름 (Chloroform), 사염화탄소 (Tetrachloromethane), 디메틸설폭사이드 (Dimethylsulfoxide), 다이옥신 (Dioxin), 니트로메탄 (Nitromethane), 톨루엔 (toluene), 자이렌 (xylnene), 디클로로벤젠 (Dichlorobenzene), 디메틸벤젠 (Dimethylbenzene), 트리메틸벤젠 (trimethylbenzene), 메틸나프탈렌 (methylnaphthalene), 테트라하이드로퓨란 (Tetrahydrofurane), N-메틸 -2-피롤리돈 (N-methyl-r-pyrrolidone), 피리딘 (pyridine), 아크릴로니트릴 (acrylonitrile), 아닐린 (aniline), 솔비톨 (sorbitol), 카비톨(carbitol), 카비톨아세테이트 (carbitolacetate), 메틸셀로졸브 (methyl cellosolve) 및 에틸셀로졸브 (ethyl cellosolce)로 이루어진 군으로부터 하나 이상을 용매로 포함할 수 있으며, 상술한 물질에 한정되는 것은 아니다.

[0109] 상기 용매의 종류에서 물, 메탄올 (methanol), 에탄올 (ethanol), 프로판올 (propanol), 부탄올 (butanol), 이소프로필알코올 (isopropyl alcohol), 이소부틸알콜 (isobutyl alcohol), 에틸렌글리콜 (ethylene glycol)은 친수성 용매이며, 나머지 물질은 소수성 용매이다.

[0110] 실시예에 따라서는 본 발명의 실시예에 따른 마이크로 입자는 친수성 고분자, 소수성 고분자, 용매로 이루어진 고분자 용액에 의해 친수성 또는 소수성을 가질 수 있다.

[0111] 실시예에 따라서는 상기 고분자 용액이 친수성 고분자 및 소수성 고분자를 모두 포함할 경우 이를 녹여 단일상으로 만드는 공용매를 상기 용매로 사용할 수 있다.

[0112] 실시예에 따라서는 본 발명의 실시예에 따른 마이크로 입자는 친수성 고분자, 소수성 고분자, 공용매로 이루어진 고분자 용액에 의해 친수성과 소수성을 모두 나타낼 수 있다.

[0113] 구체적으로 상기 고분자 용액이 친수성 고분자 및 소수성 고분자를 모두 포함할 경우 공용매를 사용하여 상기 고분자 용액의 토출로 형성된 액적에서 친수성 고분자와 소수성 고분자의 분리가 일어나지 않을 수 있다.

[0114] 실시예에 따라서는 본 발명의 실시예에 따른 마이크로 입자는 친수성 고분자 및 소수성 고분자의 종류에 따라 공용매의 종류를 달리할 수 있다.

[0115] 이에 따라 형성된 본 발명의 실시예에 따른 마이크로 입자는 친수성 고분자와 소수성 고분자가 고르게 얽히게 되어 열역학적으로 분리되지 않으며, 친수성 및 소수성을 모두 가지는 단일 입자의 마이크로 입자 제조가 가능

하다.

[0116] 실시예에 따라서는, 상기 고분자 용액은 친수성 고분자, 소수성 고분자 및 용매에 더하여 촉매, 나노입자, 자성 나노입자를 더 포함할 수도 있다.

[0118] 상기 고분자 용액은 상기 액적 분사 장치에 의해 토출되어 액적이 되는데, 상기 고분자 용액으로부터 균일한 크기의 액적을 형성하기 위해 고분자 용액의 점도를 조절할 수 있다.

[0119] 실시예에 따라서는, 상기 고분자 용액의 점도는 1 cP 내지 40 cP일 수 있다.

[0120] 상기 고분자 용액의 점도가 1 cP 미만인 경우, 물보다 묽어 모세관에서 흐르기 때문에 노즐 분사가 어렵다.

[0121] 상기 고분자 용액의 점도가 40 cP 를 초과하는 경우, 펌프나 공압 또는 압전 소자로 고분자 용액을 토출시키기 어려울 수 있다.

[0123] 다시 도 2를 참조하면, 상기 액적이 가열로를 통과하면서 마이크로 입자가 형성되는 단계(S200)는 액적 분사 장치로부터 고분자 용액이 토출되어 형성된 액적이 가열로를 통과하면서 용매가 건조되어 본 발명의 실시예에 따른 마이크로 입자가 균일한 크기로 형성되는 과정이다.

[0124] 상기 가열로는 내부 온도가 150 ℃ 내지 200 ℃일 수 있으며, 이때 가열로의 내부 온도는 석영관의 내부 온도이며, 석영관을 따라 낙하하는 상기 액적의 건조 온도가 된다.

[0125] 상기 가열로의 내부 온도가 150 ℃ 미만이면, 액적에 포함된 용매가 충분히 건조되지 않아 본 발명의 마이크로 입자가 제대로 형성되지 않을 수 있으며, 상기 가열로의 내부 온도가 200 ℃를 초과하면 가열로의 내부 온도가 과도하게 높아 마이크로 입자가 탈 수 있다.

[0126] 이때, 상기 석영관의 내부 온도 정도가 200℃에 도달하기 위해서는 가열로의 온도를 500℃로 설정하는 것이 적합하다.

[0127] 또한, 본 발명의 실시예에 따른 마이크로 입자를 대량으로 균일하게 생산하기 위해서는 상기 가열로의 내부 온도에서 액적을 짧은 시간 가열하여 용매만을 건조시키는 것이 바람직하다.

[0128] 본 발명의 실시예에 따른 마이크로 입자는 액적의 가열 시간을 조절하여 형성될 수 있으나, 액적이 통과하는 가열로의 길이를 조절하여 마이크로 입자가 형성될 수 있다.

[0129] 실시예에 따라서, 상기 가열로의 길이는 15cm 내지 200cm 일 수 있다.

[0130] 상기 가열로의 길이가 15 cm 미만일 경우, 액적의 가열 시간이 너무 짧아서 액적이 고형화 될 수 없다.

[0131] 상기 가열로의 길이가 200 cm를 초과할 경우, 액적이 가열 건조되어 고형화된 마이크로 입자가 가열로 내에 낙하 중 가열로 벽면에 붙어 마이크로 입자의 회수가 어려워질 수 있다.

[0132] 본 발명에 따른 마이크로 입자의 대량 생산 방법은 압전 소자를 이용하여 균일한 크기의 액적을 형성할 수 있고, 균일한 크기의 액적을 가열로에 통과시키면서 균일한 크기의 마이크로 입자를 생산할 수 있을 뿐 아니라, 액적이 가열로를 통과하면서 짧은 시간 동안 빠르게 용매만이 건조되어 마이크로 입자를 대량으로 생산할 수 있는 효과를 제공한다.

[0133] 또한, 본 발명에 따른 마이크로 입자의 대량 생산 방법은 친수성 고분자 또는 소수성 고분자를 포함하는 마이크로 입자를 제조할 수 있으며, 본 발명에 따른 마이크로 입자에 친수성 및 소수성 고분자가 모두 포함된 경우 열역학적으로 물질 분리가 일어나지 않는 마이크로 입자를 수득할 수 있다.

[0134] 본 발명의 실시예에 따른 마이크로 입자의 대량 생산 방법은 마이크로 단위의 균일한 입자를 대량으로 생산하기 위한 것으로서, 이때 본 발명의 실시예에 따른 마이크로 입자의 직경은 상기 노즐의 홀 직경의 0.5배 내지 2배인 5 μm 내지 300 μm 일 수 있다.

[0135] 본 발명의 실시예에 따른 마이크로 입자의 직경과 관련하여 후술할 특성 평가에서 좀 더 다루기로 한다.

[0136] 또한, 본 발명의 실시예에 따른 마이크로 입자의 대량 생산 방법은 균일한 크기의 마이크로 입자를 대량으로 생산하는 것으로서, 생산된 마이크로 입자의 직경을 기반으로 마이크로 입자의 크기 분포를 산출할 수 있다.

[0137] 본 발명의 실시예에 다른 마이크로 입자의 크기 분포는 1.5 μm 내지 25 μm일 수 있다.

[0138] 본 발명의 실시예에 따른 마이크로 입자를 제조하는 장치가 잘 제어될 경우 마이크로 입자의 산술평균 입자 크기는 5% 내의 오차가 발생할 수 있다.

[0139] 본 발명의 실시예에 따른 마이크로 입자를 제조하는 장치가 잘 제어되지 않는 경우에는 50% 정도의 변동계수를 가질 수 있다.

[0140] 상기 변동계수를 통해 역산하면 본 발명의 실시예에 따른 마이크로 입자의 크기분포는 ± 1.5㎛ 내지 ± 150 ㎛이다.

[0141] 본 발명의 실시예에 따른 마이크로 입자의 크기 분포와 관련하여 후술할 특성 평가에서 좀 더 다루기로 한다.

[0142] 또한, 본 발명의 실시예에 따른 마이크로 입자의 대량 생산 방법은 균일한 크기의 마이크로 입자를 대량으로 생산하는 것으로서, 생산된 마이크로 입자의 직경 평균 및 표준 편차를 기반으로 마이크로 입자의 직경에 대한 변동계수를 산출할 수 있다.

[0143] 이에 따라, 본 발명의 실시예에 따른 마이크로 입자의 직경에 대한 변동계수(Coefficient of variation, CV)는 5 % 내지 50 %일 수 있다.

[0144] 본 발명의 실시예에 따른 마이크로 입자의 변동계수는 본 발명의 실시예에 따른 마이크로 입자의 대량 생산 방법에서 압전 소자를 이용하여 액적을 균일하게 한 방울씩 형성하고, 형성된 액적이 가열로를 통과하면서 빠르게 건조되어 상기 수치 범위와 같은 변동계수를 가질 수 있는 것이다.

[0145] 이때 변동계수 값이 작을수록 마이크로 입자가 균일하게 제조되었음을 의미하며, 변동계수 값이 클수록 마이크로 입자가 불균일하게 제조되었음을 의미한다.

[0146] 본 발명의 실시예에 따른 마이크로 입자의 직경에 대한 변동계수와 관련하여 후술할 특성 평가에서 좀 더 다루기로 한다.

[0147] 본 발명의 실시예에 따른 마이크로 입자는 마이크로 단위의 직경을 가지는 것으로서 크기 분포가 종래 기술보다 균일하게 제조될 수 있다.

[0148] 이하, 본 발명의 실시예에 따른 마이크로 입자의 대량 생산 방법 및 이를 통해 제조된 마이크로 입자의 특성 및 효과를 증명하는 실시예를 기재한다. 하기 실시예는 본 발명의 효과를 실험적으로 입증하기 위해 제시된 것일 뿐, 본 발명이 하기 실시예에 의해 한정되는 것은 아니다.

[0150] **[실시예]**

[0151] 30g의 폴리스티렌(PS)를 1kg의 디클로로메탄(DCM)에 투입한 후 1시간 동안 40 ℃에서 교반하여 3 중량%의 고분자 용액인 PS 용액을 제조하였다. 이때 PS 용액의 시인성을 확보하기 위해 로다민 B(rhodamin B)를 첨가하였다. 이후 0.45 μm의 기공 크기를 가진 PTFE(Polytetrafluoroethylene) 시린지 필터(syringe filter)를 이용하여 PS 용액을 필터링하였다. 필터링된 PS 용액은 약액 탱크에 1L 넣어주었다.

[0152] 가열로의 전원을 켜고 가열로의 내부 온도를 500℃로 설정하여 석영관 내부 온도를 200℃로 하였다. 이후, 고분자 용액의 유량이 3.5L/min이 되도록 펌프를 구동한 후 10분이 지나면 압전 소자 420kHz로 작동시키고, 30분이 지나면 노즐을 장착한다.

[0153] 이때, 노즐은 PEEK 재질로 홀 개수는 16개, 홀 직경은 18μm이다.

[0154] 노즐 장착 후 5분 동안 안정화 시간을 가진 다음 액적 분사 장치로 PS 용액을 토출하여 PS 액적을 형성하였으며, 초고속 카메라로 PS 액적의 형성 상태를 확인하였다.

[0155] PS 액적이 가열로를 통과하면서 형성된 마이크로 입자인 PS 입자가 입자 회수부에서 수거되었다.

[0157] **[비교예]**

[0158] 입자 회수부에서 PS 액적을 회수하기 위해, 5L의 초순수에 로릴 황산 나트륨(SDS) 8.6g을 녹여 6mM 농도의 SDS 용액을 준비한 후 입자 회수부에 넣어주었고, 액적 분사 장치에 의해 형성된 PS 액적을 5일 간 상온에서 건조시

킨 다음 SDS 용액에 회수된 PS 액적에서 DCM을 증발시켜 PS 입자를 제조하는 것을 제외하고는 [실시예]와 동일한 방법으로 제조하였다.

[0160] **[대조예]**

[0161] 이류체 노즐을 사용하고, 압전 소자를 사용하지 않는 것을 제외하고는, [비교예]와 동일한 방법으로 PS 입자를 제조하였다.

[0163] 하기 표 1은 압전 소자 및 가열로 조건에 따라 상기 실시예, 비교예, 대조예를 정리한 표이다.

[0164] [표 1]

[0165]

구분	마이크로 입자 성분	압전 소자 유무	주파수	가열로 유무	건조 온도	노즐 종류
실시예	폴리스티렌 (PS)	O	420kHz	O	200℃	PEEK
비교예	폴리스티렌 (PS)	O	420kHz	X	상온	PEEK
대조예	폴리스티렌 (PS)	X	-	X	상온	이류체

[0167] 상기 실시예 및 비교예는 폴리스티렌을 성분으로 하는 마이크로 입자(PS 입자)를 제조하는 실험예를 보여주는 것으로서, 가열로를 이용하여 PS 액적을 건조시켜 PS 입자를 제조하는 실시예와 달리, 비교예는 PS 액적을 SDS 용액에서 회수한 후 상온에서 DCM을 건조시켜 PS 입자를 제조하는 점에서 차이가 있다.

[0168] 또한, 상기 대조예는 PEEK 재질의 노즐을 사용하는 상기 실시예 및 비교예와 달리 이류체 노즐을 사용하며, 압전 소자를 사용하지 않고 고분자 용액을 토출시킨다는 점에서 실시예 및 비교예와 차이가 있다.

[0170] **PS 입자의 균일성 평가**

[0171] 도 7a및 도 7b는 본 발명의 실시예에 따라 제조된 폴리스티렌(Polystyrene, PS) 입자를 전자현미경으로 확대 촬영한 사진이다.

[0172] 도 7a 및 도 7b에서 본 발명의 실시예에 따라 제조된 PS 입자의 형상을 보면 형태가 찌그러지지 않고 거의 완벽한 구 형상을 가지며, PS 입자의 크기 분포가 균일한 것을 알 수 있다.

[0173] 상기 실시예에 따른 PS 입자는 크기 분포가 17.4±5.3㎛ 이며, 변동계수(CV)는 ~30% 인 것으로 판단되었다.

[0175] 도 8은 본 발명의 비교예에 따른 폴리스티렌(Polystyrene, PS) 입자를 전자현미경으로 확대 촬영한 사진이다.

[0176] 도 8을 참조하면, 상기 비교예에 따른 PS 입자는 구 형상을 가지나 다양한 크기로 형성된 것을 알 수 있다.

[0177] 이때, 상기 비교예에 따른 PS 입자의 크기 분포는 12.7±4.9 ㎛이고, 변동계수(CV)는 ~38%이다.

[0178] 상기 실시예와 비교해 볼 때, 상기 비교예는 상기 실시예보다 PS 입자의 크기 분포가 더 작고, 변동계수가 더 큰 것을 알 수 있다.

[0179] 이때, PS 입자의 크기 분포는 상기 비교예보다 실시예가 더 커, 실시예가 더 불균일한 것으로 판단될 수 있으나, 변동계수 값은 비교예보다 실시예가 더 작기 때문에 실시예의 PS 입자가 더 균일한 것을 알 수 있다.

[0180] 따라서, PS 입자의 크기 분포 및 변동계수를 통하여 상기 실시예가 상기 비교예보다 상대적으로 균일한 크기의 PS 입자를 제조하는 것을 알 수 있으며, 특히 가열로를 이용하여 PS 액적의 용매를 빠르게 건조시킴으로써 균일

한 마이크로 입자를 생산할 수 있음을 알 수 있다.

[0182] 도 9는 본 발명의 대조예에 따른 폴리스티렌 입자를 전자 현미경으로 확대 촬영한 사진이다.

[0183] 도 9를 참조하면, 이류체 노즐을 통해 제조된 PS 입자끼리 서로 유착되어 불균일한 크기의 PS 입자가 제조된 것을 알 수 있다. 서로 유착된 PS 입자를 살펴보아도 입자의 크기가 균일하지 않은 것을 알 수 있다.

[0184] 상기 대조예에 따른 PS 입자의 크기 분포는 20.3±10.3 ㎛이며, 변동계수는 ~51%로 상기 실시예 및 비교예에 비해 큰 크기 분포 및 변동계수를 가지는 것을 알 수 있다.

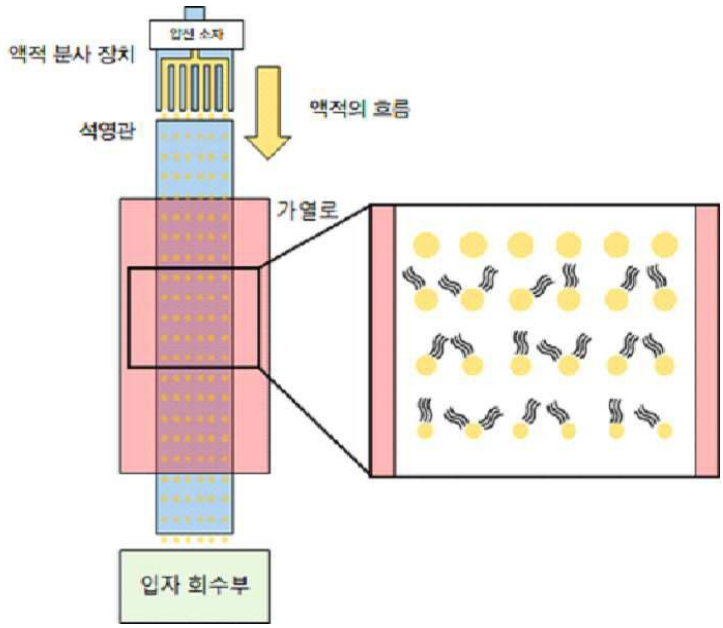
[0185] 즉, 이류체 노즐을 사용하는 것보다 본 발명에 따른 PEEK 재질의 노즐을 사용하는 것이 균일한 액적을 형성하는데 바람직하며, 또한, 압전 소자를 통해 입자의 유착 없이 균일한 크기의 마이크로 입자를 생성할 수 있음을 알 수 있다.

[0186] 상기 특성 평가에 따르면, 본 발명에 따른 마이크로 입자의 대량 생산 방법은 압전 소자를 이용하여 균일한 크기의 액적을 형성할 수 있고, 균일한 크기의 액적을 가열로에 통과시키면서 균일한 크기의 마이크로 입자를 생산할 수 있을 뿐 아니라, 액적이 가열로를 통과하면서 짧은 시간 동안 빠르게 용매만이 건조되어 마이크로 입자를 대량으로 생산할 수 있는 효과를 제공한다.

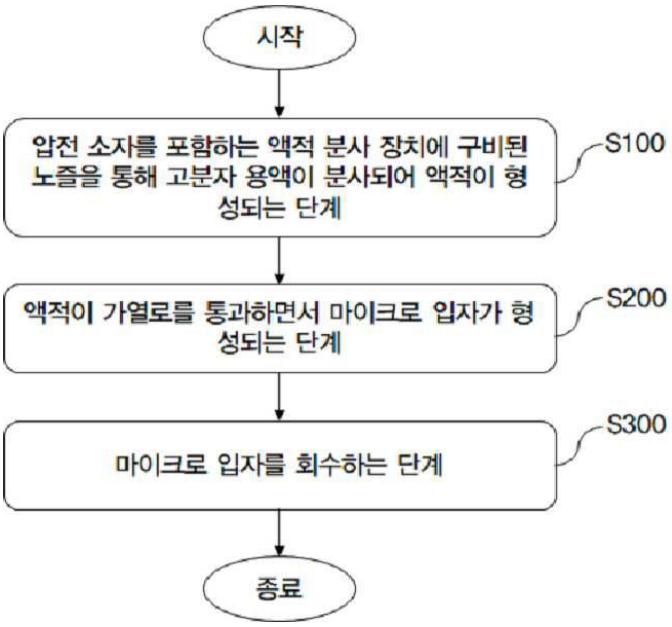
[0188] 한편, 본 명세서와 도면에 개시된 본 발명의 실시 예들은 이해를 돕기 위해 특정 예를 제시한 것에 지나지 않으며, 본 발명의 범위를 한정하고자 하는 것은 아니다. 여기에 개시된 실시 예들 이외에도 본 발명의 기술적 사상에 바탕을 둔 다른 변형 예들이 실시 가능하다는 것은, 본 발명이 속하는 기술 분야에서 통상의 지식을 가진 자에게 자명한 것이다.

도면

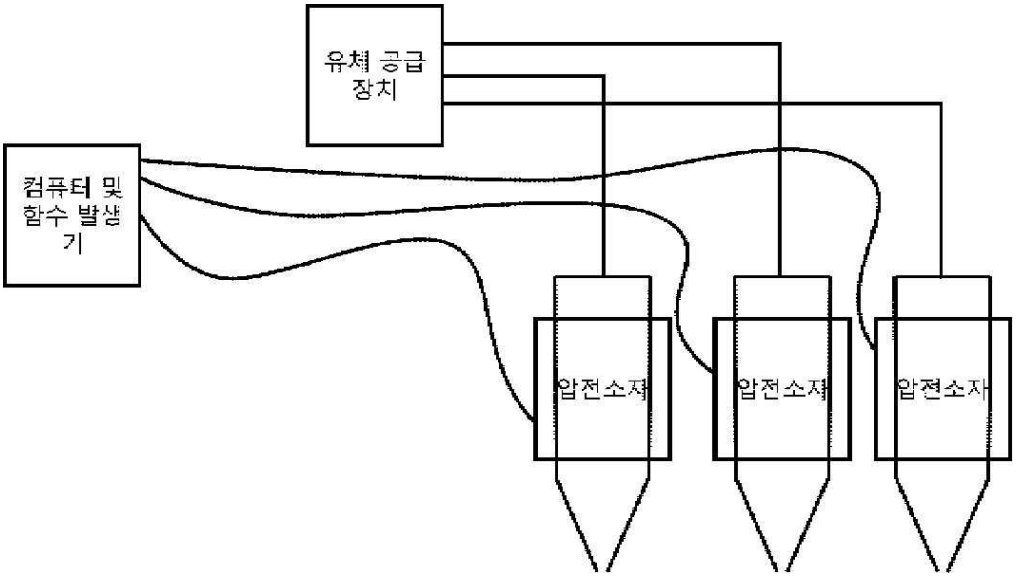
도면1



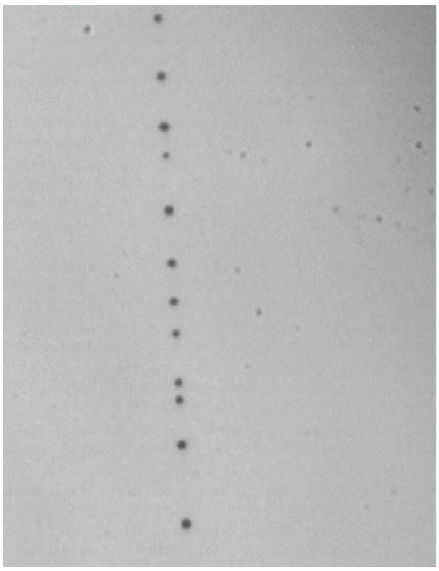
도면2


시작
압전 소자를 포함하는 액적 분사 장치에 구비된 노즐을 통해 고분자 용액이 분사되어 액적이 형성되는 단계
S100
액적이 가열로를 통과하면서 마이크로 입자가 형성되는 단계
S200
마이크로 입자를 회수하는 단계
S300
종료

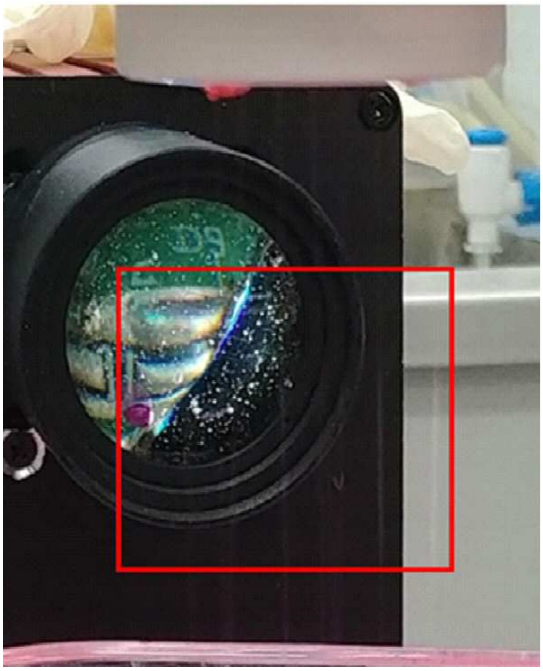
도면3


유체 공급 장치
컴퓨터 및 함수 발생기
압전소자
압전소자
압전소자

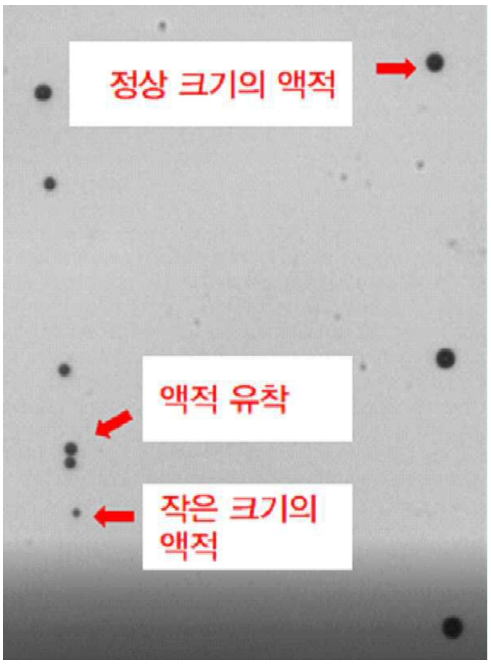
도면4



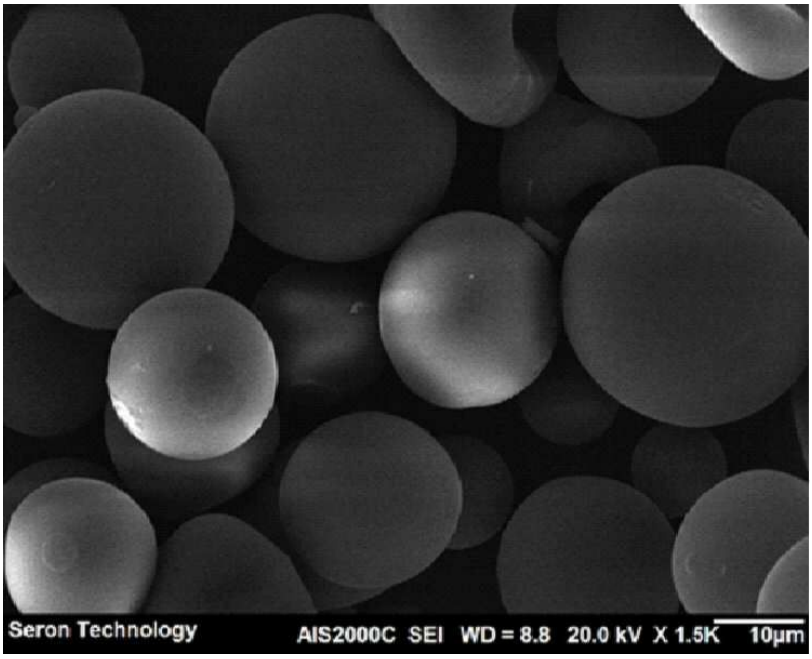
도면5



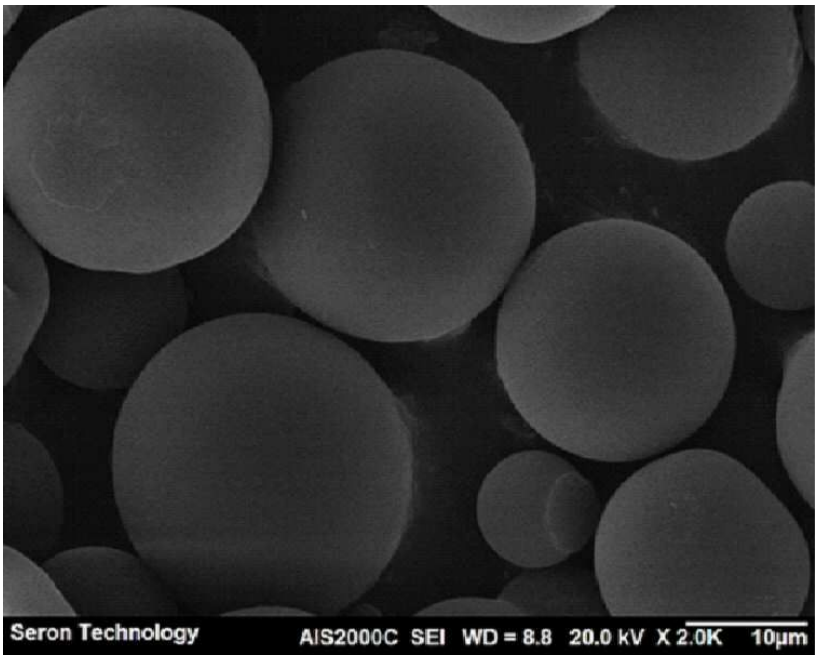
도면6


정상 크기의 액적
액적 유착
작은 크기의
액적

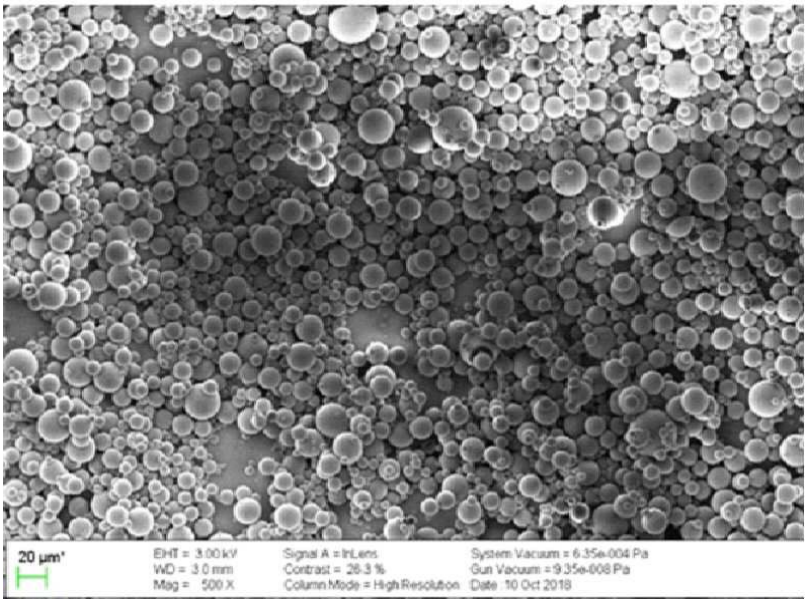
도면7a


Seron Technology
AIS2000C SEI WD = 8.8 20.0 kV X 1.5K 10μm

도면7b


Seron Technology
AIS2000C SEI WD = 8.8 20.0 kV X 2.0K 10μm

도면8


20 μm
EHT = 3.00 kV
WD = 3.0 mm
Mag = 500 X
Signal A = InLens
Contrast = 26.3 %
Column Mode = High Resolution
System Vacuum = 6.35e-004 Pa
Gun Vacuum = 9.35e-008 Pa
Date :10 Oct 2018

도면9

