

	(19) 대한민국특허청(KR) (12) 공개특허공보(A)	(11) 공개번호 10-2013-0134826 (43) 공개일자 2013년12월10일
(51) 국제특허분류(Int. Cl.) C25D 11/04 (2006.01) C23F 1/02 (2006.01) C25D 11/18 (2006.01) C23F 1/20 (2006.01)		(71) 출원인 고려대학교 산학협력단 서울 성북구 안암동5가 1 주식회사 나노엔텍 서울특별시 구로구 디지털로26길 5, 에이스하이엔드타워 12층 (구로동)
(21) 출원번호 10-2012-0058644 (22) 출원일자 2012년05월31일 심사청구일자 없음		(72) 발명자 이규백 서울특별시 성북구 돈암2동 한진아파트 207동 1101호 이원배 경기도 남양주시 진건읍 용정리 현대아파트 104동 508호
		(74) 대리인 한양특허법인

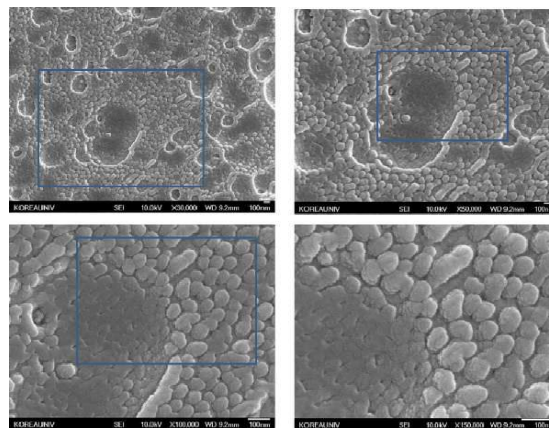
전체 청구항 수 : 총 12 항

(54) 발명의 명칭 정밀 액적 디스펜서용 자기 세정가능 초소수성 팁의 제조방법 및 그 방법에 의해 제조된 팁

(57) 요약

본 발명은, (a) 알루미늄 합금 소재를 사용하여 디스펜서용 팁을 제조하는 단계; (b) 상기 디스펜서용 팁에 1차 양극산화를 실시하는 단계; (c) 상기 1차 양극산화가 완료된 디스펜서용 팁을 에칭액에 담가 식각하는 단계; (d) 상기 식각이 완료된 디스펜서용 팁에 초음파 세척을 실시하는 단계; 및 (e) 상기 초음파 세척이 완료된 디스펜서용 팁의 표면에 소수성 자기조립 단분자막을 형성하는 단계를 포함하는 것을 특징으로 하는 초소수성 디스펜서용 팁의 제조방법 및 그에 의하여 제조된 디스펜서용 팁을 제공한다.

대표도 - 도7



이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호	000430340110
부처명	중소기업청
연구사업명	산학연 공동기술개발지원사업 전국사업
연구과제명	초정밀 액적 디스펜서 개발
기 여 율	1/1
주관기관	고려대학교 산학협력단
연구기간	2010.06.01 ~ 2012.05.31

특허청구의 범위

청구항 1

- (a) 알루미늄 합금 소재를 사용하여 디스펜서용 팁을 제조하는 단계;
- (b) 상기 디스펜서용 팁에 1차 양극산화를 실시하는 단계;
- (c) 상기 1차 양극산화가 완료된 디스펜서용 팁을 에칭액에 담가 식각하는 단계;
- (d) 상기 식각이 완료된 디스펜서용 팁에 초음파 세척을 실시하는 단계; 및
- (e) 상기 초음파 세척이 완료된 디스펜서용 팁의 표면에 소수성 자기조립 단분자막을 형성하는 단계를 포함하는 것을 특징으로 하는 초소수성 디스펜서용 팁의 제조방법.

청구항 2

청구항 1에 있어서,

상기 (b) 단계에서 양극산화는 황산, 크롬산, 인산 및 옥살산으로 이루어진 군으로부터 선택되는 1종 이상의 전해액에 40~200 V의 전압을 인가하여 실시되는 것을 특징으로 하는 초소수성 디스펜서용 팁의 제조방법.

청구항 3

청구항 1에 있어서,

상기 (c) 단계에서 식각은 크롬산 용액을 에칭액으로 사용하여 실시되는 것을 특징으로 하는 초소수성 디스펜서용 팁의 제조방법.

청구항 4

청구항 1에 있어서,

상기 (d) 단계에서 초음파 세척은 디스펜서용 팁을 물 및 C1~C4의 알코올로 이루어진 군으로부터 선택되는 1종 또는 2종 이상의 혼합용액에 담그고 초음파를 발진시켜 이루어지는 것을 특징으로 하는 초소수성 디스펜서용 팁의 제조방법.

청구항 5

청구항 1에 있어서,

상기 (e) 단계에서 소수성 자기조립 단분자막은 탄화불소 기능기를 갖는 실레인 화합물에 의하여 형성되는 것을 특징으로 하는 초소수성 디스펜서용 팁의 제조방법.

청구항 6

청구항 5에 있어서,

상기 탄화불소 기능기를 갖는 실레인 화합물은 HDFS (Heptadecafluoro-1,1,2,2-tetrahydrodecyl-trichlorosilane)인 것을 특징으로 하는 초소수성 디스펜서용 팁의 제조방법.

청구항 7

청구항 1에 있어서,

상기 (e) 단계를 실시하기 전에, 물과 혼합되는 휘발성 유기용매를 사용하는 용매 교환 방법에 의해 디스펜서용 팁의 산화알루미늄 표면을 건조하는 단계를 더 실시하는 것을 특징으로 하는 초소수성 디스펜서용 팁의 제조방법.

청구항 8

청구항 7에 있어서,

상기 건조하는 단계를 수행하고 나서, 상기 용매 교환 방법에 사용된 휘발성 유기용매와 교환될 수 있는 다른 휘발성 유기용매를 사용하는 용매 교환 방법에 의해 디스펜서용 팁의 산화알루미늄 표면을 건조하는 단계를 수행하는 단계를 더 실시하는 것을 특징으로 하는 초소수성 디스펜서용 팁의 제조방법.

청구항 9

청구항 1에 있어서,

상기 (d) 단계 및 (e) 단계 사이에, 상기 디스펜서용 팁에 2차 양극산화를 실시하는 단계를 더 포함하는 것을 특징으로 하는 초소수성 디스펜서용 팁의 제조방법.

청구항 10

청구항 9에 있어서,

상기 (d) 단계 및 (e) 단계 사이에, 상기 2차 양극산화를 실시하는 단계 후에, 사후식각을 실시하는 단계를 더 포함하는 것을 특징으로 하는 초소수성 디스펜서용 팁의 제조방법.

청구항 11

청구항 1에 있어서,

상기 알루미늄 합금이 A6000계 알루미늄 합금인 것을 특징으로 하는 초소수성 디스펜서용 팁의 제조방법.

청구항 12

청구항 1 내지 청구항 11 중의 어느 한 항의 제조방법에 의해 제조된, 연꽃잎 유사 다공성 돌기 구조가 표면에 형성된 초소수성 디스펜서용 팁.

명세서

기술분야

[0001] 본 발명은 알루미늄 합금 재질의 디스펜서용 팁의 제조방법 및 그 방법에 의해 제조된 디스펜서용 팁에 관한 것이다. 더욱 상세하게는 알루미늄 합금 재질의 디스펜서용 팁으로서 자기 세정이 가능하고 초소수성인 팁의 제조방법 및 그 방법에 의해 제조된 팁에 관한 것이다.

배경기술

[0002] 액적 기반의 기술(Droplet-based technology)로 대변되는, 극미량의 유체를 안정적이며 지속적으로 제어하는 기술은 각종 생화학적 분석이 요구되는 생물학, 약학, 의학 응용분야의 핵심 기술이며, 전기전자 분야에도 이용되는 광범위한 기술이다. 그 대표적인 예로써 마이크로어레이 분야, 신약개발용 HTS 분야, 반도체 및 LED 등을 들 수 있으며, 그 이외에 생화학 물질에 대한 Target sequencing (Nature Biotechnology 2009, 1025), 단일 세포 스크리닝 기술(PNAS 2009, 14195) 등 정밀 액적 조절이 필요한 최첨단 생명과학 응용 연구가 지속적으로 보고되고 있다. 최신 임상화학 및 생물분석 기기들과 신약 개발용 HTS 기기들은 분석시약 및 시료의 절감과 분석 효율의 향상 등을 위하여 초소형화 및 복합화 경향을 갖고 있다. 이에 따라 사용 액적의 크기가 매우 작아져 액적의 정밀도가 분석의 정확도에 크게 영향을 미치고 있다.

[0003] 현재 시장에 출시된 디스펜서용 팁 제품들의 경우, 팁 표면의 오염에 의하여 사용시간이 지남에 따라 정밀도가 점차 감소하는 문제점을 노출하고 있다. 일반적으로 액적의 정밀도는 디스펜서용 팁의 표면 및 오염 특성 제어 기술에 영향을 많이 받으며, 그 외에 팁의 내구성, 디자인 등에 의하여 좌우되는 것으로 알려져 있다.

[0004] 상기 디스펜서용 팁의 소재로는 알루미늄이 사용될 수 있다. 알루미늄은 금속재임에도 가벼울 뿐만 아니라, 특히 여러 가지 다양한 방법으로 표면을 개질할 수 있다는 장점을 가지고 있다.

[0005] 알루미늄의 표면처리방법으로서 양극 산화 기법은 일종의 전기화학적 과정으로, 그 제조 공정에 이용되는 전해 용액의 전기적 성질(수소이온농도)에 따라 필름 형태의 피막을 형성하기도 하고 육각밀집구조의 다공성 피막을 형성하기도 한다. 이러한 알루미늄 양극산화 피막의 나노 구조를 이용하여, 알루미늄 소재에 자기 세정 기능이

더해진 특수 표면을 형성할 수 있다면, 알루미늄은 디스펜서용 팁의 소재로서 매우 유용하게 활용될 수 있을 것이다. 이와 관련하여, 본 발명의 발명자들이 출원한 대한민국 공개특허 제10-2011-0074269호는 물방울의 표면부착 특성 조절이 가능한 알루미늄의 표면처리방법을 제안하고 있다.

[0006] 그러나, 상기 출원의 경우, 알루미늄 합금의 표면 개질에 관하여는 개시하고 있지 않다. 일반적으로, Al-Mg-Si계 알루미늄 합금인 A6061은 알루미늄의 순도가 95.8~98.6%로 상대적으로 낮으며, 구리, 마그네슘, 실리콘, 아연 등이 함께 함유되어 있기 때문에, 고순도의 알루미늄과 같이 정밀 구조의 육각밀집구조가 형성되지 않는 것으로 알려져 있다.

[0007] 그런데, 상기와 같은 알루미늄 합금의 경우, 저렴하고 강도가 높아 고순도의 알루미늄보다 산업적 활용도가 크며, 특히, 디스펜서용 팁의 소재로서도 더욱 바람직하게 사용될 수 있다. 따라서, 알루미늄 합금에 대한 표면개질 기술의 개발이 요구되고 있다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0008] 본 발명은 알루미늄 합금 소재를 사용하여 제조된 디스펜서용 팁의 표면을 개질하여 물방울의 점착 특성을 최소화시킴으로써 자기 세정 능력이 부여된 디스펜서용 팁을 제조하는 신규한 방법을 제공하는 것을 목적으로 한다.

[0009] 또한, 본 발명은 상기의 제조방법에 의하여 제조된 디스펜서용 팁을 제공하는 것을 목적으로 한다.

과제의 해결 수단

[0010] 본 발명은,

[0011] (a) 알루미늄 합금 소재를 사용하여 디스펜서용 팁을 제조하는 단계;

[0012] (b) 상기 디스펜서용 팁에 1차 양극산화를 실시하는 단계;

[0013] (c) 상기 1차 양극산화가 완료된 디스펜서용 팁을 에칭액에 담가 식각하는 단계;

[0014] (d) 상기 식각이 완료된 디스펜서용 팁에 초음파 세척을 실시하는 단계; 및

[0015] (e) 상기 초음파 세척이 완료된 디스펜서용 팁의 표면에 소수성 자기조립 단분자막을 형성하는 단계를 포함하는 것을 특징으로 하는 초소수성 디스펜서용 팁의 제조방법을 제공한다.

[0016] 또한, 본 발명은

[0017] 상기 제조방법에 의해 제조된, 연꽃잎 유사의 돌기 구조가 표면에 형성된 초소수성 디스펜서용 팁을 제공한다.

발명의 효과

[0018] 본 발명의 제조방법은 알루미늄 합금으로 제조된 디스펜서용 팁의 표면에 알루미늄 양극 산화 피막이 가지는 기존의 장점을 그대로 살리면서도 획기적 특성인 초소수성 및 자기세정 기능을 부여하는 표면개질 방법을 제공함으로써, 디스펜서용 팁의 산업적 이용가치를 획기적으로 증대시키는 효과를 제공한다.

[0019] 또한, 상기의 방법으로 제조된 디스펜서용 팁은 최소의 노력과 비용으로 팁의 외관을 항상 청결하게 유지할 수 있으며, 정밀제어 효율을 오랫동안 유지할 수 있기 때문에 사용자에게 매우 큰 경제적 이점을 제공하며, 업무효율도 크게 향상시킬 수 있다.

[0020] 특히, 본 발명의 제조방법은 고순도의 알루미늄이 아닌 가격이 저렴한 재료 중의 하나인 알루미늄 합금을 기반으로 고급 디스펜서용 팁의 제품화를 가능하게 했다는 점에서 관련분야의 기술발전에도 매우 획기적 진전을 제공할 것으로 예상된다.

도면의 간단한 설명

[0021] 도 1은 팁의 가공 개념도이다.

도 2는 가공된 팁을 선제정하였을 때의 이미지(좌)와 표면에 대한 전자현미경 사진(우)이다.

도 3은 양극산화 과정에 따른 팁의 구멍 크기 변화를 순차적으로 나타낸 전자현미경 사진이다.

도 4는 제조예 2에 따라 제조된 팁 표면의 전자현미경 사진이다.

도 5는 제조예 3에 따라 제조된 팁 표면의 전자현미경 사진이다.

도 6은 실시예 1에 따라 제조된 팁 표면의 전자현미경 사진(저해상도)이다.

도 7은 실시예 1에 따라 제조된 팁 표면의 전자현미경 사진(고해상도)이다.

도 8은 각 단계별로 제조된 팁의 이미지 사진이다[(가) 세정완료된 알루미늄 팁, (나) 1차 양극산화가 완료된 알루미늄 팁, (다) 2차 양극산화 완료된 알루미늄 팁. (라) 나노구조 제어가 완료된 알루미늄 팁].

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

본 발명은,

(a) 알루미늄 합금 소재를 사용하여 디스펜서용 팁을 제조하는 단계;

(b) 상기 디스펜서용 팁에 1차 양극산화를 실시하는 단계;

(c) 상기 1차 양극산화가 완료된 디스펜서용 팁을 에칭액에 담가 식각하는 단계;

(d) 상기 식각이 완료된 디스펜서용 팁에 초음파 세척을 실시하는 단계; 및

(e) 상기 초음파 세척이 완료된 디스펜서용 팁의 표면에 소수성 자기조립 단분자막을 형성하는 단계를 포함하는 것을 특징으로 하는 초소수성 디스펜서용 팁의 제조방법에 관한 것이다.

상기 (a) 단계에서 알루미늄 합금 소재로는 A6000계(Al-Mg-Si계) 알루미늄 합금이 사용될 수 있다. 상기 A6000계 알루미늄 합금은 강도 및 내식성 모두 양호해 대표적인 구조재로 알려져 있다. A6000계 알루미늄 합금은 강한 가공에 잘 견디며, 절삭성이 좋은 합금이며, 대표적인 예로는 A6061, A6063 등을 들 수 있다.

본 발명에서는 A6061이 바람직하게 사용될 수 있다.

본 발명에서 사용되는 디스펜서용 팁은 첫째 튜브 형태의 알루미늄 재료를 압출 제조하거나, 둘째 튜브 형태로 제조된 알루미늄을 풀러(puller)를 이용하여 테이핑하거나, 셋째 선반작업을 통하여 정밀 가공하여 깎아내는 방법에 의해 제조할 수 있다. 그러나, 재료의 특성상 압출기술이 가지는 한계는 내경 기준 국내 약 3~4 mm, 국외 1~2 mm 정도로 알려져 있기 때문에 정밀 제어용 팁을 제조하기에는 어려움이 있다. 또한, 기존 제조된 튜브를 풀러를 이용하여 테이핑하는 경우, 내경 3~4 mm 수준의 다소 두꺼운 재료의 경우 열전도율이 뛰어난 알루미늄의 특성상 녹는점이 높지 않음에도 불구하고 효과적인 테이핑이 불가능하며, 내경 1~2 mm 정도의 가느다란 재료는 wall의 두께가 너무 얇아 안정적인 테이핑이 불가능하다. 따라서 봉 형태의 재료를 선반 작업을 통하여 가공하는 것이 비교적 효과적인 제조 방법인데, 국내의 경우 내경 기준 약 0.2 mm 수준의 홀을 공업적으로 제조할 수 있다.

상기 (b) 단계의 1차 양극산화는 알루미늄 합금 소재를 사용하여 제조된 디스펜서용 팁의 표면에 1차적으로 옥각밀집구조의 산화알루미늄 막을 형성하기 위하여 수행된다.

상기 양극산화 방법은 특별히 한정되는 것은 아니며, 이 분야에서 일반적으로 수행되는 방법에 의해 수행될 수 있다. 예컨대, 황산, 크롬산, 인산 및 옥살산 등으로 이루어진 균으로부터 선택되는 1종 이상의 전해액에 40~200 V의 전압을 인가하여 실시될 수 있다.

상기 양극산화는 2~10시간의 범위에서 실시될 수 있으며 3~5시간 동안 실시하는 것이 더욱 바람직하다.

본 공정에서는 일반적인 전기자극에 의한 표면 정리 기술을 그대로 적용할 수 없으므로, 이를테면 옥살산을 이용하는 경우 상기 양극산화가 2시간 미만으로 실시되면 공업적으로 제조된 알루미늄 합금의 표면이 충분히 정리되지 않는 문제가 있고, 10시간을 초과하면 등근 부분이나 각진 부분 등에 크랙이 발생할 수 있으며, 특히 디스펜서 팁 제작의 경우 토출구가 넓어지는 문제가 발생할 수 있다.

본 발명의 제조방법은 상기 (b) 단계의 1차 양극산화 전에 알루미늄 합금으로 제조된 디스펜서용 팁을 초음파 세척시키는 단계를 더 수행할 수 있다.

상기 (c) 단계에서 식각은 크롬산 용액 등의 식각액을 사용하여 실시될 수 있다.

- [0037] 상기에서 식각 시간은 공업적으로 제조된 알루미늄 합금 표면의 적절한 화학적 정리를 고려하여 정할 수 있으며, 최소 4시간 이상 최대 6시간 이내에서 실시할 수 있다.
- [0038] 상기 식각이 4시간 미만으로 실시되면 충분한 정리가 이루어지지 않을 뿐만 아니라, 2차 양극산화시 구멍 및 돌기 구조위에 원치 않는 층이 형성되어 초소수 표면을 구현하기 위한 나노구조를 제조할 수 없는 문제가 발생할 수 있으며, 6시간을 초과하면 표면이 오히려 거칠어지는 문제가 발생할 수 있다.
- [0039] 상기 (d) 단계에서 초음파 세척은, 이 분야에서 일반적으로 사용되는 방법에 의해 실시될 수 있으며, 예컨대, 디스펜서용 팁을 물 및 C1~C4의 알코올로 이루어진 군으로부터 선택되는 1종 또는 2종 이상의 혼합용액에 담그고 초음파를 발진시켜 실시한다. 상기에서 C1~C4의 알코올의 예로는 메탄올, 에탄올 등을 들 수 있다.
- [0040] 상기 초음파 세척 단계는 본 발명의 제조방법에서 매우 특징적인 단계이다. 즉, 상기 (a) 내지 (c) 단계를 수행하는 경우, 알루미늄 산화막이 나노 구조(나노미터 수준의 돌기 및 구멍 형태의 구조)의 상당한 부분을 뒤 덮게 되는데(도 5 참조), 상기 알루미늄 산화막을 제거하지 않을 경우, 상기 나노구조 상에 소수성 자기조립 단분자막을 코팅하는 것에 의하여 초소수성 표면을 형성하는 것이 불가능하게 된다. 따라서, 이 단계에서 초음파 세척에 의해 불필요한 알루미늄 산화막을 제거하는 것이 필요하다.
- [0041] 상기 (e) 단계에서 소수성 자기조립 단분자막은 탄화불소 기능기를 갖는 실레인 화합물을 사용하여 형성될 수 있다.
- [0042] 상기 탄화불소 기능기를 갖는 실레인 화합물로는 HDFS (Heptadecafluoro-1,1,2,2-tetrahydrodecyl-trichlorosilane)가 사용될 수 있다.
- [0043] 본 발명의 제조방법은 상기 (e) 단계를 실시하기 전에, 물과 혼합되는 휘발성 유기용매를 사용하는 용매 교환 방법에 의해 디스펜서용 팁의 산화알루미늄 표면을 건조하는 단계를 더 실시할 수 있다.
- [0044] 상기에서 물과 혼합되는 휘발성 유기용매는 특별히 한정되지 않으며, 예컨대, 메틸 알코올, 에틸 알코올, 디메틸 에테르, 디메틸 에테르, 메틸에틸 에테르 등을 들 수 있다.
- [0045] 또한, 상기 건조하는 단계를 수행하고 나서, 상기 용매 교환 방법에 사용된 유기용매와 교환될 수 있는 다른 휘발성 유기용매를 사용하는 용매 교환 방법에 의해 디스펜서용 팁의 산화알루미늄 표면을 건조하는 단계를 수행하는 단계를 더 실시할 수 있다.
- [0046] 상기에서 다른 휘발성 유기용매는 특별히 한정되지 않으며, 예컨대, 프로필 알코올, 이소프로필 알코올, 터셔리부틸 알코올 등의 알코올류; 아세톤, 메틸에틸 케톤, 디에틸 케톤 메틸부틸 케톤 등의 케톤류; 에틸 에테르 등의 에테르류 등을 들 수 있다.
- [0047] 본 발명의 제조방법에서 상기 건조 단계는 매우 중요하다. 왜냐하면, 상기 건조후에 실시되는 소수성 자기조립 단분자막은 탄화불소 기능기를 갖는 실레인 화합물 등을 사용하여 형성되며, 그러한 화합물은 물에 매우 민감하여 물과의 접촉을 잘 제어하지 않으면 해당분자의 표면 고정화는 물리적인 수준으로 제한되어 화학적 공유결합에 의한 안정성을 기대할 수 없게 되기 때문이다. 이는 특히 친수성 특성을 가지는 육각밀집구조의 다공성 알루미늄 산화 피막의 표면을 개질 할 때에 기술적인 문제점으로 작용하게 된다. 즉, 육각밀집구조의 다공성 알루미늄 산화 피막은 표면에 존재하는 다량의 수산 기능기의 영향으로 물에 대한 젖음 특성이 매우 좋고 접촉각이 낮기 때문에, 구멍 안쪽에 존재하는 물을 제거하고 여기에 원하는 실레인 화합물을 일정한 단분자막의 형태로 형성할 수 없다면 표면에 추가되는 소수성 박막의 안정성이 문제가 될 수 있기 때문이다.
- [0048] 본 발명의 제조방법의 건조 단계는 이 분야에서 통상적으로 사용되는 건조방법(장치 포함)을 제한 없이 사용할 수 있다.
- [0049] 본 발명의 제조방법은 상기 (d) 단계 및 (e) 단계 사이에, 상기 디스펜서용 팁에 2차 양극산화를 실시하는 단계를 더 포함할 수 있다.
- [0050] 상기 2차 양극산화 방법은 특별히 한정되는 것은 아니며, 이 분야에서 일반적으로 수행되는 방법에 의해 수행될 수 있다. 예컨대, 황산, 크롬산, 인산 및 옥살산 등으로 이루어진 군으로부터 선택되는 1종 이상의 전해액에 40~200 V의 전압을 인가하여 실시될 수 있다.
- [0051] 상기 2차 양극산화는 2~20분의 범위에서 실시될 수 있다.

- [0052] 상기 2차 양극산화가 2분 미만으로 실시되면 초소수성 구현에 요구되는 충분한 높이의 돌기 구조가 생성되지 않으며, 20분을 초과하면 제품 표면에 미세한 크랙이 발생하는 문제가 발생할 수 있다.
- [0053] 상기 2차 양극산화는 기 형성된 연꽃잎 유사 다공성 돌기 구조가 형성된 알루미늄 양극 산화막의 표면에 2차 양극산화 미세 구조를 형성함으로써 자기 세정 및 점착 특성의 조절이 가능한 표면 형태를 구현하기 위하여 실시된다.
- [0054] 본 발명의 제조방법은 상기 (d) 단계 및 (e) 단계 사이에, 상기 2차 양극산화를 실시하는 단계 후에, 사후식각을 실시하는 단계를 더 포함할 수 있다.
- [0055] 상기 사후식각은 2차 양극산화가 완료된 디스펜서용 팁을 인산용액 등에 60~70분간 담가 놓는 방식으로 실시될 수 있다.
- [0056] 상기 사후식각이 60분 미만으로 실시되거나 70분을 초과하면 적절한 나노구조가 형성되지 않기 때문에 초소수성 표면 및 자가세정 표면이 형성되기 어렵다.
- [0057] 상기 2차 양극산화 및 사후식각은 연꽃잎 유사 다공성 돌기 구조의 형성이 산화알루미늄 막의 제조와 용해의 평형에서 이루어지고 있음에 착안한 것인데, 산화 피막의 새로운 형성에는 산소이온과 수산이온의 가속 및 침투가 필요하므로 전위가 걸리지 않은 상태에서 각 구조의 다공성 패턴 형성 소재를 산성용액에 침지하면 다공성의 구멍이 점차 넓어지게 된다. 특히 흥미로운 것은 이 과정에서 피막의 두께(높이)는 크게 변하지 않는다는 사실인데, 이러한 현상은 산화 피막의 부분적인 밀도 차로부터 기인하는 것이다.
- [0058] 일반적인 습식식각의 과정이 요철부분을 집중적으로 식각하여 표면 전체를 평탄하게 만드는 것과 달리, 산성 용액 속에서 육각밀집구조의 다공성 패턴이 형성된 알루미늄 소재를 사후식각 처리하는 경우는 점차 날카로운 육각 벽이 만들어지고 그 삼중 꼭지점을 정점으로 하는 날카로운 탐침을 형성하는 방향으로 식각이 진행된다.
- [0059] 그러나, 이는 어디까지나 순수한 알루미늄 표면의 경우에 한정된 사실이고, 실제 공업적 이용이 많은 알루미늄 합금의 경우 화학적 조성이 다르기 때문에 공업적으로 제조된 표면을 전기적 방법으로 평탄화하기 어렵다. 또한, 육각밀집구조의 구멍패턴을 형성하지도 않으므로 각 공정 단위에 대한 정확한 시간 범위에 대하여 비교적 제한된 조건이 요구되며, 최종적으로 형성되는 나노 구조 또한 날카로운 탐침이 아닌 둥그런 돌기 형태가 불규칙하게 반복된다. 실제 연꽃잎의 표면 구조와 더 유사한 형태를 형성한다.
- [0060] 본 발명의 제조방법에서 자기세정 기능성 부여는 먼저, 소수성 물질인 실레인 화합물, 예컨대, 헵타데카플루오로데실트리실레인(heptadecafluoro-1,1,2,2-tetrahydrodecyl-trichlorosilane, HDFS)을 연꽃잎 유사 다공성 돌출구조가 형성된 팁에 고르게 자기조립막의 형태로 고정화하여야 한다. 따라서 연꽃잎 유사 다공성 돌출구조에 HDFS와 같은 실레인 단분자막을 성공적으로 입히기 위한 방법이 본 발명에서 제공될 수 있다.
- [0061] 연꽃잎 유사 다공성 돌출구조 표면에 존재하는 구멍의 폭은 수~수십 나노미터 수준이지만 그 깊이가 마이크로미터 단위에 이르는 매우 좁고 깊은 구멍의 형태를 지니게 되며, 특히 알루미늄 산화막의 특성상 친수성 표면으로 이루어질 것인데, HDFS 단분자막 제조 시, 물과 접촉하게 된다면 기관의 표면에 단분자막이 생성되는 것이 아니라 실레인 다량체를 형성하게 되며, 이 경우 자기 조립 단분자막에 의한 표면에너지의 저하를 기대하기 어려우므로 구멍 안에 존재하는 물을 효과적으로 제거할 수 있는 방법을 고안하여 HDFS 단분자막이 바람직하게 형성될 수 있도록 하여야 한다. 본 발명에서는 물과 상호 용해성이 뛰어나면서도 상대적으로 증기압이 높은 알코올과 진공 건조 기법 등을 이용한다.
- [0062] 본 발명의 제조방법에서는 알루미늄 양극산화기술을 기반으로 형성된 나노 구조의 형태를 제어하고 그 표면을 기능성 자기 조립 박막으로 코팅하여 표면에 초소수성을 부여함으로써 얻어지는 자기세정 효과를 알루미늄 표면에 구현한다.
- [0063] 한편, 본 발명에서 연꽃잎 유사 다공성 돌출구조의 산화 피막에 초소수성을 부여하기 위하여 이용하는 자기 조립 분자막(Self-assembled molecular layer)의 제조 기술은 표면의 물리, 화학적 특성을 분자단위의 초박막을 형성함으로써 제어할 수 있으며, 특히 그 표면 그룹에 다양한 화학 기능기를 치환하면 다양한 기능성을 추구할 수 있는 새로운 표면이 만들어지기 때문에 그 응용 분야가 매우 넓다. 1980년대 후반부터 본격적으로 연구 개발

되기 시작한 이 기술은 실리콘 산화물이나 각종 금속/비금속 산화물 표면 위에 실레인 분자를 고정화시키는 기술, 금이나 은, 구리 등의 금속 표면 위에 티올이나 디설파이드 분자를 고정화시키는 기술, 지르코늄 포스페이트를 이용하는 기술 등 여러 가지 형태의 기관 표면과, 해당 표면에 화학적 공유결합으로 고정화 될 수 있는 분자들에 대한 연구가 다양하게 진행되어 있으며, 그 실험 조건 및 제조된 박막에 대한 특성평가 기술 또한 잘 알려져 있다.

[0064] 본 발명에서는 미세구조 패턴 표면의 물리적 특성을 조절하기 위하여 자기조립 단분자막을 이용하였으며, 특히 헵타데카플루오로데실트리실레인 (Heptadecafluoro-1,1,2,2-tetrahydrodecyl-trichlorosilane, HDFS)처럼 탄화불소기능기를 표면 그룹으로 가지는 실레인 화합물을 수산기가 다량으로 존재하는 알루미늄 양극 산화물 표면에 고정화 하였다. 이러한 공정은 새로운 표면 그룹의 형성으로 표면에너지가 감소하고, 물에 대한 접촉각이 증가하여 소수성 표면으로 개질되는 효과를 얻게 해준다.

[0065] 이와 같은 화학적 표면 개질을 통하여 접촉각을 제어하는 것은 액체나 기체 등의 유체가 가지는 표면장력이 고체 표면의 임계 표면장력보다 낮은 경우 젖음이 관찰되는 원리를 응용한 것이다. 즉, 낮은 임계 표면장력을 가지는 고체표면의 제조는 초소수성의 부여에 있어 매우 중요하다. 이를테면 파라핀 왁스의 임계 표면장력은 26 dynes/cm로 상온(25℃)에서의 물의 표면장력인 72 dynes/cm에 크게 못 미친다. 즉 물에 젖지 않지만 티타늄 산화물(91dynes/cm)이나 철 산화물(107 dynes/cm) 등의 경우는 물에 매우 잘 젖는다.

[0066] 일반적으로 임계 표면장력이 45 dynes/cm 이상인 경우 친수성 표면으로, 35 dynes/cm 이하인 경우를 소수성 표면으로 분류한다. 특히 일부 표면은 20 dynes/cm 이하의 매우 강력한 소수성 표면을 가지는 경우가 있는데, 이러한 경우 물에 젖지 않음은 물론 기름방울에 대해서도 젖지 않는 특이한 특성을 나타낸다. 일례로 HDFS의 경우 임계 표면장력이 12 dynes/cm으로 매우 낮아 물방울은 물론 기름방울도 침투되지 않으며, 물에 대한 접촉각이 115도에 이르는 등 매우 특이한 특성을 나타낸다.

[0067] 한편, HDFS로 개질하는 경우 매우 낮은 표면 에너지 상태를 구현할 수 있는 것은 사실이지만, 평판 형태의 기관 표면에 단분자막으로 형성될 경우 예상되는 물에 대한 접촉각은 115도 정도로, 일반적인 초소수성의 기준이 되는 150도에는 크게 못 미치는 수치이다. 따라서 이와 같은 단분자막의 성공적 제조에 앞서 알루미늄 표면의 미세 형태변화에 대한 제어가 매우 중요하다. 왜냐하면, 표면의 소수성, 특히 초소수성의 구현은 표면의 미세구조 형태와 매우 밀접한 상관관계를 갖기 때문이다. 자연의 사례로 연꽃이나 양배추의 잎은 그 표면이 일종의 프랙탈 구조를 이루고 있다. 엄청나게 높은 표면적은 물론 마이크로 구조와 나노구조가 적절하게 혼재하는 구조로 되어있어 물에 대하여 완전히 젖지 않는 특성을 나타내고 있다.

[0068] 여기에 더하여, 자기세정 기능을 부여하거나 표면의 점착 특성을 제어하기 위해서는 또 다른 물리적 기준을 충족시켜야 하기 때문에 디스펜서용 팁 표면의 형태를 체계적이면서도 적극적으로 개질할 필요가 있다. 즉, 정적 접촉각(Static contact angle)의 극대화 뿐 아니라 동적 접촉각(Dynamic contact angle) 측정 시 전진각(Advancing angle)과 후퇴각(Receding angle)의 차이로 나타나는 히스테리시스(Hysteresis)의 최소화를 구현해야만 한다.

[0069] 이를 위하여서는 앞선 자연의 사례인 연꽃 또는 양배추 잎의 표면에서처럼 특이한 형태의 표면 구조를 만드는 것이 필수적 요건이 된다. 반면 초소수성 특성을 가지면서도 표면의 특정 위치에 물방울이 고정화되는 초소수적 점착 표면을 제어하기 위하여서는 위와는 다른 표면 제어가 필요하게 된다. 이를 테면 장미꽃잎의 표면은 나노구조와 마이크로 구조의 복합체로 알려져 있는데, 이와 같은 표면 특성에 의하여 초소수적 점착 성질을 가지게 됨이 최근 연구에 의하여 밝혀진 바 있다.

[0070] 본 발명의 제조방법에서 각 단계 사이에는 디스펜서용 팁을 세척하는 공정이 부가될 수 있다. 이때, 세척은 3차 증류수를 이용하여 여러 번 행구고 디스펜서용 팁을 3차 증류수에 일정시간 담가 두는 것이 바람직하다.

[0071] 이하에서, 실시예를 통하여 본 발명을 보다 상세히 설명한다. 그러나, 하기의 실시예는 본 발명을 더욱 구체적으로 설명하기 위한 것으로서, 본 발명의 범위가 하기의 실시예에 의하여 한정되는 것은 아니다. 하기의 실시예는 본 발명의 범위 내에서 당업자에 의해 적절히 수정, 변경될 수 있다.

[0072] 제조예 1: 전처리 공정

[0073] 1) 먼저, 기존 상용화된 디스펜서 장치에 적용할 수 있는 팁을 선반 가공을 통하여 제조하였다. 도 1에 나타낸

것처럼, 기장 35 mm, 구멍 크기 0.2(내경) 0.8(외경), 시린지 접합부 double screw 4.2/7.8/7.1 mm의 규격을 가지는 디스펜서용 팁을 알루미늄 합금 A6061 재료를 가공하여 제조하였다.

[0074] 2) 가공된 알루미늄 팁을 메탄올과 아세톤의 1:1(v/v) 혼합 용액에 넣고 10분간 초음파 세척을 실시하였다.

[0075] 3) 온도는 7℃로 유지하면서, 25% 과염소산 에탄올 용액을 이용하여 약 5분간 20V의 전위를 가해 주었다.

[0076] 상기 3)의 과정은 고순도의 알루미늄을 이용하는 경우에 잘 제어된 규칙적 구조를 형성하기 위하여 알루미늄 재료 표면을 평탄화하는 과정이다. 그러나, 알루미늄 합금 A6061로 제조된 디스펜서용 팁에 적용한 결과, 매우 거친 팁의 외관을 형성하며, 표면의 이미지 또한 고르지 않았다(도 2 참조). 즉, 기존의 고순도 알루미늄 평판에 적용하는 과정을 알루미늄 합금 A6061에 그대로 적용하는 경우, 일반적으로 알려져 있는 바와 같이 규칙적 나노 구조를 제조할 수 없었다.

[0077] 따라서 연꽃잎과 유사한 형태의 나노구조를 알루미늄 합금 A6061의 표면에 구현하기 위해서는 기존의 기술과는 다른 공정이 요구됨을 확인할 수 있었다.

[0078] 그러므로, 본 발명에서는 초음파만으로 팁을 세척한 후 양극 산화를 진행하였다.

[0079] 제조예 2: 양극산화를 이용한 디스펜서용 팁의 구멍크기 제어

[0080] 1) 알루미늄 합금 A6061로 제조된 디스펜서용 팁을 메탄올과 아세톤의 1:1(v/v) 혼합 용액에 넣고 10분간 초음파 세척을 실시하였다.

[0081] 2) 0.3M 옥살산 용액에서 4시간 동안 15℃, 40V의 조건으로 양극산화를 수행하였다.

[0082] 3) 양극산화 후 팁을 3차 증류수에 여러 번 헹구고 10분간 담가 두었다.

[0083] 4) 팁을 크롬산 용액에 65℃를 유지하며 4시간 동안 담가 두었다.

[0084] 5) 에칭이 끝난 팁을 3차 증류수에 여러 번 헹구고 10분간 담가 두었다.

[0085] 6) 0.3M 옥살산 용액에서 4시간 동안 15℃, 40V의 조건으로 양극산화를 수행하였다.

[0086] 도 3에 상기 실시예에 의한 각 단계별 구멍크기의 변화를 나타내었다. 세척 후 215 um였던 구멍의 크기가 1차 양극산화 이후 207 um로 좁아졌으나 에칭과정에서 다시 늘어나고(222 um), 2차 양극산화 이후 다시 좁아지는 것(215 um)을 확인할 수 있었다.

[0087] 이와 같은 결과는, 일반적인 양극산화에 의하여 알루미늄 산화 피막이 표면에 자라남을 나타내지만, 도 2, 도 4에 나타난 바와 같이, 그 표면은 매우 거칠 수밖에 없으며 구멍 패턴도 규칙적 크기와 간격을 갖지 않음을 나타낸다. 또한, 양극산화 시간을 늘림으로써(특히 2차 양극산화 시간) 구멍의 크기를 제어하여 더 정밀한 토출 제어를 피하는 것이 가능함을 나타내지만, 그 효과는 미미함을 보여준다. 또한 도 4에 나타난 바와 같이, 평판이 아닌 원기둥 혹은 튜브 형태의 팁의 기하학적 구조 때문에 양극산화 시간을 길게 가져갈 경우 팁의 표면에 세로 방향으로 크랙이 생성됨을 나타낸다.

[0088] 제조예 3: 양극산화를 이용한 디스펜서용 팁의 나노구조 제어

[0089] 1) 알루미늄 합금 A6061로 제조된 디스펜서용 팁을 메탄올과 아세톤의 1:1(v/v) 혼합 용액에 넣고 10분간 초음파 세척을 실시하였다.

[0090] 2) 0.3M 옥살산 용액에서 8시간 동안 15℃, 40V의 조건으로 양극산화를 수행하였다.

[0091] 3) 양극산화 후 팁을 3차 증류수에 여러 번 헹구고 10분간 담가 두었다.

[0092] 4) 팁을 크롬산 용액에 65℃를 유지하며 2시간 동안 담가 두었다.

[0093] 5) 에칭이 끝난 팁을 3차 증류수에 여러 번 헹구고 10분간 담가 두었다.

- [0094] 6) 팁에 0.3M 옥살산 용액에서 20분 동안 15℃, 40V의 조건으로 양극산화를 실시하였다.
- [0095] 7) 양극산화 후 팁을 3차 증류수에 여러 번 행구고 10분간 담가 두었다.
- [0096] 8) 팁을 30℃를 유지하며 인산용액에 70분간 동안 담가 두었다.
- [0097] 9) 팁을 3차 증류수에 여러 번 행구고 10분간 담가 두었다.
- [0098] 상기와 같은 과정으로 제조된 알루미늄 합금의 표면 이미지를 도 5에 나타내었다. 도 5에서 확인되는 바와 같이, 고순도의 알루미늄과 달리, 알루미늄 합금의 표면에 나노미터 수준의 돌기 및 구멍 형태의 구조물이 혼재하여 매우 불규칙한 크기와 모양이 형성되어 있으며, 특히, 알루미늄 산화막이 상기 나노 구조의 상당한 부분을 뒤 덮고 있음을 알 수 있다. 그러므로, 상기 알루미늄 산화막을 제거하지 않는 경우, 상기 나노구조 상에 소수성 자기조립 단분자막을 코팅하는 것에 의하여 초소수성 표면을 형성하는 것이 불가능하게 된다. 이와 같은 공정으로 제조한 디스펜서용 팁에 헵타데카플루오로데실트리실레인 (Heptadecafluoro-1,1,2-tetrahydrodecyl-trichlorosilane, HDFS)을 자기 조립 방식으로 코팅하여 보았으나 자기 세정 기능은 물론 초소수성 또한 나타나지 않았다.
- [0099] **실시예 1: 양극산화를 이용한 디스펜서용 팁의 나노구조 제어**
- [0100] 1) 알루미늄 합금 A6061로 제조된 디스펜서용 팁을 메탄올과 아세톤의 1:1(v/v) 혼합 용액에 넣고 10분간 초음파 세척을 실시하였다.
- [0101] 2) 0.3M 옥살산 용액에서 8시간 동안 15℃, 40V의 조건으로 양극산화를 수행하였다.
- [0102] 3) 양극산화 후 팁을 3차 증류수에 여러 번 행구고 10분간 담가 두었다.
- [0103] 4) 팁을 크롬산 용액에 65℃를 유지하며 4시간 동안 담가 두었다.
- [0104] 5) 에칭이 끝난 팁을 3차 증류수에 여러 번 행구고 10분간 담가 두었다.
- [0105] 6) 잘 행군 팁을 30분간 초음파로 세척시켰다.
- [0106] 7) 팁을 0.3M 옥살산 용액에서 20분 동안 15℃, 40V의 조건으로 양극산화시켰다.
- [0107] 8) 양극산화 후 팁을 3차 증류수에 여러 번 행구고 10분간 담가 두었다.
- [0108] 9) 팁을 30℃를 유지하며 인산용액에 80분간 동안 담가 두었다.
- [0109] 10) 팁을 3차 증류수에 여러 번 행구고 10분간 담가 두었다.
- [0110] 상기와 같은 과정으로 제조된 알루미늄의 표면 이미지를 도 6(저해상도)와 도 7(고해상도)에 나타내었다. 마이크로미터 수준(도 6)에서는 중간 중간 크레이터들이 존재 하며, 나노미터 수준(도 7)에서는 연꽃잎의 표면과 유사한 돌기 구조가 표면 전반에 걸쳐 매우 잘 형성되어 있는 것을 확인할 수 있다.
- [0111] **실시예 2: 나노구조가 제어된 디스펜서용 팁의 초소수화**
- [0112] 1) 상기 실시예 1에서 제조된 디스펜서용 팁을 황산과 과산화수소의 혼합물(부피비 2:1)에 넣어 30초간 유지하였다.
- [0113] 2) 팁을 꺼내어 초순수를 이용하여 충분히 잘 세척하였다.
- [0114] 3) 곧이어 팁을 95% 에탄올 용액에 넣어 1시간 동안 유지하였다.
- [0115] 4) 1시간 뒤 에탄올 용액에서 팁을 꺼내어 질소 기체를 이용하여 잘 말렸다.
- [0116] 5) 팁을 진공 데시케이터에 넣고 로터리 펌프를 이용하여 감압시켰다.
- [0117] 6) 약 15분 뒤 팁을 꺼내어 곧바로 노말 헥세인 용액에 담갔다.

- [0118] 7) 노말 헥세인 용액에 담긴 팁을 용액과 함께 글로브 박스로 옮겼다.
- [0119] 8) 로터리 펌프로 습기가 포함된 공기를 제거한 뒤 여기에 고순도 질소(99.9%이상)를 충전하였다.
- [0120] 9) 3mM HDF5용액을 노말 헥세인 용매를 이용하여 제조하고 팁을 이 용액에 옮겼다.
- [0121] 10) 10분 뒤 다시 팁을 노말 헥세인 용매에 옮기고 이를 글로브 박스 밖으로 꺼냈다.
- [0122] 11) 팁을 노말 헥세인 용액으로부터 3M사의 Novec HFE-7100 용액이 담긴 비이커로 옮겼다.
- [0123] 12) 90초간 초음파 세정을 진행하였다.
- [0124] **시험예 1: 초소수성 디스펜서용 팁의 특성 평가**
- [0125] 상기 실시예 2의 방법으로 제조된 팁의 물에 대한 젖음특성을 측정하고 평가하였다. 제조된 초소수성 디스펜서용 팁에 1) 물을 1분간 연속해서 뿌렸으나 등근 팁의 표면에 전혀 젖지 않고 그대로 물방울이 굴러 떨어지며 팁이 전혀 젖지 않음을 확인할 수 있었다. 즉, 본 발명에 의해 제조된 디스펜서용 팁은 자기 세정 능력이 우수함을 확인할 수 있었다. 2) 초소수성 디스펜서용 팁을 물에 60분간 담그고 난 뒤 꺼내서 팁 표면에 물을 뿌려 보았다. 이 때, 팁 표면의 물방울이 그대로 굴러 떨어지며 팁이 전혀 젖지 않음을 확인할 수 있었다. 즉, 본 발명에 의해 제조된 디스펜서용 팁은 자기 세정 능력이 우수함을 확인할 수 있었다
- [0126] 아울러 이와 같은 방법으로 제조된 알루미늄 팁의 외관은, 도 8에 나타난 바와 같이, 무광의 은색을 띄며 매우 고급스러운 질감을 나타냈다[(가) 세정완료된 알루미늄 팁, (나) 1차 양극산화가 완료된 알루미늄 팁, (다) 2차 양극산화 완료된 알루미늄 팁. (라) 나노구조 제어가 완료된 알루미늄 팁].
- [0127] **실시예 3: 나노구조가 제어된 초소수성 디스펜서용 팁의 제조 - 제조시간 단축**
- [0128] 실시예 1과 실시예 2에 나타난 바와 같이, 알루미늄 합금 A6061로 이루어진 3차원적 구조물, 특히 원기둥 형태를 포함한 구조물의 표면을 연꽃잎의 구조와 유사한 나노미터 수준의 돌기 구조로 제조하는 것이 본 발명의 핵심적인 기술이다.
- [0129] 그러나 제조예 2에서 알 수 있듯이 1차 양극산화 시간이 길어진다는 것은 두 가지 측면, 즉 구멍의 크기가 넓어진다는 것과 그림에도 불구하고 표면의 정렬화에 큰 도움이 되지 않는다는 것을 나타낸다. 따라서 본 실시예에서는 1차 양극산화 시간을 절반으로 줄이더라도 연꽃잎의 표면과 같은 돌기 구조가 충분히 형성되며, 더불어서 공정시간이 단축되며, 팁의 구멍 크기가 확대되는 것이 최소화되는 효과가 얻어짐을 확인하고자 하였다.
- [0130] 1) 알루미늄 합금 A6061로 제조된 디스펜서용 팁을 메탄올과 아세톤의 1:1(v/v) 혼합 용액에 넣고 10분간 초음파 세척을 수행하였다.
- [0131] 2) 팁을 0.3M 옥살산 용액에서 4시간 동안 15℃, 40V의 조건으로 양극산화 시켰다.
- [0132] 3) 양극산화 후 팁을 3차 증류수에 여러 번 행구고 10분간 담가 두었다.
- [0133] 4) 팁을 크롬산 용액에 65℃를 유지하며 4시간 동안 담가 두었다.
- [0134] 5) 에칭이 끝난 팁을 3차 증류수에 여러 번 행구고 10분간 담가 두었다.
- [0135] 6) 잘 행군 팁을 30분간 초음파로 세척시켰다.
- [0136] 7) 팁을 0.3M 옥살산 용액에서 20분 동안 15℃, 40V의 조건으로 양극산화 시켰다.
- [0137] 8) 양극산화 후 팁을 3차 증류수에 여러 번 행구고 10분간 담가 두었다.
- [0138] 9) 팁을 30℃를 유지하는 인산용액에 80분간 동안 담가 두었다.
- [0139] 10) 팁을 3차 증류수에 여러 번 행구고 10분간 담가 두었다.
- [0140] 11) 팁을 황산과 과산화수소의 혼합물(부피비 2:1)에 넣어 30초간 유지시켰다.
- [0141] 12) 팁을 꺼내어 초순수를 이용하여 충분히 잘 세척하였다.

- [0142] 13) 끈이어 팁을 95% 에탄올 용액에 넣어 1시간 동안 유지시켰다.
- [0143] 14) 1시간 뒤 팁을 에탄올 용액에서 꺼내어 질소 기체를 이용하여 잘 말렸다.
- [0144] 15) 팁을 진공 데시케이터에 넣고 로터리 펌프를 이용하여 감압시켰다.
- [0145] 16) 약 15분 뒤 팁을 꺼내어 곧바로 노말 헥세인 용액에 담갔다.
- [0146] 17) 노말 헥세인 용액에 담긴 팁을 용액과 함께 글로브 박스로 옮겼다.
- [0147] 18) 로터리 펌프로 습기가 포함된 공기를 제거한 뒤 여기에 고순도 질소(99.9%이상)를 충전시켰다.
- [0148] 19) 3mM HDF5용액을 노말 헥세인 용매를 이용하여 제조하고 팁을 이 용액으로 옮겼다.
- [0149] 20) 10분 뒤 다시 팁을 노말 헥세인 용매으로 옮기고 이를 글로브 박스 밖으로 꺼냈다.
- [0150] 21) 팁을 노말 헥세인 용액으로부터 3M사의 Novec HFE-7100 용액이 담긴 비이커로 옮겼다.
- [0151] 22) 90초간 초음파 세정을 수행하였다.
- [0152] 23) 이와 같은 방법으로 제조된 팁의 물에 대한 젖음 특성을 측정하고 평가하였다.

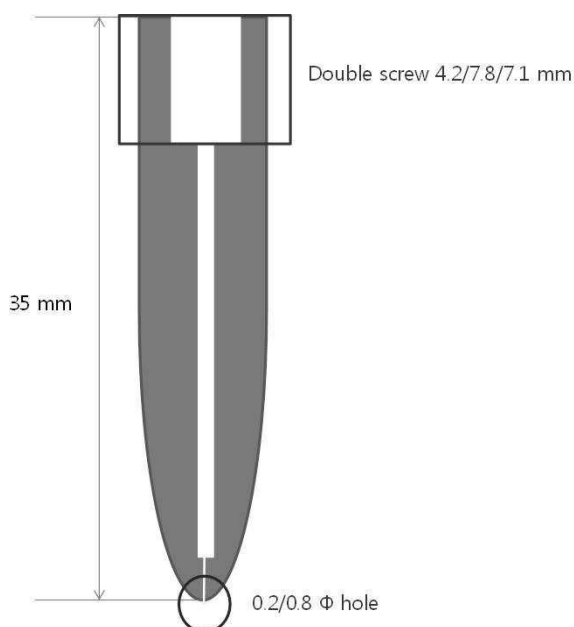
[0153] **시험예 2: 초소수성 디스펜서용 팁의 특성 평가**

[0154] 상기 실시예 3의 방법으로 제조된 팁의 물에 대한 젖음특성을 측정하고 평가하였다. 제조된 초소수성 디스펜서용 팁에 1) 물을 1분간 연속해서 뿌렸으나 둥근 팁의 표면에 전혀 젖지 않고 그대로 물방울이 굴러 떨어지며 팁이 전혀 젖지 않음을 확인할 수 있었다. 즉, 본 발명에 의해 제조된 디스펜서용 팁은 자기 세정 능력이 우수함을 확인할 수 있었다. 2) 초소수성 디스펜서용 팁을 물에 60분간 담그고 난 뒤 꺼내서 팁 표면에 물을 뿌려 보았다. 이 때, 팁 표면의 물방울이 그대로 굴러 떨어지며 팁이 전혀 젖지 않음을 확인할 수 있었다. 즉, 본 발명에 의해 제조된 디스펜서용 팁은 자기 세정 능력이 우수함을 확인할 수 있었다. 결과적으로, 실시예 3에서는 실시예 2와 동일한 성능의 디스펜서용 팁을 단축된 시간 내에 제조할 수 있었다.

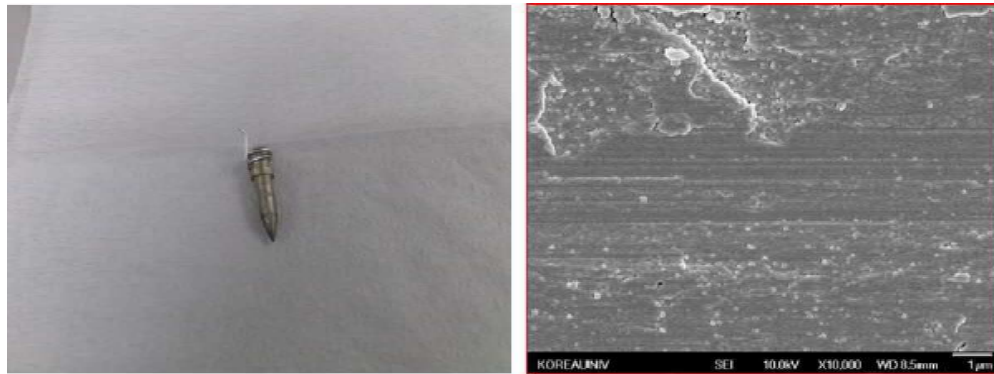
[0155] 아울러 이와 같은 방법으로 제조된 알루미늄 팁의 외관도, 실시예 2에서 제조된 것과 마찬가지로, 무광의 은색을 띄며 매우 고급스러운 질감을 나타냈다(도 8 참조).

도면

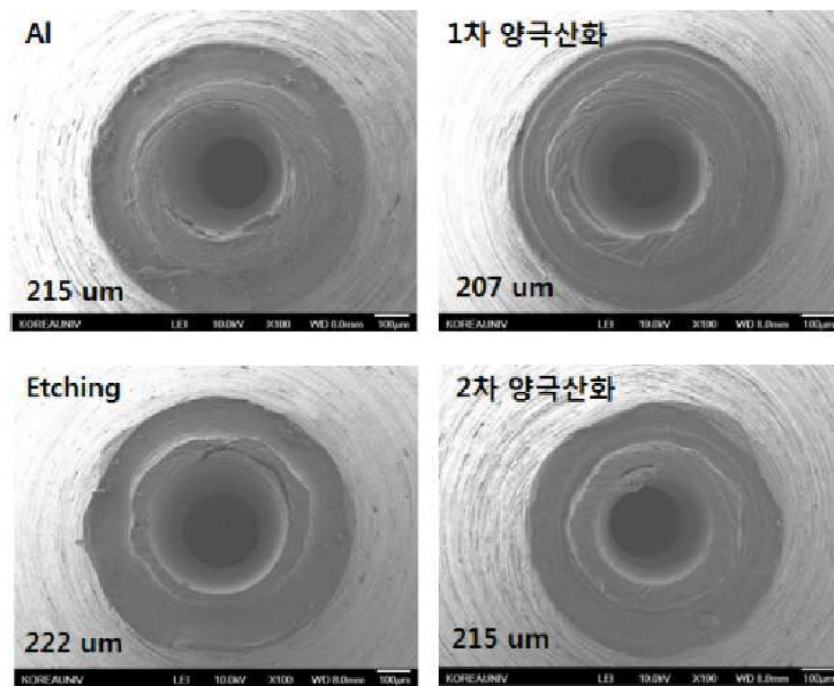
도면1



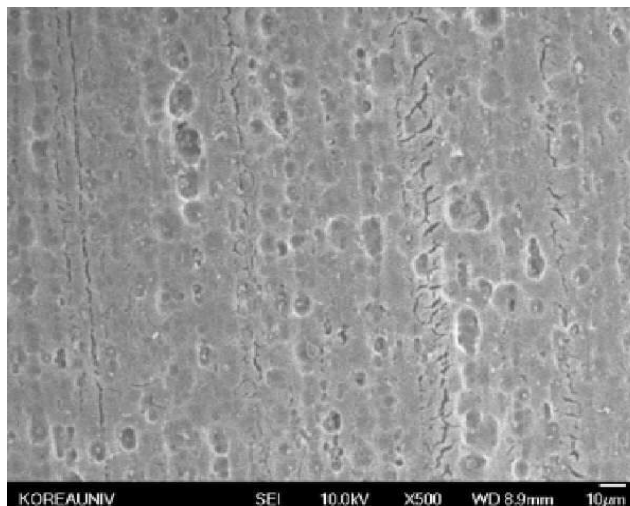
도면2



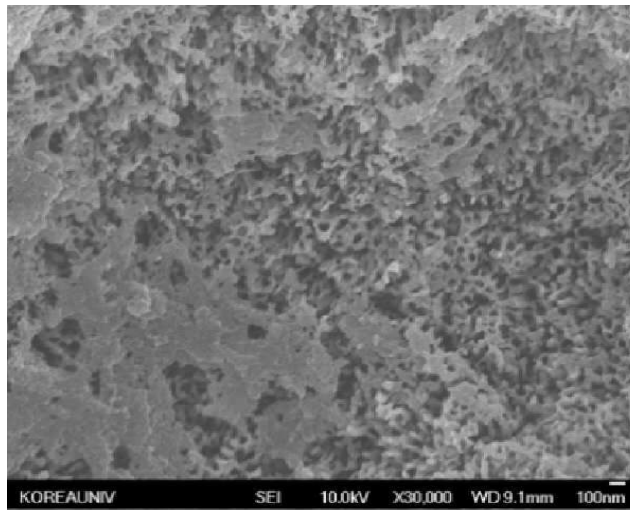
도면3



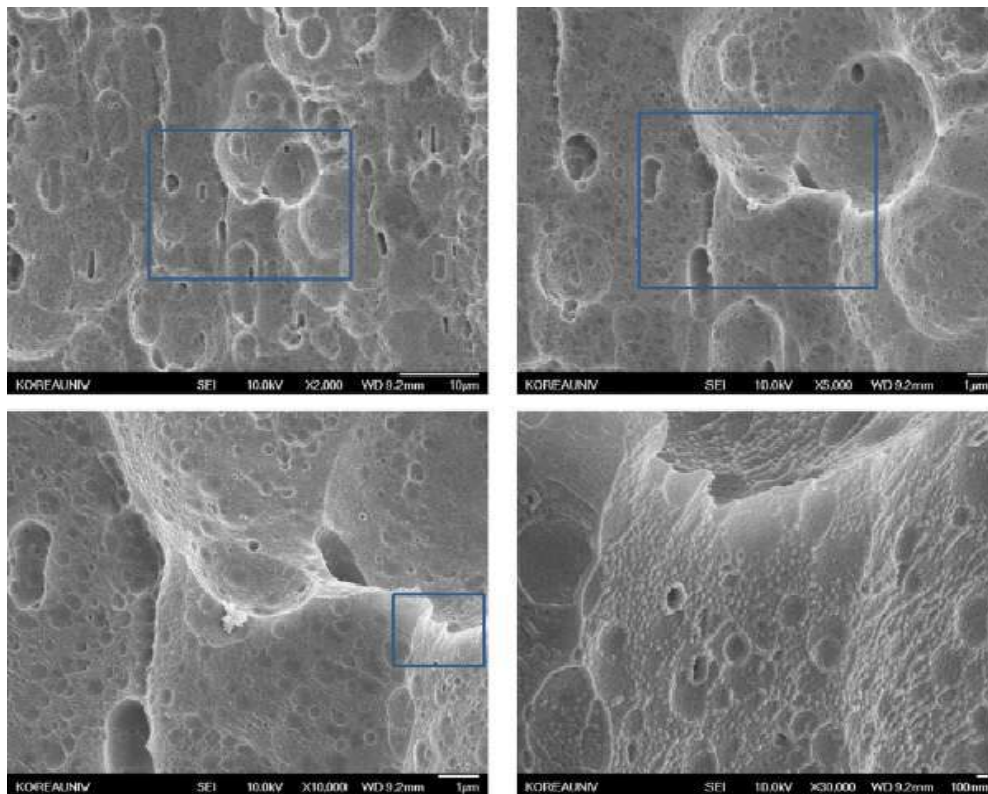
도면4



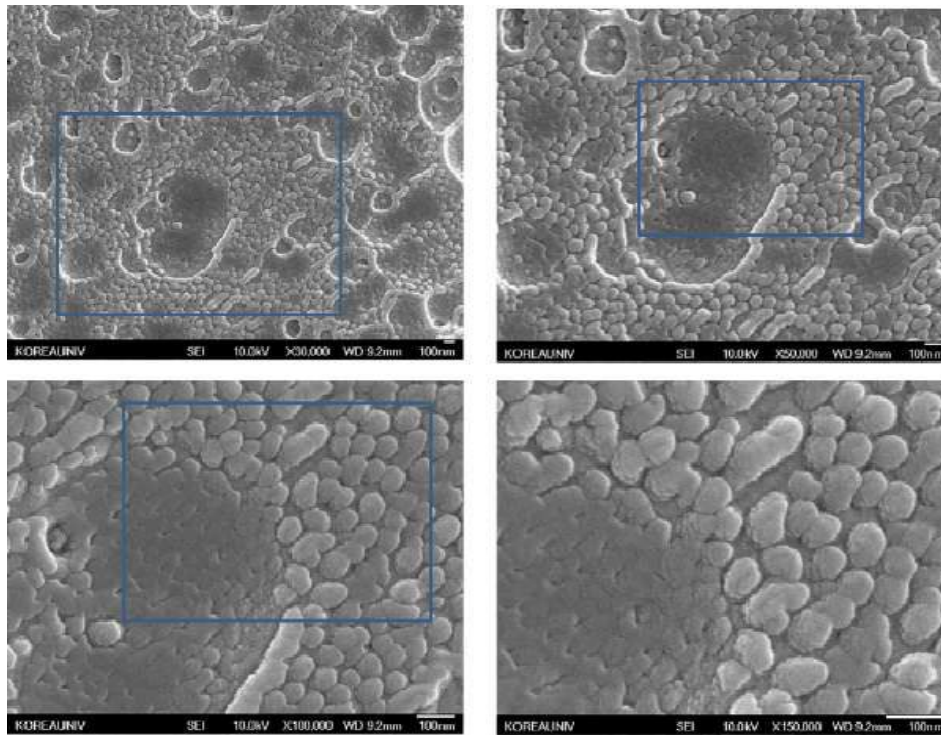
도면5



도면6



도면7



도면8

