



(19)대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(51) Int. Cl.

B01F 5/06 (2006.01)
B01F 3/08 (2006.01)
C25D 1/08 (2006.01)
B81C 5/00 (2006.01)

(11) 공개번호 10-2007-0084298
(43) 공개일자 2007년08월24일

(21) 출원번호 10-2007-7011172

(22) 출원일자 2007년05월16일

심사청구일자 2007년05월16일

번역문 제출일자 2007년05월16일

(86) 국제출원번호 PCT/JP2005/018688

(87) 국제공개번호 WO 2006/043443

국제출원일자 2005년10월11일

국제공개일자 2006년04월27일

(30) 우선권주장 JP-P-2004-00302378 2004년10월18일 일본(JP)

(71) 출원인 도꾸리쯔 교세이호징 노우교·쇼쿠형 산교 기쥬쓰 소고 쟁큐 기코우
일본국 이바라키켄 츠쿠바시 간논다이 3-1-1
가부시키가이샤 구라레
일본국 오카야마켄 구라시키키시 사카즈1621
나카지마 미츠토시
일본 이바라키켄 츠쿠바시 간논다이 1-17-11

(72) 발명자 나카지마 미츠토시
일본 이바라키켄 츠쿠바시 간논다이 1-17-11
니시 타이치
일본 도쿄도 지요다쿠 오테마치 1쵸메 1방 3고 가부시키가이샤구라레
나이
가나이 세이이치
일본 이바라키켄 츠쿠바시 미유키가오카 41반치 가부시키가이샤구라레
나이
기타니 다케노리
일본 이바라키켄 츠쿠바시 미유키가오카 41반치 가부시키가이샤구라레
나이
후쿠다 모토히로
일본 이바라키켄 츠쿠바시 미유키가오카 41반치 가부시키가이샤구라레
나이

(74) 대리인 특허법인코리아나

전체 청구항 수 : 총 32 항

(54) 관통공을 갖는 금속제 기판을 사용한 마이크로스피어의제조 방법

(57) 요약

본 발명은, 식품 공업, 의약 혹은 화장품 제조 등에 이용되는 에멀전, DDS 용 에멀전 등으로서 사용되는 고체 미립자나 액체 미립자인 마이크로스피어의 제조 방법을 제공하는 것을 목적으로 한다. 상기의 과제는, 관통공 (7) 을 형성한 기관 (1) 을 개재시켜 분산상과 연속상을 분리하고, 분산상을 관통공 (7) 으로부터 연속상 중으로 마이크로스피어로서 압출하는 것에 의한 마이크로스피어 제조 방법에 있어서, 관통공 (7) 의 폭이 0.5 ~ 500 μ m, 관통공 (7) 의 깊이가 10 μ m ~ 6000 μ m, 관통공 (7) 의 폭과 깊이의 비가 1 ~ 1/30 의 범위를 만족시키고, 관통공 (7) 을 형성한 기관이 금속제 기관인 것을 특징으로 하는 마이크로스피어의 제조 방법에 의하여 해결된다.

대표도

도 8b

특허청구의 범위

청구항 1.

관통공을 형성한 기관을 개재시켜 분산상과 연속상을 분리하고, 관통공으로부터 분산상을 연속상 중으로 압출하여 마이크로스피어를 제조하는 방법에 있어서, 관통공의 폭이 0.5 ~ 500 μ m, 관통공의 깊이가 10 μ m ~ 6000 μ m, 관통공의 폭과 깊이의 비 (폭/깊이) 가 1 ~ 1/30 인 금속제 기관을 적어도 1매 사용하는 것을 특징으로 하는 마이크로스피어의 제조 방법.

청구항 2.

제 1 항에 있어서,

금속제 기관이 화학적 표면 처리 및/또는 물리적 표면 처리되어 있는 것을 특징으로 하는 마이크로스피어의 제조 방법.

청구항 3.

제 1 항 또는 제 2 항에 있어서,

금속제 기관에 형성된 관통공의 형상이, 다단 구조인 것을 특징으로 하는 마이크로스피어의 제조 방법.

청구항 4.

제 1 항 또는 제 2 항에 있어서,

금속제 기관에 형성된 관통공의 형상이, 관통공의 마이크로스피어 형성측 개구 주위에 오목 조형을 갖는 것을 특징으로 하는 마이크로스피어의 제조 방법.

청구항 5.

제 1 항 내지 제 4 항 중 어느 한 항에 있어서,

관통공을 형성한 금속제 기관을 복수 매 사용하는 것을 특징으로 하는 마이크로스피어의 제조 방법.

청구항 6.

제 1 항 내지 제 5 항 중 어느 한 항에 있어서,

금속제 기판이, 2종 이상의 형상의 관통공을 갖는 것을 특징으로 하는 마이크로스피어의 제조 방법.

청구항 7.

제 1 항 내지 제 6 항 중 어느 한 항에 있어서,

금속제 기판이, 적어도 1면에 기판을 지지하는 지지 플레이트를 구비하고 있는 것을 특징으로 하는 마이크로스피어의 제조 방법.

청구항 8.

제 1 항 내지 제 7 항 중 어느 한 항의 제조 방법에 의하여 얻어지는 마이크로스피어.

청구항 9.

제 1 항 내지 제 7 항에 있어서,

레지스트 형성 기판 상에 레지스트층을 형성하고, 노광 및 현상, 또는 노광, 열처리 및 현상을 실시하여, 관통공의 형상을 갖는 레지스트 패턴을 형성하는 레지스트 패턴 형성 단계와, 상기 레지스트 패턴에 따라 도금에 의하여 금속을 퇴적시킨 후, 레지스트 형성 기판을 박리하고, 다시 레지스트 패턴을 현상액에 의하여 박리하여 관통공을 갖는 금속제 기판을 형성하는 금속제 기판 형성 단계를 포함하는 공정에 의하여 얻어지는 것을 특징으로 하는 금속제 기판의 제조 방법.

청구항 10.

제 9 항에 있어서,

상기 레지스트 패턴 형성 단계에 있어서, 도전성을 갖는 레지스트 형성 기판을 사용하여 레지스트층을 형성하고, 노광 및 현상, 또는 노광, 열처리 및 현상을 실시하는 것을 특징으로 하는 금속제 기판의 제조 방법.

청구항 11.

제 9 항 또는 제 10 항에 있어서,

상기 레지스트 패턴 형성 단계에 있어서, 레지스트 패턴이 관통공의 높이로 형성될 때까지, 여러 차례의 레지스트층의 형성과, 적어도 1회 이상의 노광 및 현상, 또는 노광, 열처리 및 현상에 의하여 관통공의 형상을 갖는 레지스트 패턴을 형성하는 것을 특징으로 하는 금속제 기판의 제조 방법.

청구항 12.

제 11 항에 있어서,

상기 레지스트 패턴 형성 단계에 있어서, 마스크를 사용하여 노광하는 경우, 여러 차례의 레지스트층의 형성과, 적어도 1회 이상의 노광 및 현상, 또는 노광, 열처리 및 현상시에, 노광에 있어서의 각 층의 마스크 패턴의 위치가 동일한 위치로 되도록, 마스크 패턴의 위치를 맞추는 마스크 위치 맞춤 단계를 구비하는 것을 특징으로 하는 금속제 기판의 제조 방법.

청구항 13.

제 11 항 또는 제 12 항에 있어서,

상기 레지스트 패턴 형성 단계에 있어서, 여러 차례 레지스트층을 형성할 때에, 각 레지스트층에 노광 감도가 상이한 레지스트를 사용하는 것을 특징으로 하는 금속제 기판의 제조 방법.

청구항 14.

제 9 항 내지 제 13 항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 레지스트 패턴 형성 단계에 있어서, 노광에 사용되는 광원이 자외선 또는 레이저광인 것을 특징으로 하는 금속제 기판의 제조 방법.

청구항 15.

제 9 항 내지 제 14 항 중 어느 한 항의 제조 방법에 의하여 얻어지는 관통공을 형성한 금속제 기판.

청구항 16.

케이스에 제 1 플레이트, 관통공을 형성한 기판 및 제 2 플레이트가 간격을 두고 장착되며, 상기 제 1 플레이트와 관통공을 형성한 기판 사이에 분산상이 흐르는 제 1 유로가 형성되고, 상기 관통공을 형성한 기판 및 제 2 플레이트 사이에 연속상과 마이크로스피어를 포함하는 층이 흐르는 제 2 유로가 형성되며, 그 기판이 관통공의 폭이 0.5 ~ 500 μm , 관통공의 깊이가 10 μm ~ 6000 μm , 관통공의 폭과 깊이의 비 (폭/깊이) 가 1 ~ 1/30 인 금속제 기판인 것을 특징으로 하는 마이크로스피어의 제조 장치.

청구항 17.

제 16 항에 있어서,

제 1 플레이트 및/또는 제 2 플레이트의 적어도 일부가 투명성을 갖는 부재로 형성되어 있는 것을 특징으로 하는 마이크로스피어의 제조 장치.

청구항 18.

관통공을 형성한 기판을 개재시켜 분산상과 연속상을 분리하고, 관통공으로부터 분산상을 연속상 증으로 압출하여 마이크로스피어를 제조하는 방법에 있어서, 관통공의 폭이 0.5 ~ 500 μm , 원통공의 깊이가 10 μm ~ 6000 μm , 관통공의 폭과 깊이의 비 (폭/깊이) 가 1 ~ 1/30, 관통공의 형상이 관통공의 마이크로스피어 형성층 개구 주위에 오목 조형을 갖는 금속제 기판을 적어도 1매 사용하는 것을 특징으로 하는 마이크로스피어의 제조 방법.

청구항 19.

제 18 항에 있어서,

금속제 기관이 화학적 표면 처리 및/또는 물리적 표면 처리되어 있는 것을 특징으로 하는 마이크로스피어의 제조 방법.

청구항 20.

제 18 항 또는 제 19 항에 있어서,

금속제 기관에 형성된 관통공의 형상이, 다단 구조인 것을 특징으로 하는 마이크로스피어의 제조 방법.

청구항 21.

제 18 항 내지 제 20 항 중 어느 한 항에 있어서,

관통공을 형성한 금속제 기관을 복수 개 사용하는 것을 특징으로 하는 마이크로스피어의 제조 방법.

청구항 22.

제 18 항 내지 제 21 항 중 어느 한 항에 있어서,

금속제 기관이, 2종 이상의 형상의 관통공을 갖는 것을 특징으로 하는 마이크로스피어의 제조 방법.

청구항 23.

제 18 항 내지 제 22 항 중 어느 한 항에 있어서,

금속제 기관이, 적어도 한 면에 기관을 지지하는 지지 플레이트를 구비하고 있는 것을 특징으로 하는 마이크로스피어의 제조 방법.

청구항 24.

관통공을 형성한 기관을 개재시켜 분산상과 연속상을 분리하고, 관통공으로부터 분산상을 연속상 중으로 압출하여 마이크로스피어를 제조하는 방법에 있어서 사용되는 금속제 기관의 제조 방법으로서,

레지스트 형성 기관 상에 레지스트층을 형성하고, 마스크를 사용하여 노광 및 현상, 또는 노광, 열처리 및 현상을 실시하여, 관통공의 형상을 갖는 레지스트 패턴을 형성하는 레지스트 패턴 형성 단계와, 상기 레지스트 패턴에 따라 도금에 의하여 금속을 퇴적시킨 후, 레지스트 형성 기관을 박리하고, 다시 레지스트 패턴을 현상액에 의하여 박리하여 관통공을 갖는 금속제 기관을 형성하는 금속제 기관 형성 단계를 구비하며, 상기 금속제 기관은, 관통공의 폭이 0.5 ~ 500 μm , 관통공의 깊이가 10 μm ~ 6000 μm , 관통공의 폭과 깊이의 비 (폭/깊이) 가 1 ~ 1/30, 관통공의 형상이 관통공의 마이크로스피어 형성층 개구 주위에 오목 조형을 갖는 금속제 기관의 제조 방법.

청구항 25.

제 24 항에 있어서,

상기 레지스트 패턴 형성 단계에 있어서, 도전성을 갖는 레지스트 형성 기판을 사용하여 레지스트층을 형성하고, 마스크를 사용하여 노광 및 현상, 또는 노광, 열처리 및 현상을 실시하는 것을 특징으로 하는 금속제 기판의 제조 방법.

청구항 26.

제 24 항 또는 제 25 항에 있어서,

상기 레지스트 패턴 형성 단계에 있어서, 레지스트 패턴이 관통공의 높이로 형성될 때까지, 여러 차례의 레지스트층의 형성과, 적어도 1회 이상의 노광 및 현상, 또는 노광, 열처리 및 현상에 의하여 관통공의 형상을 갖는 레지스트 패턴을 형성하는 것을 특징으로 하는 금속제 기판의 제조 방법.

청구항 27.

제 26 항에 있어서,

상기 레지스트 패턴 형성 단계에 있어서, 여러 차례의 레지스트층의 형성과, 적어도 1회 이상의 노광 및 현상, 또는 노광, 열처리 및 현상시에, 노광에 있어서의 각 층의 마스크 패턴의 위치가 동일한 위치가 되도록, 마스크 패턴의 위치를 맞추는 마스크 위치 맞춤 단계를 구비하는 것을 특징으로 하는 금속제 기판의 제조 방법.

청구항 28.

제 26 항 또는 제 27 항에 있어서,

상기 레지스트 패턴 형성 단계에 있어서, 여러 차례 레지스트층을 형성할 때에, 각 레지스트층에 노광 감도가 상이한 레지스트를 사용하는 것을 특징으로 하는 금속제 기판의 제조 방법.

청구항 29.

제 24 항 내지 제 28 항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 레지스트 패턴 형성 단계에 있어서, 노광에 사용되는 광원이 자외선 또는 레이저광인 것을 특징으로 하는 금속제 기판의 제조 방법.

청구항 30.

제 24 항 내지 제 29 항 중 어느 한 항의 제조 방법에 의하여 얻어지는 관통공을 형성한 금속제 기판.

청구항 31.

케이스에 제 1 플레이트, 관통공을 형성한 기판 및 제 2 플레이트가 간격을 두고 장착되며, 상기 제 1 플레이트와 관통공을 형성한 기판 사이에 분산상이 흐르는 제 1 유로가 형성되고, 상기 관통공을 형성한 기판 및 제 2 플레이트 사이에 연속상과 마이크로스피어를 포함하는 층이 흐르는 제 2 유로가 형성되며, 그 기판이 관통공의 폭이 0.5 ~ 500 μ m, 관통공의 깊이가 10 μ m ~ 6000 μ m, 관통공의 폭과 깊이의 비 (폭/깊이) 가 1 ~ 1/30, 관통공의 형상이 관통공의 마이크로스피어 형성층 개구 주위에 오목 조형을 갖는 금속제 기판인 것을 특징으로 하는 마이크로스피어의 제조 장치.

청구항 32.

제 31 항에 있어서,

제 1 플레이트 및/또는 제 2 플레이트의 적어도 일부가 투명성을 갖는 부재로 형성되어 있는 것을 특징으로 하는 마이크로스피어의 제조 장치.

명세서

기술분야

본 발명은, 식품 공업, 의약 혹은 화장품 제조 등에 이용되는 에멀전, DDS (Drug Delivery System) 용 에멀전, 마이크로캡슐, 이온 교환 수지, 크로마토그래피 담체 등으로서 사용되는 고체 미립자나 액체 미립자인 마이크로스피어 (미립자) 의 제조 방법에 관한 것이다.

특히, 본 발명의 관통공을 갖는 금속제 기관의 제조 방법은, 미세 가공 정밀도, 제조 비용, 내구성을 만족시키는 관점에서 공업화 (양산화) 가 가능한 마이크로스피어의 제조 방법으로서 유용하다.

배경기술

수상과 유기상과 같이 열역학적으로는 분리되어 있는 상태가 안정 상태인 2상계를 유화에 의하여 준안정 상태인 에멀전으로 하는 기술이 종래부터 알려져 있다.

일반적인 유화 방법으로는, 에멀전의 화학 (아사쿠라 서점 : 1971) 에 기재된 바와 같이, 믹서, 콜로이드 밀, 호모지나이저 등을 사용하는 방법이나 초음파 등으로 분산시키는 방법이 알려져 있다.

진술한 일반적인 에멀전의 제조 방법에 있어서는, 연속상 중의 분산상 입자 (마이크로스피어) 의 입경 분포의 폭이 크다는 결점이 있다. 그래서, 폴리카보네이트로 이루어지는 막을 사용하여 여과를 실시하는 방법, PTFE (폴리테트라플루오로에틸렌) 막을 사용하여 반복 여과를 실시하는 방법, 균일한 세공 (細孔) 을 갖는 다공질 유리막을 통하여 연속상으로 이송하여 균질한 에멀전을 제조하는 방법도 제안되어 있다 (특허문헌 1 참조).

폴리카보네이트막이나 PTFE 막을 사용하여 여과를 실시하는 방법에 있어서는, 원리적으로 막의 세공보다 큰 것은 제조할 수 없고, 막의 세공보다 작은 것은 분별할 수 없다는 문제점이 있다. 따라서, 특별히 큰 사이즈의 에멀전을 제조하는 경우에는 적합하지 않다.

또한, 균일한 세공을 갖는 다공질 유리막을 사용하는 방법에 있어서는, 막의 평균 세공 직경이 작은 경우에는 입경 분포가 넓어지지 않아, 균질한 에멀전을 얻을 수 있지만, 막의 평균 세공 직경을 크게 하면 입경 분포가 넓어져, 균질한 에멀전을 얻을 수 없다.

상기 각종 문제를 해결하기 위하여, 관통공을 형성한 격벽을 개재시켜 분산상과 연속상을 분리하고, 분산상에 대하여 연속상에 가해지는 압력보다 큰 압력을 가함으로써 분산상을 연속상 중으로 마이크로스피어로서 압출하도록 한 마이크로스피어의 제조 방법에 있어서, 상기 관통공으로부터 연속상 중으로 압출되는 분산상의 계면에 불균일한 전단력을 작용하게 하여 마이크로스피어를 형성하는 방법이 제안되어 있다 (특허문헌 2 참조).

그러나, 상기 문헌 본문 중, 및 실시예에서 나타나고 있는 반도체 미세 가공 기술을 응용한 실리콘 기관에 대한 웨트 에칭 가공, 또는 드라이 에칭 가공에 의하여 얻어진 기관은, 1) 사용시, 또는 세정시에 기관이 파손되기 쉽고, 2) 실리콘 기관의 재료 비용이 고가이며, 3) 관통공의 폭 정밀도가 얻어지지 않는 등의 실용면에서의 문제를 갖고 있다.

실리콘 기관에 관통공을 형성하는 경우, 일반적으로 사용되는 기관의 두께는 0.1mm 내지 0.3mm 이다. 관통공 수 (관통공 면적) 가 증가함에 따라, 기계 강도가 극단적으로 저하되고, 마이크로스피어 형성에 파손되는 것이 염려되기 때문에, 실용화에 적합한 가공법이라고는 할 수 없다.

또한, 반복 사용시에, 예를 들어 초음파 세정을 실시하는 경우에도 파손의 가능성이 증대된다.

웨이 에칭에서는, 마스크 재료 하부의 언더 에칭의 진행에 의하여, 관통공의 폭 정밀도가 얻어지지 않기 때문에, 정밀한 가공법이라고는 할 수 없다.

웨이 에칭에 대하여, 드라이 에칭은 실리콘 반도체의 패턴 형성 프로세스로부터 발전된 기술로서, 각종 플라즈마 원중에 의한 각종 전자 부품, 화합물 반도체에 대한 응용이 연구되고 있다. 그러나, 이 방법은, 우수한 미세 가공성을 갖는 반면, 에칭 속도가 500 ~ 2,000nm/분으로 느리기 때문에, 예를 들어 조형 깊이가 0.1mm 인 가공을 실시하는 경우, 50분 이상의 가공 시간이 필요하게 되어, 생산성이 우수한 저렴한 가공법이라고는 할 수 없다.

에칭 속도가 느리기 때문에, 관통공을 형성하기 위한 기관 두께를 얇게 하고자 하면, 취급시, 또는 세정시의 파손 가능성이 더욱 증대된다.

이러한 문제를 해결하는 다른 제조 방법으로서, 레이저 가공법을 들 수 있다. 그러나, 금속, 수지의 절삭, 원통공 제조 등, 일반적으로 널리 사용되고 있는 탄산 가스 레이저는, 레이저 스폿 직경이 직경 500 μ m 로 크고, 미세한 관통공을 제조하는 데에 적합하지 않은 것이 현상이다. 또한, 집광 렌즈를 사용하고, 게다가 스폿 직경을 작게 하고자 하면, 가공 깊이가 얕아진다는 문제가 있다.

레이저 스폿 직경이 최소의 것으로 30 ~ 50 μ m 로 작은 YAG 레이저 등을 선택함으로써, 제조 가능한 최소 관통공 직경은 50 ~ 100 μ m 로 개선되지만, 레이저의 강도, 지향성이 낮기 때문에, 10 ~ 50 μ m 깊이의 가공이 한계이며, 프린트 배선판을 형성하는 용도 등에 사용되고 있는 것이 실상이다 (특허문헌 3 참조).

레이저 스폿 직경이 작고, 또한 가공 깊이를 얻는 방법으로서, 레이저를 펄스 조사하는 방법이 알려져 있다. 그 중에서도, 펨토초 레이저는 10 ~ 50 μ m 의 최소 관통공 직경으로, 50 μ m 이상 깊이의 가공이 가능하다. 그러나, 펨토초 레이저를 사용하는 방법은 펨토초 발진 장치가 공업적으로 보급되어 있지 않고, 또한 약 1억엔/대로 고액이기 때문에, 관통공을 갖는 금속제 기관의 제조 비용이 높아진다. 또한, 관통공을 갖는 금속제 기관의 구멍 수를 높이고자 하면, 가공에 필요한 시간이 길어지고, 대면적 묘화를 위한 장치 가격도 높아지기 때문에, 실용면에서도 효율 저하가 예측된다.

이러한 문제를 해결하는 다른 제조 방법으로서, 정밀 바이트를 사용한 정밀 기계 절삭을 들 수 있다. 그러나, 정밀 바이트의 최소 바이트 직경은 Φ 100 μ m 가 한계이기 때문에, 그것보다 작은 관통공의 가공은 불가능하다. 그리고, 1개 단위로 가공을 실시하기 때문에, 수만 개, 수 10만 개의 관통공을 형성하는 데에 수 시간을 필요로 하고, 고비용이 된다. 또한, Φ 4인치 (직경 100mm) 이상의 대면적 가공을 실시하고자 하면, 정밀 바이트의 마모가 발생하기 때문에, 고비용이 된다.

특허문헌 1 : 일본 공개특허공보 평2-95433호

특허문헌 2 : 일본 특허 제3511238호

특허문헌 3 : 일본 특허 제2773710호

발명의 상세한 설명

발명의 개시

발명이 해결하고자 하는 과제

반도체 미세 가공 기술을 응용한 실리콘 기관에 대한 웨트 에칭 가공, 드라이 에칭 가공, 또는 종래의 관통공을 갖는 금속제 기관의 제조 방법에서는, 설계대로의 관통공 폭, 깊이가 얻어지지 않고, 사용시 또는 세정시에 파손되기 쉬우며, 실리콘 기관의 재료 비용이 고가이며, 원하는 관통공 폭, 깊이를 갖는 금속제 기관을 양호한 생산성으로 제조할 수 없다는 문제점이 있었다.

본 발명은, 이러한 문제점을 해결하기 위하여 이루어진 것으로서, 원하는 관통공 폭, 깊이를 갖는 금속제 기관을 사용한 마이크로스피어의 제조 방법을 제공하는 것을 목적으로 한다.

또한, 본 발명은, 원하는 관통공 폭, 깊이를 갖는 금속제 기판을 사용하여 제조한 마이크로스피어를 제공하는 것을 목적으로 한다.

그리고, 본 발명은, 원하는 관통공 폭, 깊이를 갖는 마이크로스피어 제조용 금속제 기판의 제조 방법, 및 그것에 따라 얻어진 마이크로스피어 제조용 금속제 기판을 제공하는 것을 목적으로 한다.

게다가 본 발명은, 관통공을 형성한 기판으로서 상기 마이크로스피어 제조용 금속제 기판을 사용하는 마이크로스피어의 제조 장치를 제공하는 것을 목적으로 한다.

과제를 해결하기 위한 수단

본 발명자들은, 상기 과제를 해결하기 위하여 예의 검토한 결과, 관통공을 형성한 기판을 개재시켜 분산상과 연속상을 분리하고, 관통공으로부터 분산상을 연속상 중으로 압출하여 마이크로스피어를 제조하는 방법에 있어서, 기판으로서 특정의 폭, 깊이를 갖는 금속제 기판을 사용함으로써, 상기 과제를 해결할 수 있음을 알아내고, 본 발명을 완성하기에 이르렀다.

즉, 본 발명은, 관통공을 형성한 기판을 개재시켜 분산상과 연속상을 분리하고, 관통공으로부터 분산상을 연속상 중으로 압출함으로써 마이크로스피어를 제조하는 방법에 있어서, 관통공의 폭이 $0.5 \sim 500\mu\text{m}$, 관통공의 깊이가 $10\mu\text{m} \sim 6000\mu\text{m}$, 관통공의 폭과 깊이의 비(폭/깊이)가 $1 \sim 1/30$ ($1/1 \sim 1/30$)인 금속제 기판을 적어도 1매 사용하는 마이크로스피어의 제조 방법이다.

또한, 본 발명은, 상기 방법에 있어서, 금속제 기판이 화학적 표면 처리 및/또는 물리적 표면 처리되어 있는 것, 금속제 기판에 형성된 관통공의 형상이 다단 구조인 것, 금속제 기판에 형성된 관통공의 형상이, 관통공의 마이크로스피어 형성층 개구 주위에 오목 조형을 갖는 것, 관통공을 형성한 금속제 기판을 복수 매 구비한 것, 금속제 기판이, 2종 이상의 형상의 관통공을 갖는 것, 및 금속제 기판이, 적어도 1면에 기판을 지지하는 지지 플레이트를 구비하고 있는 것을 바람직한 양태로서 각각 포함한다.

그리고, 본 발명은, 상기 중 어느 제조 방법에 의하여 얻어지는 마이크로스피어이다.

게다가, 본 발명은, 레지스트 형성 기판 상에 레지스트층을 형성하고, 노광 및 현상, 또는 노광, 열처리 및 현상을 실시하여, 관통공의 형상을 갖는 레지스트 패턴을 형성하는 레지스트 패턴 형성 단계와, 상기 레지스트 패턴에 따라 도금에 의하여 금속을 퇴적시킨 후, 레지스트 형성 기판을 박리하고, 추가로 레지스트 패턴을 현상액에 의하여 박리하여 관통공을 갖는 금속제 기판을 형성하는 금속제 기판 형성 단계를 포함하는 공정에 의하여 얻어지는 상기 제법에 사용되는 금속제 기판의 제조 방법이다.

또한, 본 발명은, 상기 금속제 기판의 제조 방법에 있어서의 레지스트 패턴 형성 단계에 있어서, 도전성을 갖는 레지스트 형성 기판을 사용하여 레지스트층을 형성하고, 노광 및 현상, 또는 노광, 열처리 및 현상을 실시하는 것, 상기 레지스트 패턴 형성 단계에 있어서, 레지스트 패턴이 관통공의 높이로 형성될 때까지, 여러 차례의 레지스트층의 형성과, 적어도 1회 이상의 노광 및 현상, 또는 노광, 열처리 및 현상에 의하여 관통공의 형상을 갖는 레지스트 패턴을 형성하는 것, 레지스트 패턴 형성 단계에 있어서, 마스크를 사용하여 노광하는 경우, 여러 차례의 레지스트층의 형성과, 적어도 1회 이상의 노광 및 현상, 또는 노광, 열처리 및 현상시에, 노광에 있어서의 각 층의 마스크 패턴의 위치가 동일한 위치로 되도록, 마스크 패턴의 위치를 맞추는 마스크 위치 맞춤 단계를 구비하는 것, 상기 레지스트 패턴 형성 단계에 있어서, 여러 차례 레지스트층을 형성할 때에, 각 레지스트층에 노광 감도가 상이한 레지스트를 사용하는 것, 및 레지스트 패턴 형성 단계에 있어서, 노광에 사용되는 광원이 자외선 또는 레이저광인 것을 바람직한 양태로서 포함한다.

게다가, 본 발명은, 상기 제조 방법에 의하여 얻어지는 관통공을 형성한 금속제 기판이다.

그리고, 본 발명은, 케이스에 제 1 플레이트, 관통공을 형성한 기판 및 제 2 플레이트가 간격을 두고 장착되며, 상기 제 1 플레이트와 관통공을 형성한 기판 사이에 분산상이 흐르는 제 1 유로가 형성되고, 상기 관통공을 형성한 기판 및 제 2 플레이트 사이에 연속상과 마이크로스피어를 포함하는 층이 흐르는 제 2 유로가 형성되며, 그 기판이 관통공의 폭이 $0.5 \sim 500\mu\text{m}$, 관통공의 깊이가 $10\mu\text{m} \sim 6000\mu\text{m}$, 관통공의 폭과 깊이의 비(폭/깊이)가 $1 \sim 1/30$ 인 금속제 기판인 마이크로스피어의 제조 장치이다.

또한, 본 발명은 제 1 플레이트 및/또는 제 2 플레이트의 적어도 일부가 투명성을 갖는 부재로 형성되어 있는 상기 제조 장치이다.

발명의 효과

본 발명에 의하면, 원하는 관통공 폭, 깊이를 갖는 금속제 기관을 사용한 마이크로스피어의 제조 방법을 제공할 수 있다. 또한, 본 발명에 의하면, 원하는 관통공 폭, 깊이를 갖는 금속제 기관을 사용하여 제조한 마이크로스피어를 제공할 수도 있다. 게다가, 본 발명은, 원하는 관통공 폭, 깊이를 갖는 마이크로스피어 제조용 금속제 기관의 제조 방법, 및 그것에 따라 얻어진 마이크로스피어 제조용 금속제 기관을 제공할 수 있다. 또한, 본 발명에 의하면, 관통공을 형성한 기관으로서 상기 마이크로스피어 제조용 금속제 기관을 사용하는 마이크로스피어의 제조 장치를 제공할 수 있다.

예를 들어, 본 발명에 의하면, 식품 공업, 의약 혹은 화장품 제조 등에 이용 되는 에멀전, DDS 용 에멀전, 마이크로 캡슐, 이온 교환 수지, 크로마토그래피 담체 등으로서 사용되는 고체 미립자나 액체 미립자인 마이크로스피어(미립자)의 제조에 있어서, 미세 가공 정밀도, 제조 비용, 내구성에 대하여 시장의 요구를 충분히 만족시키고, 공업화(양산화)가 가능해진다.

특히, 본 발명을 마요네즈, 초콜릿, 마가린, 페트스프레드 등의 제조에 응용한 경우, 분산상 입자를 미세하고 균일하게 할 수 있고, 장기 보존해도 잘 분리되지 않고, 또한 식감도 향상된 마이크로스피어의 공업화(양산화)가 가능해진다.

실시예

본 발명에 따라, 관통공을 갖는 금속제 기관을 형성하는 방법에 대하여, 도면을 참조하면서 이하에 구체적으로 설명한다. 실시예에 기초하여 본 발명을 구체적으로 설명하지만, 본 발명은 이들 실시예에 한정되는 것은 아니다.

본 발명에 따라, 관통공을 갖는 금속제 기관을 형성하는 방법에 대하여, 도면을 참조하면서 이하에 구체적으로 설명한다.

[제 1 제조 방법]

도 1a 를 참조하여, 먼저 기관 (1) 상에, 유기 재료 (토쿄오카 공업 제조 「PMER N-CA3000PM」) 을 베이스로 하는 레지스트 도포를 실시하여, 레지스트층 (2) 을 형성하였다.

도 1b 를 참조하여, UV 노광 장치 (캐논 제조 「PLA-501F」) 에 의하여, 마스크 (3) 를 사용하여 레지스트층 (2) 을 노광 (파장 365nm, 노광량 300mJ/cm²) 하였다.

도 1c 를 참조하여, 핫 플레이트 (100℃ × 4분) 를 사용하여 레지스트층 (2) 의 열처리를 실시하였다.

도 1d 에 나타내는 바와 같이, 상기 레지스트층 (2) 을 갖는 기관 (1) 을 현상하고, 기관 (1) 상에 레지스트 패턴 (4) 을 형성하였다 (현상액 : 토쿄오카 공업 제조 「PMER 현상액 P-7G」).

도 1e 에 나타내는 바와 같이, 상기 레지스트 패턴 (4) 을 갖는 기관 (1) 의 표면에 증착, 또는 스퍼터링을 실시하고, 레지스트 패턴의 표면에 니켈로 이루어지는 도전성 막 (5) 을 퇴적시켰다. 이 공정에 있어서, 그 밖에 백금, 은, 금, 구리, 알루미늄 등을 퇴적시킬 수 있다.

다음으로, 상기 레지스트 패턴 (4) 을 갖는 기관 (1) 을 도금액에 침지시키고, 전기 도금을 실시하여, 레지스트 패턴의 골짜기에서 금속 구조체 (이하, 니켈 구조체라고 하는 경우가 있다; 6) 를 얻었다. 이 공정에 있어서, 그 밖에 구리, 금 등을 퇴적시킬 수 있다.

도 1f 에 나타내는 바와 같이, 기관 (1) 으로부터 박리하여 얻어진 니켈 구조체 (6) 에 부착된 레지스트를 제거하기 위하여, 용해액에 침지시켜, 니켈 구조체 (6) 를 얻었다 (용해액 : 토쿄오카 공업 제조 「클린 스트립 MF」). 다음으로, 니켈 구조체 (6) 의 도금층을 연마함으로써, 관통공 (7) 을 갖는 금속제 기관 (10) 을 얻었다.

[제 2 제조 방법]

도 2a 를 참조하여, 먼저 기판 (1) 의 표면에 증착, 또는 스퍼터링을 실시하여, 니켈로 이루어지는 도전성 막 (5) 을 퇴적시켰다. 이 공정에 있어서, 그 밖에 백금, 은, 금, 구리, 알루미늄 등을 퇴적시킬 수 있다. 또는, 스테인리스, 알루미늄 등의 도전성을 갖는 기판을 사용할 수 있다. 다음으로, 도전성 막 (5) 을 갖는 기판 (1) 상에, 유기 재료 (토쿄오카 공업 제조 「PMER N-CA3000PM」) 를 베이스로 하는 레지스트의 도포를 실시하여, 제 1 레지스트층 (21) 을 형성하였다.

도 2b 를 참조하여, UV 노광 장치 (캐논 제조 「PLA-501F」) 에 의하여, 마스크 (3) 를 사용하여 제 1 레지스트층 (21) 을 노광 (파장 365nm, 노광량 300mJ/cm²) 하였다.

노광시, 제 1 레지스트층 (21) 의 레지스트 패턴과, 후술하는 제 2 레지스트 패턴의 위치 관계를 소정의 위치로 하기 위하여, 본 UV 노광 장치의 기능인 위치 광학 현미경을 사용한, 기판과 마스크의 위치를 조절하는 얼라인먼트 노광을 실시하였다.

도 2c 를 참조하여, 핫 플레이트 (100℃ × 4분) 를 사용하여 제 1 레지스트층 (21) 의 열처리를 실시하였다.

도 2d 를 참조하여, 제 1 레지스트층 (21) 을 갖는 기판 (1) 상에, 유기 재료 (토쿄오카 공업 제조 「PMER N-CA3000PM」) 를 베이스로 하는 레지스트의 도포를 실시하여, 제 2 레지스트층 (22) 을 형성하였다. 다음으로, UV 노광 장치 (캐논 제조 「PLA-501F」) 에 의하여, 마스크 (3) 를 사용하여 제 2 레지스트층 (22) 을 노광 (파장 365nm, 노광량 30mJ/cm²) 하였다.

노광시, 제 1 레지스트층 (21) 의 레지스트 패턴과, 제 2 레지스트층 (22) 의 레지스트 패턴의 위치 관계를 소정의 위치로 하기 위하여, 본 UV 노광 장치의 기능인 광학 현미경을 사용한, 기판과 마스크의 위치를 조절하는 얼라인먼트 노광을 실시하였다.

도 2e 를 참조하여, 열풍 건조기 (100℃ × 4분) 를 사용하여 제 2 레지스트층 (22) 의 열처리를 실시하였다.

도 2f 에 나타내는 바와 같이, 제 1 레지스트층 (21) 및 제 2 레지스트층 (22) 으로 이루어지는 레지스트층을 갖는 기판 (1) 을 현상하고, 기판 (1) 상에 레지스트 패턴 (23) 을 형성하였다 (현상액 : 토쿄오카 공업 제조 「PMER 현상액 P-7G」).

도 2g 에 나타내는 바와 같이, 상기 레지스트 패턴 (23) 을 갖는 기판 (1) 을 도금액에 침지시키고, 전기 도금을 실시하여, 레지스트 패턴 (23) 의 골짜기에만, 선택적으로 금속을 퇴적시킴으로써, 금속 구조체 (이하, 니켈 구조체 ; 6) 를 얻었다. 이 공정에 있어서, 그 밖에 구리, 금 등을 퇴적시킬 수 있다.

도 2h 에 나타내는 바와 같이, 기판으로부터 박리하여 얻어진 니켈 구조체 (6) 에 부착된 레지스트를 제거하기 위하여, 용해액에 침지시켜, 관통공 (7) 을 갖는 금속제 기판 (10) 을 얻었다 (용해액 : 토쿄오카 공업 제조 「클린 스트립 MF」).

[관통공을 갖는 금속제 기판 A 의 제조]

도 1a ~ 도 1f 에 나타내는 성형품을 형성하는 방법에 따라, 레지스트 도포를 1회 반복하여 레지스트층을 형성, 노광, 열처리, 현상을 실시한 후, 도 4a ~ 도 4c 에 나타내는 바와 같은 종 40mm × 횡 40mm, 두께 100μm 의 금속판에, 종 10μm × 횡 20μm, 깊이 100μm 의 관통공을 60,000개 갖는 관통형 금속제 기판을 제조하였다. 도 4a 는 관통공을 갖는 금속제 기판의 상면도, 도 4b 는 측면도, 도 4c 는 관통공 수를 나타내는 표이다.

관통형 금속 구조체의 두께가 100μm 로 얇음에도 불구하고, 미세 관통공은 변형되지 않고 유지되고, 핸들링성에도 지장이 없는 것이 얻어졌다. 이러한 관통형 금속제 구조체를 사용함으로써 고압력, 고온하에 있어서의 마이크로스피어의 제조가 가능하다.

공기 중에서, 물에 대한 접촉각을 측정하였다. 교와 계면 화학 주식회사, 형식 CA-DT·A 형을 사용하여 측정한 결과 88° 이었다.

SEM 에 의한 관통공의 미세 구조도를 도 5, 도 6, 도 7 에 나타낸다. 이들 미세 구조도는 관통공을 갖는 금속제 구조체의 상면에서 촬영한 것이고, 각각 배율을 변경하여 촬영한다. 미세 구조도 중, 검게 보이는 부분이 관통공이다.

[관통공을 갖는 금속제 기판 B 의 제조]

도 2a ~ 도 2h 에 나타내는 성형품을 형성하는 방법에 따라, 레지스트 도포를 1회 반복하여 제 1 레지스트층을 형성, 각 층에 노광, 열처리를 실시한 후, 다시 레지스트 도포를 1회 반복하여 제 2 레지스트층을 형성, 노광, 열처리를 실시한 후, 현상을 실시하여, 도 8a ~ 도 8c 에 나타내는 바와 같은 종 40mm × 횡 40mm, 두께 300 μ m 의 금속판에, 상단 : 종 10 μ m × 횡 40 μ m, 깊이 150 μ m (연속상층), 하단 : 종 30 μ m × 횡 60 μ m, 깊이 150 μ m (분산상층) 의 관통공을 60,000개 갖는 관통형 금속제 기판을 제조하였다. 도 8a 는 관통공을 갖는 금속제 기판의 상면도, 도 8b 는 측면도, 도 8c 는 관통공 수를 나타내는 표이다.

관통공을 갖는 금속제 기판에 있어서의 구멍의 깊이가 300 μ m 로 깊음에도 불구하고, 레지스트 패턴의 도피를 방지하기 위한 다단 패터닝을 실시함으로써, 패턴의 도피 없이 원하는 구멍 치수를 갖는 금속제 기판이 얻어졌다.

공기 중에서, 물에 대한 접촉각을 측정하였다. 교와 계면 화학 주식회사, 형식 CA-DT·A 형을 사용하여 측정한 결과 86°이었다.

상기 관통공을 갖는 금속제 기판 B 는 다단 구조의 예이고, 관통공의 크기로는 10 × 40 μ m 와 30 × 60 μ m 가 2단으로 형성되어 있다.

[관통공을 갖는 금속제 기판 C 의 제조]

도 2a ~ 도 2h 에 나타내는 성형품을 형성하는 방법에 따라, 레지스트 도포를 1회 반복하여 제 1 레지스트층을 형성, 각 층에 노광, 열처리를 실시한 후, 다시 레지스트 도포를 1회 반복하여 제 2 레지스트층을 형성, 노광, 열처리를 실시한 후, 현상을 실시하고, 도 9a ~ 도 9c 에 나타내는 바와 같은 종 40mm × 횡 40mm, 두께 170 μ m 의 금속판에, 상단 : 종 20 μ m × 횡 60 μ m, 깊이 20 μ m (연속상층), 하단 : 종 20 μ m × 횡 20 μ m, 깊이 150 μ m (분산상층) 의 관통공을 60,000개 갖는 관통형 금속제 기판을 제조하였다. 도 9a 는 관통공을 갖는 금속제 기판의 상면도, 도 9b 는 측면도, 도 9c 는 관통공 수를 나타내는 표이다.

제조한 관통공을 갖는 금속제 기판에 증착 처리에 의한 표면 개질을 실시하였다. (주) 알박, EB 증착 장치, 형식 : HP-1010F 를 사용하여, SiO₂ 막을 200nm 퇴적시켰다. 공기 중에서, 물에 대한 접촉각을 측정하였다. 교와 계면 화학 주식회사, 형식 CA-DT·A 형을 사용하여 측정한 결과 18°이었다.

상기 관통공을 갖는 금속제 기판 C 는, 마이크로스피어의 제조 효율을 보다 높이기 위하여, 관통공을 다단 구조로 한 예이고, 상기 도 3a 의 구조에 상당한다.

[관통공을 갖는 금속제 기판 D 의 제조]

도 2a ~ 도 2h 에 나타내는 성형품을 형성하는 방법에 따라, 레지스트 도포를 1회 반복하여 제 1 레지스트층을 형성, 각 층에 노광, 열처리를 실시한 후, 다시 레지스트 도포를 1회 반복하여 제 2 레지스트층을 형성, 노광, 열처리를 실시한 후, 현상을 실시하고, 도 10a ~ 도 10c 에 나타내는 바와 같은 종 40mm × 횡 40mm, 두께 170 μ m 의 금속판에, 상단 : 종 10 μ m, 깊이 10 μ m (연속상층, 하단과 연통), 하단 : 종 10 μ m × 횡 15 μ m (타원형), 깊이 160 μ m (분산상층) 의 관통공을 60,000개 갖는 관통형 금속제 기판을 제조하였다. 도 10a 는 관통공을 갖는 금속제 기판의 상면도, 도 10b 는 측면도, 도 10c 는 관통공 수를 나타내는 표이다.

제조한 관통공을 갖는 금속제 기판에 증착 처리에 의한 표면 개질을 실시하였다. (주) 알박, EB 증착 장치, 형식 : HP-1010F 를 사용하여, SiO₂ 막을 200nm 퇴적시켰다. 공기 중에서, 물에 대한 접촉각을 측정하였다. 교와 계면 화학 주식회사, 형식 CA-DT·A 형을 사용하여 측정한 결과 21°이었다.

상기 관통공을 갖는 금속제 기판 D 는, 마이크로스피어의 제조 효율을 보다 높이기 위하여, 관통공을 다단 구조로 한 것이고, 상기 도 3c 의 구조에 상당한다.

[관통공을 갖는 금속제 기판 A 를 사용한 유중수 단분산 미립자의 제조]

기판으로서 금속제 기판 A 를 후술하는 제조 장치에 장착하고, 분산상 (물) 으로서 순수, 연속상 (오일) 으로서 트리올레인을 사용한 유중수 단분산 미립자의 제조 시험을 실시하였다. 금속제 기판의 물에 대한 접촉각이 88°로 높기 때문에, 유체

유로의 출구에서, 분산상(물)인 순수가, 기관과 젓지 않고 단리되고, 균일한 순수 입자경을 갖는 에멀전을 얻는 것에 성공하였다. 오오즈카 전자사 제조의 입경 측정 장치, 형식: PAR-Ⅲ를 사용하여 입자경을 측정한 결과, 평균 입자경 41.8미크론, 변동률 3.0%가 되어, 매우 균일한 입자를 갖는 에멀전을 제조할 수 있음을 확인하였다.

에멀전의 제조에 있어서, 금속제 기관으로부터 입자가 단리되는 과정을 CCD 카메라에 녹화하여, 입자 제조 효율을 확인한 결과, 10개/초이었다.

[관통공을 갖는 금속제 기관 B를 사용한 유중수 단분산 미립자의 제조]

기관으로서 금속제 기관 B를 후술하는 제조 장치에 장착하고, 분산상(물)으로서 순수, 연속상(오일)으로서 트리올레인을 사용한 유중수 단분산 미립자의 제조 시험을 실시하였다. 금속제 기관의 물에 대한 접촉각이 86°로 높기 때문에, 유체 유로의 출구에서, 분산상(물)인 순수가, 기관과 젓지 않고 단리되고, 균일한 순수 입자경을 갖는 에멀전을 얻는 것에 성공하였다. 오오즈카 전자사 제조의 입경 측정 장치, 형식: PAR-Ⅲ를 사용하여 입자경을 측정한 결과, 평균 입자경 34.1미크론, 변동률 2.5%가 되어, 매우 균일한 입자를 갖는 에멀전을 제조할 수 있음을 확인하였다.

에멀전의 제조에 있어서, 금속제 기관으로부터 입자가 단리되는 과정을 CCD 카메라에 녹화하여, 입자 제조 효율을 확인한 결과, 15 ~ 20개/초인 것이 확인되었고, 관통공의 중, 형의 비가 큰 것이, 입자를 단리하는 능력이 우수하며, 제조되는 입자경이 작아지는 것이 확인되었다.

[관통공을 갖는 금속제 기관 C를 사용한 수중유 단분산 미립자의 제조]

기관으로서 금속제 기관 C를 후술하는 제조 장치에 장착하고, 분산상(오일)으로서 대두유, 연속상(물)으로서 순수를 사용한 유중수 단분산 미립자의 제조 시험을 실시하였다. 금속제 기관의 물에 대한 접촉각이 18°로 낮기 때문에, 유체 유로의 출구에서, 분산상(오일)인 대두유가, 기관과 젓지 않고 단리되고, 균일한 대두유 입자경을 갖는 에멀전을 얻는 것에 성공하였다. 오오즈카 전자사 제조의 입경 측정 장치, 형식: PAR-Ⅲ를 사용하여 입자경을 측정한 결과, 평균 입자경 30.7미크론, 변동률 2.0%가 되어, 매우 균일한 입자를 갖는 에멀전을 제조할 수 있음을 확인하였다.

에멀전의 제조에 있어서, 금속제 기관으로부터 입자가 단리되는 과정을 CCD 카메라에 녹화하여, 입자 제조 효율을 확인한 결과, 80 ~ 90개/초인 것이 확인되었다. 유체 유로의 출구측의 구멍 치수가 기관을 관통하는 구멍 치수보다 큰 것이, 연속상을 유체 유로의 출구측에 도입하기 쉬워지고, 입자를 단리하는 능력이 더욱 우수하며, 제조되는 입자경이 작아지는 것이 확인되었다.

[관통공을 갖는 금속제 기관 D를 사용한 수중유 단분산 미립자의 제조]

기관으로서 금속제 기관 D를 후술하는 제조 장치에 장착하고, 분산상(오일)으로서 대두유, 연속상(물)으로서 순수를 사용한 유중수 단분산 미립자의 제조 시험을 실시하였다. 금속제 기관의 물에 대한 접촉각이 21°로 낮기 때문에, 유체 유로의 출구에서, 분산상(오일)인 대두유가, 기관과 젓지 않고 단리되고, 균일한 대두유 입자경을 갖는 에멀전을 얻는 것에 성공하였다. 오오즈카 전자사 제조의 입경 측정 장치, 형식: PAR-Ⅲ를 사용하여 입자경을 측정한 결과, 평균 입자경 28.6미크론, 변동률 1.5%가 되어, 매우 균일한 입자를 갖는 에멀전을 제조할 수 있음을 확인하였다.

에멀전의 제조에 있어서, 금속제 기관으로부터 입자가 단리되는 과정을 CCD 카메라에 녹화하여, 입자 제조 효율을 확인한 결과, 90 ~ 100개/초인 것이 확인되었다. 유체 유로의 출구측의 구멍 치수가 기관을 관통하는 구멍 치수보다 크고, 또한 인접하는 관통공과 연통하는 것이, 연속상을 유체 유로의 출구측에 더욱 도입하기 쉬워지고, 입자를 단리하는 능력이 우수하며, 제조되는 입자경이 작아지는 것이 확인되었다.

[마이크로스피어의 제조 장치의 구성예]

도 11은 마이크로스피어의 제조 장치의 구성예를 나타낸다. 관통공을 갖는 금속제 기관(10)은, MC 모듈(100)내에 고정되어 있다. MC 모듈(100)에서는, 복수의 스페이서(11)나 플레이트(12)를 부착하여 구성된다. 플레이트(12)는 예를 들어 유리판이다. MC 모듈(100)에 있어서 금속성 기관(10)의 하방에는, 상부에 형성된 리저버(200; 탱크)내의 분산상이 흐르는 액밀한 제 1 유로(101)가 플레이트(12)를 고리상으로 함으로써 형성되어 있다. 또한, 금속제 기관(10)의 상방에는, 상부에 형성된 펌프(300)로부터 연속상과 에멀전이 흐르는 액밀한 제 2 유로(102)가 플레이트(12)를 고리상으로 함으로써 형성되어 있다. 외부로부터 대물렌즈(402)를 통하여 CCD 카메라(401) 등의 광학적 관측 장치에 의하여 제 2 유로(102)내에서의 마이크로스피어의 생성이 정상적으로 이루어지고 있는지 등을 감시할 수 있고, 구동 압력

의 변동에 수반한 마이크로스피어의 제조 속도를 정밀하게 제어하는 것이 가능하다. CCD 카메라 (401) 에 의하여 촬상된 화상은, 모니터 (403) 에 표시된다. 이상의 구성의 장치를 사용하여 마이크로스피어를 생성하려면, 리저버 (200) 내의 분산상을 제 1 유로 (101) 내에 소정의 압력으로 공급하고, 이와 동시에 펌프 (300) 에 의하여 연속상을 제 2 유로 (102) 내에 소정의 압력으로 공급한다. 그러면, 제 2 유로 (102) 내의 압력보다 제 1 유로 (101) 내의 압력이 통상적으로 높게 설정 (통상적으로 0.5 ~ 2KPa 정도) 되어 있기 때문에, 제 1 유로 (101) 내의 분산상은, 금속성 기관 (10) 의 관통공 (7) 을 통하여, 마이크로스피어로 되어 연속상 중에 분산되고, 에멀전이 형성된다. 형성된 에멀전은, 배관 (13) 을 통하여 리저버 등에 회수된다.

산업상 이용 가능성

본 발명에 관련되는 마이크로스피어의 제조 방법은, 식품 공업, 의약 혹은 화장품 제조 등에 이용되는 에멀전, DDS 용 에멀전, 마이크로 캡슐, 이온 교환 수지, 크로마토그래피 담체 등의 제조에 적용할 수 있다.

도면의 간단한 설명

도 1a 는, 본 발명에 있어서, 관통공을 갖는 금속제 기관을 형성하는 공정을 나타내는 모식도이다.

도 1b 는, 본 발명에 있어서, 관통공을 갖는 금속제 기관을 형성하는 공정을 나타내는 모식도이다.

도 1c 는, 본 발명에 있어서, 관통공을 갖는 금속제 기관을 형성하는 공정을 나타내는 모식도이다.

도 1d 는, 본 발명에 있어서, 관통공을 갖는 금속제 기관을 형성하는 공정을 나타내는 모식도이다.

도 1e 는, 본 발명에 있어서, 관통공을 갖는 금속제 기관을 형성하는 공정을 나타내는 모식도이다.

도 1f 는, 본 발명에 있어서, 관통공을 갖는 금속제 기관을 형성하는 공정을 나타내는 모식도이다.

도 2a 는, 본 발명에 있어서, 관통공을 갖는 금속제 기관을 형성하는 공정을 나타내는 모식도이다.

도 2b 는, 본 발명에 있어서, 관통공을 갖는 금속제 기관을 형성하는 공정을 나타내는 모식도이다.

도 2c 는, 본 발명에 있어서, 관통공을 갖는 금속제 기관을 형성하는 공정을 나타내는 모식도이다.

도 2d 는, 본 발명에 있어서, 관통공을 갖는 금속제 기관을 형성하는 공정을 나타내는 모식도이다.

도 2e 는, 본 발명에 있어서, 관통공을 갖는 금속제 기관을 형성하는 공정을 나타내는 모식도이다.

도 2f 는, 본 발명에 있어서, 관통공을 갖는 금속제 기관을 형성하는 공정을 나타내는 모식도이다.

도 2g 는, 본 발명에 있어서, 관통공을 갖는 금속제 기관을 형성하는 공정을 나타내는 모식도이다.

도 2h 는, 본 발명에 있어서, 관통공을 갖는 금속제 기관을 형성하는 공정을 나타내는 모식도이다.

도 3a 는, 본 발명에 있어서, 마이크로스피어의 제조 효율을 높이기 위한, 관통공의 형상으로 다단 구조를 실시하였을 때의 모식도이다.

도 3b 는, 본 발명에 있어서, 마이크로스피어의 제조 효율을 높이기 위한, 관통공의 형상으로 다단 구조를 실시하였을 때의 모식도이다.

도 3c 는, 본 발명에 있어서, 마이크로스피어의 제조 효율을 높이기 위한, 관통공의 형상으로 다단 구조를 실시하였을 때의 모식도이다.

도 3d 는, 본 발명에 있어서, 마이크로스피어의 제조 효율을 높이기 위한, 관통공의 형상에 관하여, 마이크로스피어 형성층 주위에 오목 조형을 실시하였을 때의 모식도이다.

도 3e 는, 본 발명에 있어서, 마이크로스피어의 제조 효율을 높이기 위하여, 관통공의 형상에 관하여, 마이크로스피어 형성층 주위에 오목 조형을 실시하였을 때의 모식도이다.

도 4a 는, 도 1a ~ 1f 에 나타내는 공정에 의하여 제조된 관통형 금속 구조체의 외형도이다.

도 4b 는, 도 1a ~ 1f 에 나타내는 공정에 의하여 제조된 관통형 금속 구조체의 외형도이다.

도 4c 는, 도 1a ~ 1f 에 나타내는 공정에 의하여 제조된 관통형 금속 구조체의 외형도이다.

도 5 는, SEM 에 의한 관통형 금속 구조체의 외관 및 미세 구조도이다.

도 6 은, SEM 에 의한 관통형 금속 구조체의 외관 및 미세 구조도이다.

도 7 은, SEM 에 의한 관통형 금속 구조체의 외관 및 미세 구조도이다.

도 8a 는, 도 2a ~ 2h 에 나타내는 공정에 의하여 제조된 관통형 금속제 기관의 외형도이다.

도 8b 는, 도 2a ~ 2h 에 나타내는 공정에 의하여 제조된 관통형 금속제 기관의 외형도이다.

도 8c 는, 도 2a ~ 2h 에 나타내는 공정에 의하여 제조된 관통형 금속제 기관의 외형도이다.

도 9a 는, 도 2a ~ 2h 에 나타내는 공정에 의하여 제조된 관통형 금속제 기관의 외형도이다.

도 9b 는, 도 2a ~ 2h 에 나타내는 공정에 의하여 제조된 관통형 금속제 기관의 외형도이다.

도 9c 는, 도 2a ~ 2h 에 나타내는 공정에 의하여 제조된 관통형 금속제 기관의 외형도이다.

도 10a 는, 도 2a ~ 2h 에 나타내는 공정에 의하여 제조된 관통형 금속제 기관의 외형도이다.

도 10b 는, 도 2a ~ 2h 에 나타내는 공정에 의하여 제조된 관통형 금속제 기관의 외형도이다.

도 10c 는, 도 2a ~ 2h 에 나타내는 공정에 의하여 제조된 관통형 금속제 기관의 외형도이다.

도 11 은, 마이크로스피어 제조 장치의 모식도이다.

부호의 설명

1 : 기관

2 : 레지스트층

3 : 마스크

4 : 레지스트 패턴

5 : 도전막

6 : 금속 구조체

7 : 관통공

10 : 관통공을 갖는 금속제 기관

발명을 실시하기 위한 최선의 형태

이하, 본 발명을 상세하게 설명한다.

본 형태의 관통공을 갖는 금속제 기관의 관통공의 치수는, 식품 공업, 의약 혹은 화장품 제조 등에 이용되는 에멀전, DDS 용 에멀전, 마이크로 캡슐, 이온 교환 수지, 크로마토그래피 담체 등의 용도에 따라 선택하는 것이 바람직하다.

관통공으로부터 연속상 증으로 압출되는 분산상의 계면에 불균일한 전단력이 작용하면, 분산상이 분리되어 마이크로스피어로 되는 계기가 용이하게 얻어지고, 균일한 입경의 마이크로스피어를 제조할 수 있다. 이것은, 관통공의 개구 형상을 슬롯상 등의 변형을 갖는 형상으로 함으로써 달성할 수 있다. 즉, 분산상이 관통공으로부터 압출될 때에, 그 변형에서 기인하여 계면에 대하여 수직으로 외측으로부터 내측 방향의 힘의 크기에 분포가 발생함으로써, 분산상과 연속상의 계면 상태가 불안정해지고, 계면의 전단이 촉진되어, 미세하고 균질한 마이크로스피어가 생성된다.

따라서, 분산상을 연속상으로 압출하는 개구 형상은, 원형 또는 원형에 가까운 형상, 정방형 또는 정방형에 가까운 형상보다, 타원형 또는 장방형의 형상을 갖는 것이 개구부로부터 분산상이 분리되는 계기가 얻어진다는 점에서 바람직하다. 장방형(타원형)의 짧은 변(짧은 직경)과 긴 변(긴 직경)의 비는, 1:1 ~ 1:20의 범위인 것이 바람직하고, 1:2 ~ 1:10의 범위에서 선택하는 것이 보다 바람직하다.

마이크로스피어로서 에멀전 등을 목적으로 하는 경우에는, 예를 들어, 분산상 및 연속상 둘다 액체로 하고, 또한 분무 건조 등을 목적으로 하는 경우에는, 분산상은 액체로 연속상은 기체로 한다.

관통공을 갖는 금속제 기관의 관통공은, 레이저 디스크, 미니 디스크 등의 기록 미디어, 도광체 등의 광학 상품의 제조에 있어서, 요철 패턴을 갖는 스템퍼(원반)를 제조하는 기술에 의하여 제조되고, 매우 미세하고 고정밀의 치수를 실현하는 것이 가능하다. 관통공의 폭은, 사용하는 용도에 따라, 0.5 ~ 500 μm 의 범위에서 선택하는 것이 바람직하고, 1 ~ 250 μm 의 범위에서 선택하는 것이 보다 바람직하다. 관통공의 폭이란, 예를 들어, 관통공이 원형인 경우에는 직경이고, 타원형인 경우에는 단경이며, 또한 장방형인 경우에는 단변으로 하여 설정한다.

관통공의 깊이는, 10 μm ~ 6000 μm 의 범위 내에서 선택하는 것이 바람직하고, 30 μm ~ 3000 μm 의 범위에서 선택하는 것이 보다 바람직하다.

관통공의 폭과 깊이의 비(폭/깊이)는, 1 ~ 1/30의 범위에서 선택하는 것이 바람직하고, 1 ~ 1/20의 범위에서 선택하는 것이 보다 바람직하다.

관통공을 갖는 금속제 기관의 친수, 소수성에 따라 제조하는 마이크로스피어의 타입을 변경하는 것이 가능하다. 즉, 친수성 플레이트를 사용한 경우에는 O/W형(수중 유형)의 마이크로스피어, 소수성 플레이트를 사용한 경우에는 W/O형(유중 수형)의 마이크로스피어를 제조할 수 있다. 관통공을 갖는 금속제 기관의 친수화, 소수화 처리는, 금속제 기관의 표면에, 유기, 또는 도금 등에 의한 무기 재료의 퇴적에 의하여 가능해진다.

일반적으로, 재료 표면이 습윤성을 개질하는 기술은, 화학적 처리 기술, 물리적 처리 기술로 대별된다. 화학적 처리 기술로는, 약품 처리, 용제 처리, 커플링제 처리, 모노머 코팅, 폴리머 코팅, 무기 재료 코팅, 증기 처리, 표면 그래프트화, 전기 화학적 처리, 양극 산화 등을 들 수 있다. 한편, 물리적 처리 기술로는, 자외선 조사 처리, 플라즈마 접촉 처리, 플라즈마 제트 처리, 플라즈마 중합 처리, 증착 중합 처리, 열산화 처리, 이온 빔 처리, 기계적 처리 등을 들 수 있다.

관통공을 갖는 금속제 기관을 사용한 마이크로스피어의 제조 방법에 있어서, 관통공의 형상이 다단 구조를 가짐으로써, 마이크로스피어의 제조 효율을 더욱 높이는 것이 가능해진다.

마이크로스피어를 안정적으로 생성하려면 분산상 계면이 전단될 때에, 계면의 주위에 존재하는 연속상이 계면을 향하여 이동·공급되는 것이 필요하기 때문에, 어느 정도의 비율로 연속상이 계면의 주위에 존재하는 것이 필요하다. 또한, 생성한 마이크로스피어를 회수하기 위해서도 연속상의 공급이 필요함과 함께, 연속상의 유속을 변화시킴으로써 에멀전 중의 분산상의 비율을 임의로 설정할 수 있다.

마이크로스피어의 제조 효율을 높이기 위해서는, 분산상 계면이 전단될 때에, 계면의 주위에 존재하는 연속상이, 개구부의 계면을 향하여 적극적으로 공급되는 형상을 갖는 것이 필요하다. 개구부의 계면을 향하여 적극적으로 연속상을 공급하는 방법으로서, 관통공의 개구측 구멍 치수를, 그 앞측의 구멍 치수보다 크게 함으로써, 적극적으로 연속상을 도입하는 것이 가능해지고, 마이크로스피어의 제조 효율을 높이는 것이 가능해진다.

또한, 관통공의 개구측 구멍 치수를, 그 앞측의 구멍 치수보다 크게 함으로써, 개구부의 계면의 내부에 연속상을 도입할 수 있고, 분산상 계면의 전단을 적극적으로 실시할 수 있으며, 게다가 마이크로스피어의 제조 효율을 높이는 것이 가능해진다.

관통공의 개구측 구멍 치수를, 그 앞측의 구멍 치수보다 크게 한 경우, 분산상 계면의 전단을 적극적으로 실시하는 효과에 의하여, 분산상을 연속상으로 압출한다. 개구측의 앞측의 개구 형상은, 원형 또는 원형에 가까운 형상, 정방형 또는 정방형에 가까운 형상이어도 된다.

관통공을 갖는 금속제 기관을 사용한 마이크로스피어의 제조 방법에 있어서, 마이크로스피어 형성측 주위에 오목 조형을 가짐으로써, 마이크로스피어의 제조 효율을 더욱 높이는 것이 가능해진다. 마이크로스피어가 형성되는 관통공의 개구측 주위에 오목 조형을 실시함으로써, 적극적으로 연속상을 도입하는 것이 가능해지고, 마이크로스피어의 제조 효율을 높이는 것이 가능해진다.

관통공 전체의 깊이가, 예를 들어 50 μ m 로 얇은 경우, 개구측 구멍 치수를 그 앞측의 구멍 치수보다 크게 하면, 마이크로스피어 형성을 위한 분산상 공급 압력 범위가 좁아지고, 마이크로스피어를 안정적으로 제조하는 것이 용이하지 않은 경우가 있기 때문에, 관통공의 개구측 주위에 오목 조형을 실시하는 것을 선택하는 것이 바람직하다.

도 3a ~ 도 3e 에, 마이크로스피어의 제조 효율을 높이기 위한, 관통공의 형상이 다단 구조, 또는 마이크로스피어 형성측 주위에 오목 조형을 실시한 경우의 구조예를 나타낸다. 도 3a 에 나타내는 관통공 (7) 의 단면 형상은 사각형, 도 3b 및 도 3c 에 나타내는 관통공 (7) 의 단면 형상은 원형이다.

도 3a ~ 도 3c 에 다단 구조의 예를 나타내고 있지만, 관통공 (7) 의 형상은 특별히 제한 없이, 예를 들어, 사각형, 원형, 타원형 등이어도 되고, 이들의 조합이어도 된다. 그리고, 관통공 (7) 의 연속상측 (분산상 출구 ; 8) 의 형상에 대해서도 특별히 제한되지 않지만, 입자의 단리 효율을 더욱 높이는 관점에서, 그 앞 (내측) 의 관통공 (7) 의 크기보다 큰 것이 중요해진다. 예를 들어, 관통공 (7) 의 연속상측 (분산상 출구 ; 8) 의 크기는, 그 앞 (내측) 의 관통공의 크기보다 약간 크게 함으로써 제조 효율을 향상시킬 수 있다. 또한 연속상측 (분산상 출구 ; 8) 의 관통공의 형상으로는, 도 3c 와 같이 인접하는 관통공과 연결되어 있어도 된다. 이들의 경우에는, 연속상을 관통공측에 공급하는 것이 보다 용이해지고, 마이크로스피어의 제조 효율을 비약적으로 높이는 것이 가능해진다. 게다가 관통공 (7) 의 다단 구조로는, 금속제 기관의 제조상 특별히 제약이 없는 한 한정되지 않지만, 상기의 도면과 같이 2단 구조이어도 되고, 3단 이상의 것이어도 된다.

또한, 본 발명에 있어서, 도 3d 및 도 3e 에 나타내는 바와 같이 마이크로스피어 형성측인 연속상측 (분산상 출구 ; 8) 의 주위에, 오목 조형을 실시하는 것으로도, 마이크로스피어의 제조 효율을 보다 높이는 것을 기대할 수 있다. 예를 들어, 도 3d 에서는 복수의 장방형 관통공의 양 사이트에 장방형 형상의 패임 (즉 오목 조형 ; 9) 을 형성하고, 또한, 도 3e 에서는 복수의 긴 타원형 관통공 (7) 의 양 사이트에 장방형 형상의 패임 (즉 오목 조형 ; 9) 을 형성하고 있지만, 이 오목 조형의 패임 (9) 의 형상 및 크기는 특별히 한정되지 않고, 관통공 (7) 의 배치에 의하여 적절하게 조정하여 형성할 수 있다. 오목 조형의 배치로는, 관통공 (7) 의 형상에 영향을 주지 않는 범위에서 관통공 (7) 의 근방에 형성할 수 있고, 예를 들어 관통공 (7) 의 양 사이트에 형성된 오목 조형을 일부분에서 연결하고 있어도 된다.

관통공을 갖는 금속제 기관을 사용한 마이크로스피어의 제조 방법에 있어서, 관통공을 형성한 금속제 기관을 복수 매 구비함으로써, 마이크로스피어의 생산성을 높이는 것이 가능해진다.

특히, 공업적인 규모로서, 1 ~ 100톤/년의 생산량이 요구되는 경우, 관통공을 갖는 금속제 기관의 대면적화, 또한 복수 매 구비함으로써 달성할 수 있다.

금속제 기관이, 2종 이상의 형상의 관통공을 가짐으로써, 마이크로스피어의 제조 효율을 높이는 것이 가능해진다. 1매의 관통공을 갖는 금속제 기관에, 1종만의 구멍 형상을 갖고 있는 경우, 1종류의 입자경을 갖는 마이크로스피어 밖에 제조할 수 없다. 공업 용도 등의 실사용에 있어서, 여러 종류의 입자경을 갖는 마이크로스피어가 필요한 경우, 2종 이상의 형상의 관통공을 갖는 금속제 기관을 사용함으로써, 마이크로스피어의 제조 효율을 높이는 것이 가능해진다.

관통공을 갖는 금속제 기판을 사용한 마이크로스피어의 제조 장치에 있어서, 관통공을 형성한 금속제 기판의 적어도 1면에, 금속제 기판을 지지하는 지지 플레이트를 구비함으로써, 마이크로스피어의 생산성을 높이는 것이 가능해진다.

관통공을 형성한 금속제 기판의 깊이 (금속제 기판의 두께) 가, 예를 들어 40 μ m ~ 80 μ m 로 얇은 경우, 마이크로스피어의 형성 가능한 압력 범위는 좁아지고, 분산상의 송액 압력이 상한을 초과하면, 분산상 계면에서 전단되는 것보다 빠르게 분산상이 공급되기 때문에, 연속상으로 분산상이 분출되는 결과가 된다. 마이크로스피어의 형성 압력 범위는, 제조한 금속제 기판에, 동일한 관통공을 갖는 지지 플레이트를 1매, 또는 복수 매 중첩시키거나, 접합시킴으로써 넓게 하는 것이 가능해진다. 마이크로스피어의 형성은, 분산상 계면에서 전단되는 개구부의 형상, 치수에 좌우되기 때문에, 지지 플레이트측의 관통공의 치수는, 금속제 기판과 동 치수이거나, 또는 커도 되고 작아도 된다.

또한, 금속제 기판을 지지하는 지지 플레이트를 가짐으로써, 금속제 기판의 핸들링성, 내구성을 높이는 것도 가능해진다.

레지스트 패턴 형성 단계에서 형성되는 미세 볼록 패턴의 폭, 형상, 높이가, 관통공을 갖는 금속성 기판에 있어서의 관통공의 폭, 형상, 깊이가 된다.

미세 볼록 레지스트 패턴 형성 방법은, 레이저 디스크, 미니 디스크 등의 기록 미디어, 도광체 등의 광학 상품의 제조에 있어서, 매우 미세하고 고정밀의 요철 패턴을 갖는 스탬퍼 (원반) 를 제조하는 기술을 더욱 고도로 높인 것이다.

미세 볼록 레지스트 패턴으로부터, 도금에 의하여 관통형 금속 구조체를 얻는 공정에서는, 도금에 의한 금속 구조체의 퇴적 시간을 제어함으로써, 원하는 두께를 갖는 관통형 금속 구조체를 얻을 수 있고, 실제 사용, 및 반복 세정에 있어서, 기계 강도, 내구성이 매우 우수한 관통공을 갖는 금속제 기판을 얻는 것이 가능해진다.

그리고, 금속제 기판에 형성하는 관통공의 수는, 강도상 지장이 없으면 특별히 한정되지 않지만, 1cm² 당 통상 1 ~ 1,000,000개, 바람직하게는 1 ~ 500,000개이다. 예를 들어, 외형 치수가 종 4cm × 횡 4cm 의 관통공 에어리어에 있어서, 한 번에 10만개 이상의 관통공을 얻을 수 있다. 목적 용도에 따라서, 레지스트 패턴 형성 단계에서 형성되는 미세 볼록 패턴을 고밀도로 배치하고, 20만개 이상을 형성하는 경우에 있어서도, 실제 사용, 및 반복 세정에 있어서의 내구성에 문제가 없고 실용성이 우수한 금속제 기판을 얻을 수 있다.

또한, Φ 5인치 (직경 125mm) 이상의 대면적 레지스트 패턴 형성, 및 도금에 의한 금속 구조체의 퇴적을 실시함으로써, 여러 개의 관통형 금속 구조체를 제조할 수 있고, 대폭적으로 제조 비용을 저감하는 것도 가능하다.

원하는 관통공 깊이를 갖는 금속성 기판을 제조하려면, 레이저 디스크, 미니 디스크 등의 기록 미디어 제조에 있어서의 미세 볼록 레지스트 패턴 형성 방법을 더욱 높이는 것이 필요하다. 기록 미디어 등의 제조에서는, 미세 볼록 레지스트 패턴의 높이는, 1 ~ 3 μ m 로 낮기 때문에, 특별한 문제는 발생하지 않는다.

그러나, 예를 들어, 미세 볼록 레지스트 패턴의 폭을 3 μ m 로 하고, 10 μ m 이상의 높이를 갖는 미세 레지스트 패턴을 형성하고자 하면, 현상 공정에 있어서, 상층에서부터 하층으로 현상이 진행된 단계에서 상층의 미세 볼록 레지스트 패턴이 변형, 나아가 붕괴되는 문제가 발생하는 경우가 있다. 또한, 현상 공정에 있어서 에스펙트 (높이/폭의 비) 가 높아지기 때문에, 미세 볼록 레지스트 패턴이 도피되는 문제도 발생하는 경우가 있다.

현상 공정에 있어서, 상층에서부터 하층으로 현상이 진행된 단계에서 상층의 미세 볼록 레지스트 패턴이 변형, 나아가 붕괴되는 문제를 해결하려면, 미세 볼록 레지스트 패턴 형성 단계에 있어서, 레지스트층이 원하는 높이를 갖는 구조체로 형성될 때까지, 여러 차례에 걸쳐 레지스트층의 형성, 노광을 반복할 때, 상층에 있어서의 현상액의 용해성을 하층보다 작게 함으로써 가능해진다.

상층의 레지스트층의 베이킹에 필요한 열량 (온도, 시간) 을 하층보다 크게 함으로써, 상층의 용해성을 하층보다 작게 할 수 있다. 예를 들어, 하층은 핫 플레이트를 사용하여 베이킹한 후, 상층은, 상층측의 선택적인 베이킹이 가능한 클린 오븐 (열풍 건조기) 을 사용함으로써 가능해진다.

사용하는 레지스트 재료가 광경화성 레지스트 (네거티브 레지스트) 인 경우, 상층의 노광량을 하층보다 크게 함으로써 상층의 용해성을 하층보다 작게 할 수 있다. 화학 증폭형 네거티브 레지스트를 사용하는 경우에는, 상층의 노광량을 하층보다 높이는 것에 추가로, 상층의 노광 후의 열처리량 (온도, 시간) 을 하층보다 크게 함으로써 가능해진다.

현상 공정에 있어서 에스펙트 (높이/폭의 비) 가 높아지기 때문에, 미세 블록 레지스트 패턴이 도피되는 문제를 해결하려면, 상기 서술한 방법을 선택함과 함께, 여러 차례에 걸쳐 레지스트층의 형성, 노광을 반복할 때, 하층의 패턴 형상 (폭) 을 상층보다 약간 크게 함으로써 미세 블록 레지스트 패턴의 도피를 방지하는 것이 가능해진다.

하층의 패턴 형상 (폭) 을 상층보다 약간 크게 하려면, 예를 들어, UV 평행광 노광에 있어서, 하층 상면과 마스크의 간극을 1 ~ 50 μ m 로 한 프록시미티 노광으로 함으로써, 광의 산란을 이용하여, 실제의 마스크 패턴보다 하층의 패턴 형상 (폭) 을 크게 하는 방법, 또는 하층의 노광에 사용하는 마스크 치수를, 상층에 사용하는 마스크보다 크게 함으로써 가능해진다.

본 형태의 관통공을 갖는 금속성 기판은,

- (a) 기판 상으로의 레지스트층의 형성
- (b) 마스크를 사용한 레지스트층의 노광
- (c) 레지스트층의 열처리
- (d) 현상

을 실시하는 미세 블록 레지스트 패턴 형성 단계와, 상기 기판 상에 형성된 상기 미세 블록 레지스트 패턴에 따라,

- (e) 도금에 의한 금속 구조체의 퇴적
- (f) 레지스트의 제거

에 의하여, 관통공을 갖는 금속제 기판이 제조된다.

- (a) 기판 상으로의 레지스트층의 형성에 대하여 설명한다.

기판 상에 레지스트층을 형성하는 방법은 아무것도 한정되지 않지만, 일반적으로 스핀 코트 방식, 디핑 방식, 롤 방식, 드라이 필름 레지스트의 접합 등을 들 수 있다. 그 중에서도, 스핀 코트 방식은, 회전하고 있는 유리 기판 상에 레지스트를 도포하는 방법으로서, 직경 300mm 를 초과하는 유리 기판에 레지스트를 높은 평면도로 도포할 수 있다는 이점이 있다. 따라서, 높은 평면도를 실현할 수 있다는 관점에서, 스핀 코트 방식이 바람직하게 사용된다.

사용되는 레지스트에는 포지티브형 레지스트, 네거티브형 레지스트의 2종류가 있다. 모두, 레지스트의 감도, 노광 조건에 따라, 레지스트의 노광 가능한 심도가 변경되기 때문에, 예를 들어 UV 노광 장치를 사용한 경우, 노광 시간, UV 출력치를 레지스트 두께, 감도에 따라 종류를 선택하는 것이 바람직하다.

사용하는 레지스트가 웨트 레지스트인 경우, 예를 들어 스핀 코트 방식으로 소정의 레지스트 두께를 얻으려면, 스핀 코트 회전수를 변경하는 방법과, 점도 조정하는 방법이 있다.

스핀 코트 회전수를 변경하는 방법은, 스핀 코터의 회전수를 설정함으로써 원하는 레지스트 두께를 얻는 것이다. 점도 조정하는 방법은, 레지스트 두께가 두꺼운 경우, 또는 도포 면적이 커지면 평면도가 저하되는 것이 염려되기 때문에, 실제 사용에서 요구되는 평면도에 따라 점도를 조정하는 것이다.

예를 들어 스핀 코트 방식의 경우, 1회에 도포하는 레지스트층의 두께는, 높은 평면도를 유지하는 것을 고려하여, 바람직하게는 10 ~ 50 μ m, 더욱 바람직하게는, 20 ~ 50 μ m 의 범위 내인 것이 바람직하다. 높은 평면도를 유지하는데, 원하는 레지스트층의 두께를 얻기 위해서는, 복수의 레지스트층을 형성함으로써 가능해진다.

- (b) 마스크를 사용한 레지스트층의 노광에 대하여 설명한다.

마스크의 사양은 아무것도 한정되지 않지만, 예밀전 마스크, 크롬 마스크 등을 들 수 있다. 레지스트 패턴 형성 단계에서는, 사용하는 마스크에 따라 치수, 및 정밀도가 좌우되고, 그 치수, 및 정밀도는, 관통공을 갖는 금속성 기판에도 반영된다. 따라서, 관통공을 갖는 금속성 기판의 치수, 및 정밀도를 소정의 것으로 하기 위해서는, 마스크의 치수, 및 정밀도를 규정

할 필요가 있다. 마스크의 정밀도를 높이는 방법은 아무것도 한정하지 않지만, 예를 들어, 마스크의 패턴 형성에 사용하는 레이저 광원을 보다 파장이 짧은 것으로 변경하는 방법을 들 수 있는데, 설비 비용이 고액이고, 마스크 제조비가 고액이기 때문에, 관통형 금속 구조체가 실용적으로 요구되는 정밀도에 따라 적절하게 규정하는 것이 바람직하다.

마스크의 재질은 온도 팽창 계수, UV 투과 흡수 성능 면에서 석영 유리가 바람직하지만 비교적 고가이기 때문에, 관통형 금속 구조체가 실용적으로 요구되는 정밀도에 따라 적절하게 규정하는 것이 바람직하다.

노광에 사용되는 광원은 설비 비용이 저렴한 자외선 또는 레이저광인 것이 바람직하다. 싱크로트론 방사광은 노광 심도가 깊기는 하지만, 관련되는 설비 비용이 고액이고, 실질적으로 관통형 금속 구조체의 가격이 고액이 되어, 공업적으로 실용적이지 않지만, 이것에 의해서도 실현 가능하다.

노광 시간이나 노광 강도 등의 노광 조건은 레지스트층의 재질, 두께 등에 따라 변화되기 때문에, 얻어지는 패턴에 따라 적절하게 조절하는 것이 바람직하다.

특히 관통공의 폭, 형상의 치수, 및 정밀도에 영향을 주기 때문에, 노광 조건의 조절은 중요하다. 또한, 레지스트의 종류에 따라 노광 가능한 심도가 변경되기 때문에, 예를 들어 UV 노광 장치를 사용한 경우, 노광 시간, UV 출력치를 레지스트의 두께, 감도에 따라 선택하는 것이 바람직하다.

(c) 레지스트층의 열처리에 대하여 설명한다.

노광 후의 열처리는, 레지스트 패턴의 형상을 보정하기 위하여 어닐이라고 하는 열처리가 알려져 있다.

여기서는, 화학 가교를 목적으로 하고, 화학 증폭계 네거티브 레지스트를 사용한 경우에만 실시한다. 화학 증폭계 네거티브 레지스트란, 주로, 2성분계, 또는 3성분계로 이루어지며, 노광시의 광에 의하여, 예를 들어, 화학 구조 말단의 에폭시기가 개환, 열처리에 의하여 가교 반응시키는 것이다. 열처리 시간은, 예를 들어 막두께 100 μ m의 경우, 설정 온도 100 $^{\circ}$ C의 조건하에서는 수 분동안 가교 반응은 진행된다.

(d) 현상에 대하여 설명한다.

현상은 사용한 레지스트에 대응하는 소정의 현상액을 사용하는 것이 바람직하다. 현상 시간, 현상 온도, 현상액 농도 등의 현상 조건은 레지스트 두께나 패턴 형상에 따라 적절하게 조절하는 것이 바람직하다. 예를 들어, 현상 시간을 너무 길게 하면, 소정의 미세 볼록 레지스트 패턴 치수보다 작아지기 때문에, 적절하게 조건을 설정하는 것이 바람직하다.

(e) 도금에 의한 금속 구조체의 퇴적에 대하여 설명한다.

금속 구조체의 퇴적이란, 미세 볼록 레지스트 패턴 형성 단계에서 얻어진 레지스트 패턴을 따라 금속을 퇴적시키고, 금속 구조체의 오목면을 미세 볼록 레지스트 패턴을 따라 형성함으로써, 금속 구조체를 얻는 공정이다.

이 공정에서는, 미리 미세 볼록 레지스트 패턴을 따라 도전성 막을 형성한다. 그 도전성 막의 형성 방법은 특별히 한정되지 않지만, 바람직하게는 증착, 스퍼터링 등을 사용할 수 있다. 도전성 막에 사용되는 도전성 재료로는 금, 은, 백금, 구리, 니켈, 알루미늄 등을 들 수 있다.

도전성 막을 형성한 후, 미세 볼록 패턴을 따라 금속을 도금에 의하여 퇴적하여 금속 구조체를 형성한다. 금속을 퇴적시키는 도금 방법은 특별히 한정되지 않지만, 예를 들어 전해 도금, 무전해 도금 등을 들 수 있다. 무전해 도금에서는, 도전성 막의 형성은 불필요하다. 사용되는 금속은 특별히 한정되지 않지만, 니켈, 니켈-코발트 합금, 구리, 금을 들 수 있고, 경제성·내구성의 관점에서 니켈이 바람직하게 사용된다.

도금에 의한 금속 구조체의 퇴적 두께는, 미세 볼록 레지스트 패턴의 높이와 동일한 정도로 함으로써, 이후의 관통 구조를 얻기 위한 용해, 또는 연마에 있어서의 작업 시간을 짧게 할 수 있다.

금속 구조체는 그 표면 상태에 따라 연마해도 상관없다. 단, 오염물이 조형물에 부착되는 것이 염려되기 때문에, 연마 후, 초음파 세정을 실시하는 것이 바람직하다. 도금에 의하여 퇴적된 금속 구조체는 미세 볼록 레지스트 패턴으로부터 분리된다.

(f) 레지스트의 제거에 대하여 설명한다.

레지스트의 제거는, 금속 구조체에 부착된 미세 볼록 레지스트 패턴을 제거하기 위하여 실시한다. 레지스트의 제거는 사용한 레지스트에 대응하는 소정의 용해액을 사용하는 것이 바람직하다. 광가교형의 네거티브형 레지스트를 사용한 경우에는, 용해가 어려운 경우가 예측되기 때문에, 용해액의 온도를 높이거나, 교반 날개로 용해액을 교반하거나, 또는 사용하는 레지스트에 대한 용해성이 높은 유기 용제를 사용한 초음파 세정 등을 들 수 있다.

얻어진 금속 구조체의 도금층은, 폐색되어 있기 때문에, 산성 수용액에 의한 용해, 또는 연마에 의하여, 관통공을 갖는 금속체 기판을 얻을 수 있다.

관통공을 갖는 금속성 기판을 제조하기 위한 레지스트 패턴 형성 단계에 있어서, 미세 오목 패턴을 형성함으로써, 미세 볼록 패턴을 갖는 금속성 기판을 제조하고, 다시 한번 더 도금을 실시함으로써 관통공을 갖는 금속체 기판을 얻는 것도 가능하다. 이 경우, 미세 볼록 패턴을 갖는 금속 구조체를 형(型)으로서 반복 사용할 수 있고, 관통공을 갖는 금속성 기판의 제조 비용을 낮추는 것이 가능해진다.

마찬가지로, 제조한 미세 볼록 패턴을 갖는 금속 구조체에, 예를 들어, 캐스트 성형을 실시함으로써, 수지계 관통 기판을 얻는 것도 가능해진다. 수지 재료로는 특별히 한정되지 않지만, 예를 들어, 아크릴계 수지, 폴리락트산, 폴리글리콜산, 스티렌계 수지, 아크릴·스티렌계 공중합 수지 (MS 수지), 폴리카보네이트계 수지, 폴리에틸렌테레프탈레이트 등의 폴리에스테르계 수지, 폴리비닐알코올계 수지, 에틸렌·비닐알코올계 공중합 수지, 스티렌계 엘라스토머 등의 열가소성 엘라스토머, 염화비닐계 수지, 폴리디메틸실록산 등의 실리콘 수지, 아세트산비닐계 수지 (예를 들어, 상품명 : 엑세발), 폴리비닐부티랄계 수지 등을 들 수 있다.

미세 볼록 레지스트 패턴 형성 단계에 있어서, 미리 기판 상에 도전막을 퇴적하거나, 또는 도전성 기판을 사용함으로써, 금속 구조체에 부착된 미세 볼록 레지스트 패턴을 제거 후, 산성 수용액에 의한 용해, 또는 연마를 실시하지 않아도, 관통형 금속 구조체를 얻을 수 있고, 관통형 금속 구조체의 제조 비용을 낮추는 것이 가능해진다.

도전막을 퇴적한 기판, 또는 도전성 기판을 사용하여, 미세 볼록 레지스트 패턴을 형성한 경우, 미세 볼록 패턴의 주위는, 도전막이 노출되는 결과가 되고, 그대로 도금을 실시하면, 도전막이 노출된 부분에만 금속을 퇴적하게 되어, 관통형 금속 구조체를 제조할 수 있다. 기판 상의 도전막과 도금면의 밀착성은, 미세 볼록 레지스트 패턴의 형성에 의하여 도전막면의 전기 저항이 약간 높아져 있기 때문에 낮고, 용이하게 기판으로부터 관통형 금속 구조체를 박리할 수 있다.

기판 상에 도전막을 퇴적하는 방법은, 특별히 한정되지 않지만, 바람직하게는 증착, 스퍼터링 등을 사용할 수 있다. 도전성 막에 사용되는 도전성 재료로는 금, 은, 백금, 구리, 니켈, 알루미늄 등을 들 수 있다. 도전성 기판은, 특별히 한정되지 않지만 스테인리스, 알루미늄, 구리 등을 들 수 있다. 기판의 표면 거칠음, 관통형 금속 구조체의 표면 거칠음에 반영되기 때문에, 목적, 용도에 따라 경면(鏡面) 연마한 것을 사용하는 것이 바람직하다.

관통공의 깊이를 원하는 깊이로 하려면, 미세 볼록 레지스트 패턴의 높이가 원하는 높이를 갖는 것이 필요하다. 여러 차례에 걸쳐 레지스트층의 형성, 노광을 반복한 후, 현상을 실시함으로써, 원하는 높이의 미세 볼록 레지스트 패턴을 얻을 수 있다. 미세 볼록 레지스트 패턴의 높이가 높아지면, 현상 후에 미세 레지스트 패턴이 도괴될 가능성이 있다. 이것을 피하기 위해서는, 예를 들어, 2회에 걸쳐 레지스트층의 형성, 노광을 실시하는 경우, 2매의 마스크를 사용하여, 하층의 미세 볼록 레지스트 패턴의 치수를, 상층의 미세 볼록 레지스트 패턴보다 크게 함으로써 미세 레지스트 패턴의 도괴를 방지할 수 있다.

또한, 관통공의 형상을 다단 구조로 하는 경우, 예를 들어, 2회에 걸쳐 레지스트층의 형성, 노광을 실시하는 경우, 2종류의 마스크를 사용하여, 하층, 상층 각각 형상이 상이한 미세 볼록 레지스트 패턴을 형성하는 것이 가능해진다.

하층의 미세 볼록 레지스트 패턴과, 상층의 미세 볼록 레지스트 패턴에 있어서의 위치 관계를 원하는 설계대로 하기 위해서는, 마스크를 사용한 노광시에, 정확한 위치 맞춤을 실시하는 것이 필요하다.

위치 맞춤에는, 기판과 마스크의 동 위치에 절삭 가공을 실시하여 핀 고정하는 방법, 레이저 간섭계를 사용하여 위치 결정하는 방법, 기판과 마스크의 동 위치에 위치 마크를 제조, 광학 현미경으로 위치 맞춤을 하는 방법 등을 들 수 있다.

광학 현미경으로 위치 맞춤을 하는 방법은, 예를 들어, 포토리소그래피법으로 기판에 위치 마크를 제조하고, 마스크에는 레이저 묘화 장치로 위치 마크를 묘화한다. 광학 현미경을 사용한 수동 조작에 있어서도, 5 μ m 이내의 정밀도가 간단하게 얻어지는 점에서 유효하다.

미세 볼록 레지스트 패턴의 높이가 높아지면, 현상 공정에 있어서, 미세 볼록 레지스트 패턴의 상부의 치수가 하부보다 작아진다는 문제가 염려된다. 레지스트층을 복수 층 형성하는 경우, 각 레지스트층의 형성에 있어서, 감도가 상이한 레지스트를 단계로 나누어 형성하는 것이 바람직한 경우가 있다. 이 경우에는, 예를 들어, 상층의 레지스트의 감도를 저부에 가까운 층보다 높게 하는 것 등을 들 수 있다.

노광에 사용되는 광원은 설비 비용이 저렴한 자외선 또는 레이저광인 것이 바람직하다. 깊은 노광 심도가 얻어지는 싱크로트론 방사광은, 관련되는 설비 비용이 고액이고, 실질적으로 관통형 금속 구조체의 가격이 고액이 되어, 공업적으로 실용적이지 못하다.

관통형 금속 구조체의 관통공의 폭에 대한 치수 정밀도는, 공업적으로 재현하기 쉽다는 관점에서 $\pm 0.5 \sim 10\%$ 의 범위 내인 것이 바람직하다.

관통공을 갖는 금속제 기판을 사용한 마이크로스피어의 제조 장치에 있어서, 관통공의 연속상측 출구부의 적어도 일부에 있어서, 생성되는 마이크로스피어가 관찰 가능하게 되도록, 적어도 일부가 투명성을 갖는 플레이트를 연속상의 유로를 사이에 두고 구비함으로써, 마이크로스피어의 제조 속도를 정밀하게 제어하는 것이 가능해진다.

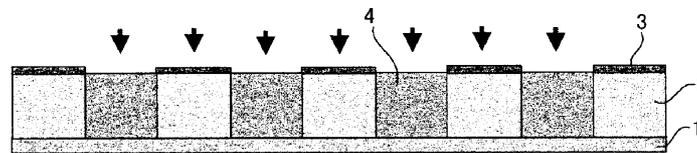
특히, 유리판 혹은 플라스틱판으로 이루어지는 투명 플레이트를 구비한 구성으로 함으로써, 외부로부터 CCD 카메라 등의 광학적 관측 장치를 통하여, 마이크로스피어의 형성 압력 범위 내에서 정상적으로 형성되고 있는지 등을 감시할 수 있고, 분산상 송액 압력 등의 변동에 수반한 마이크로스피어의 제조 속도를 정밀하게 제어하는 것이 가능하다.

도면

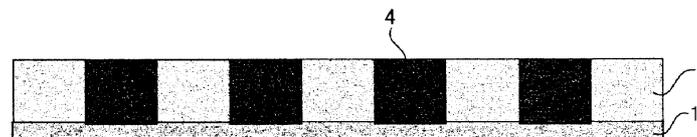
도면1a



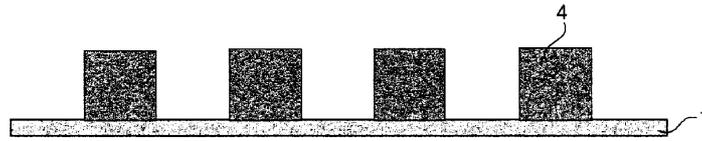
도면1b



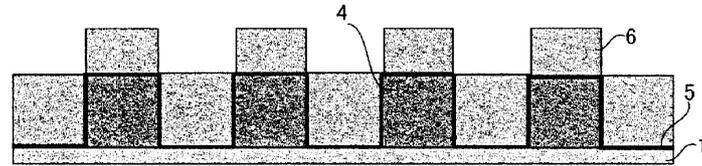
도면1c



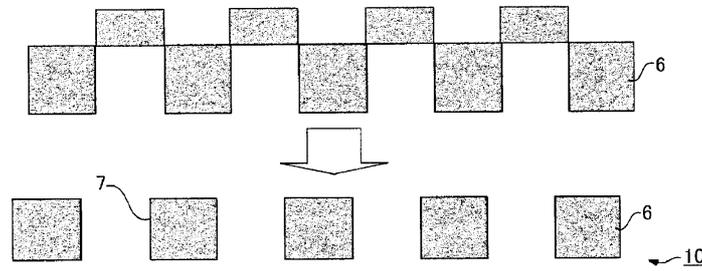
도면1d



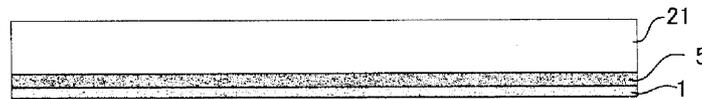
도면1e



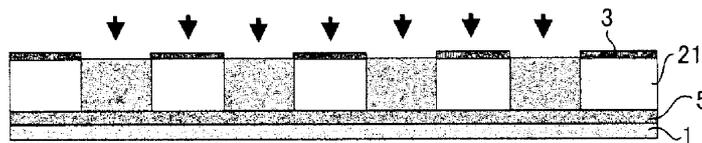
도면1f



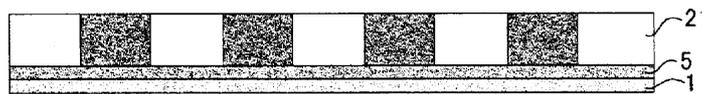
도면2a



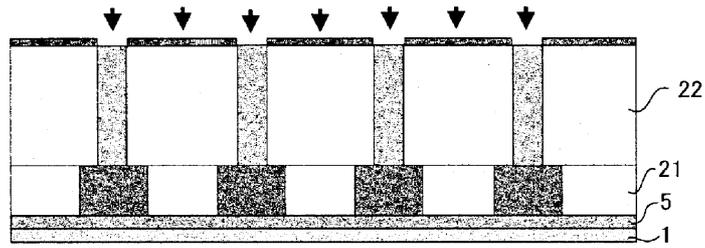
도면2b



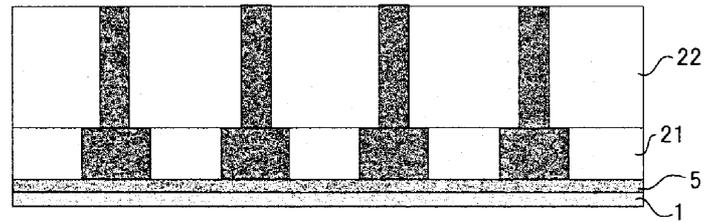
도면2c



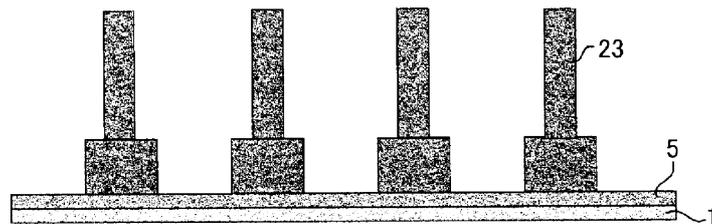
도면2d



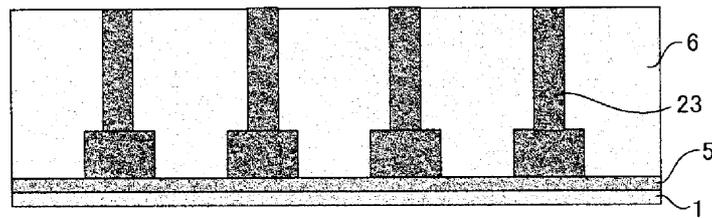
도면2e



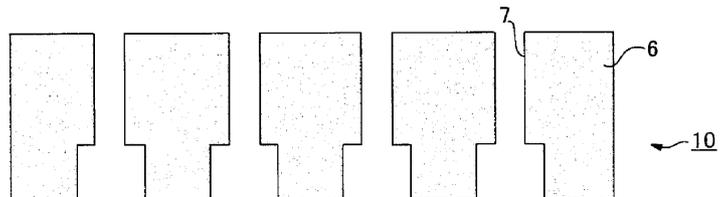
도면2f



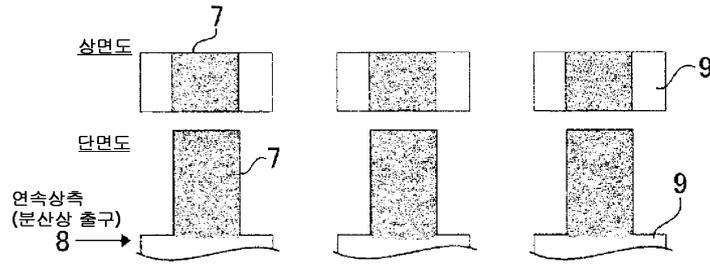
도면2g



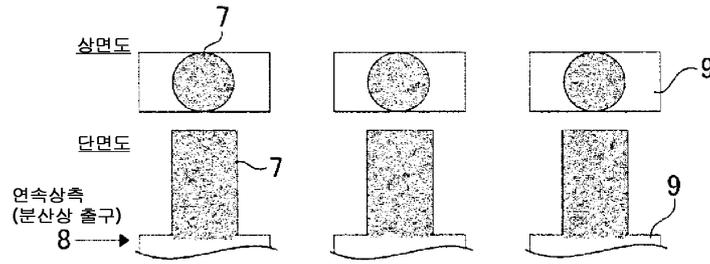
도면2h



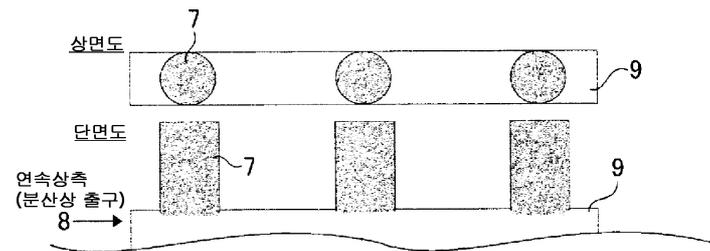
도면3a



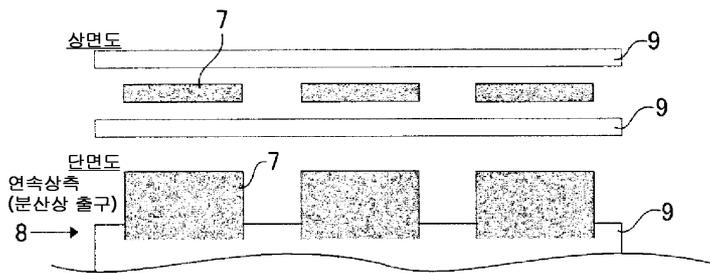
도면3b



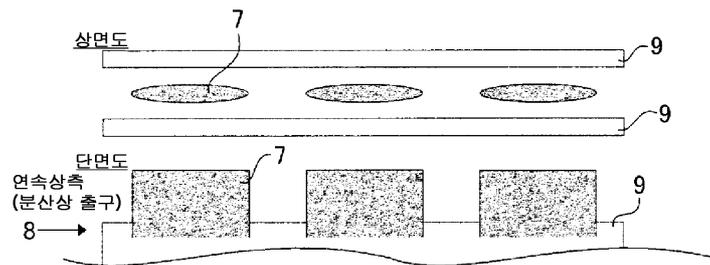
도면3c



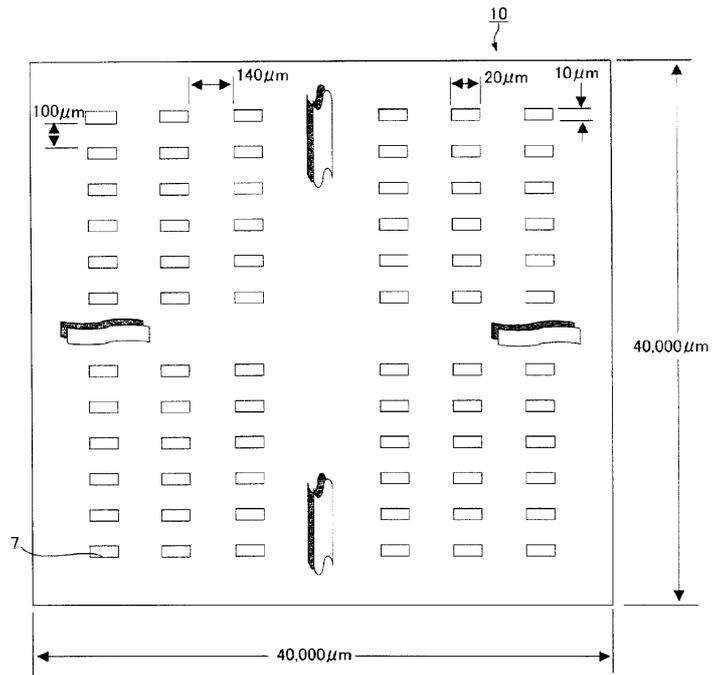
도면3d



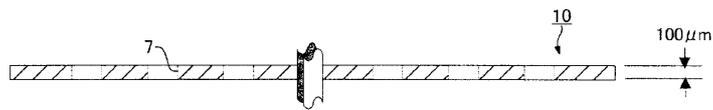
도면3e



도면4a



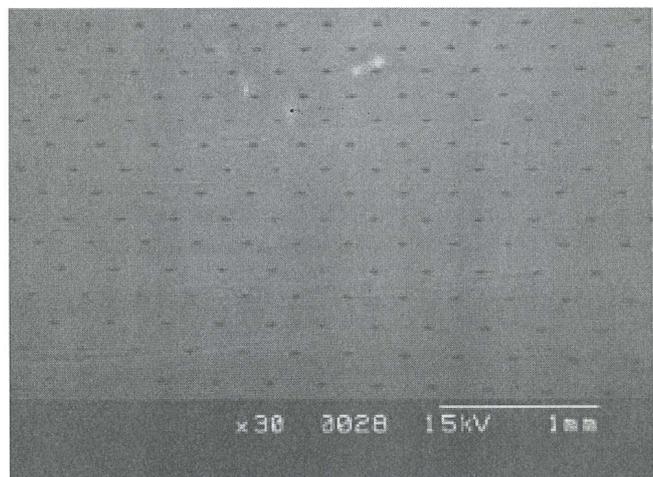
도면4b



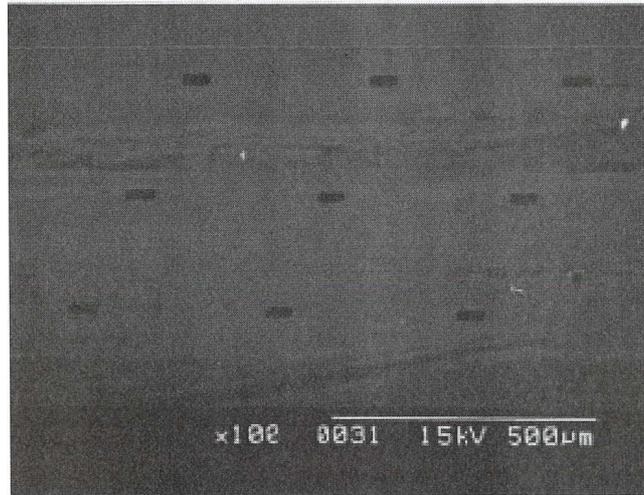
도면4c

	(종 × 횡)	합계
구멍수	300 × 200	60,000

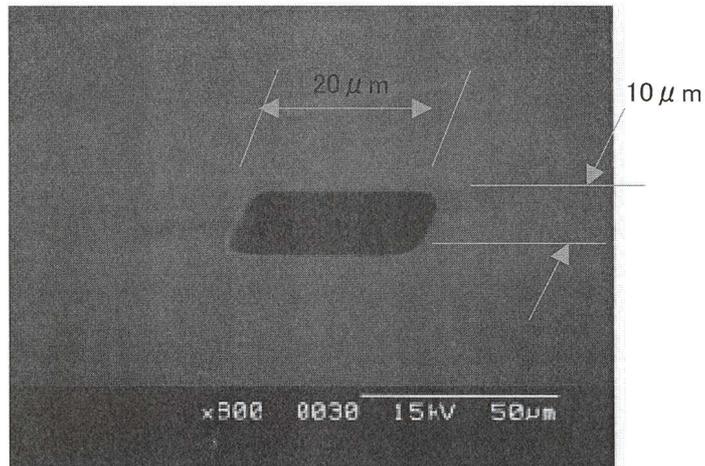
도면5



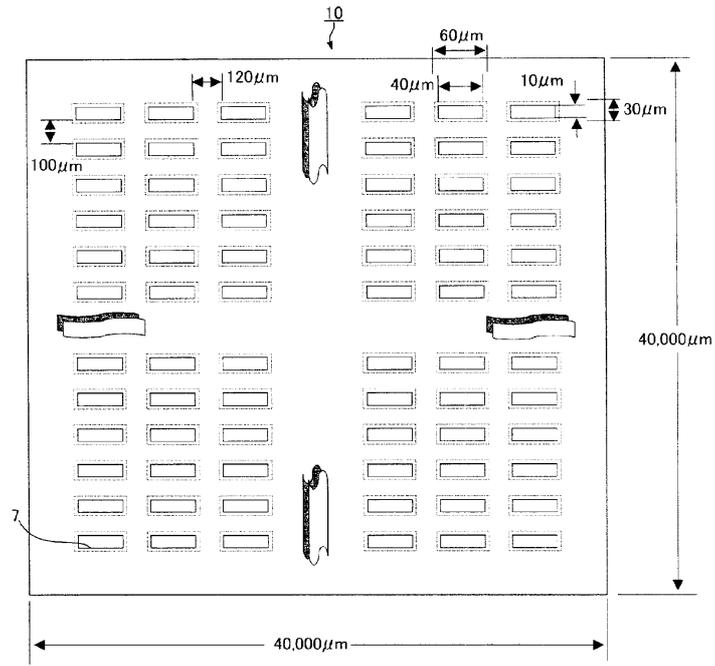
도면6



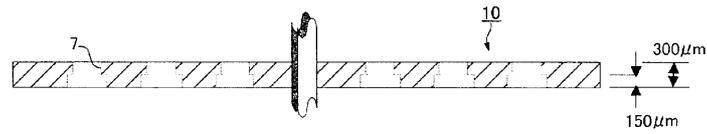
도면7



도면8a



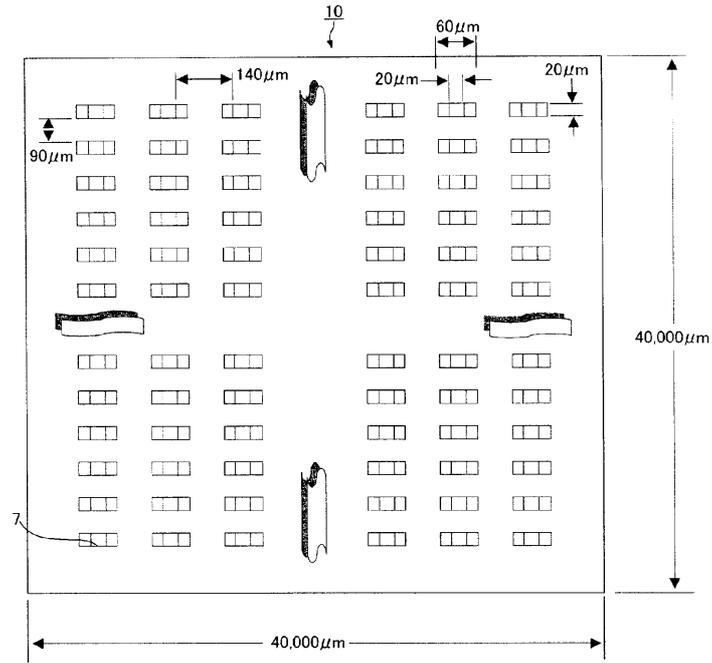
도면8b



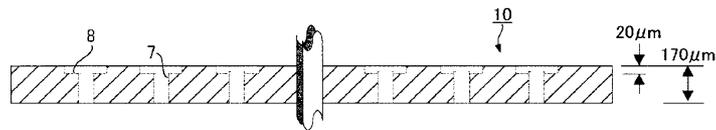
도면8c

	(종 × 횡)	합계
구멍수	300 × 200	60,000

도면9a



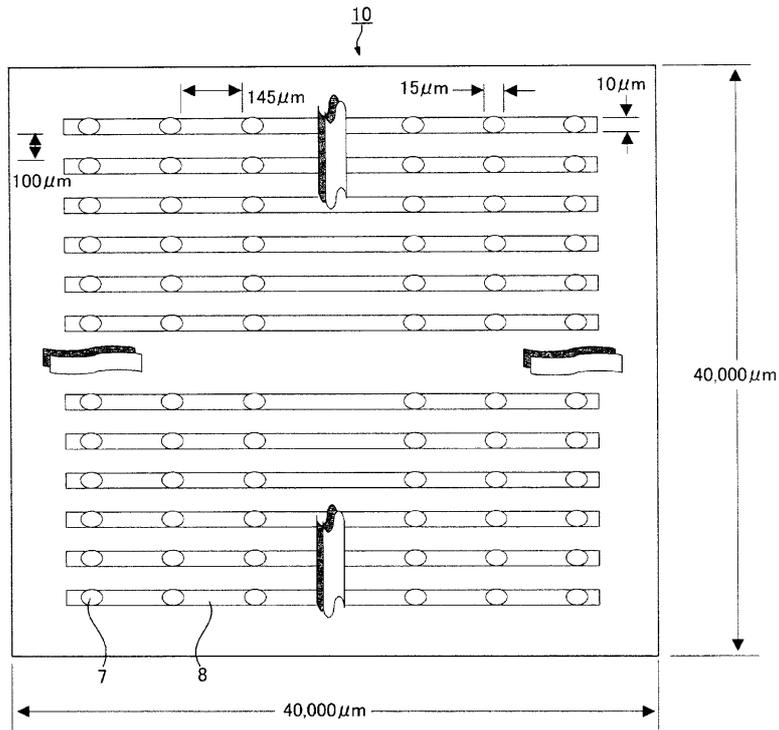
도면9b



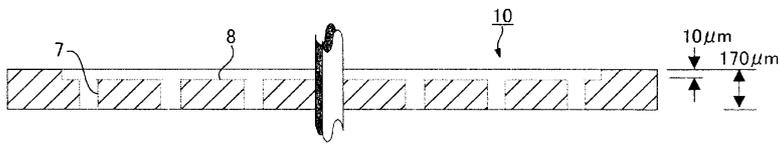
도면9c

	(종 × 횡)	합계
구멍수	300 × 200	60,000

도면10a



도면10b



도면10c

	(종 × 횡)	합계
구멍수	300 × 200	60,000

도면11

