



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2008-0063226
(43) 공개일자 2008년07월03일

(51) Int. Cl.

C09D 7/12 (2006.01) *C09D 1/00* (2006.01)
C01B 31/02 (2006.01) *B82B 3/00* (2006.01)

(21) 출원번호 10-2007-0141890

(22) 출원일자 2007년12월31일

심사청구일자 2007년12월31일

(30) 우선권주장

1020060139227 2006년12월31일 대한민국(KR)

(71) 출원인

고려대학교 산학협력단

서울 성북구 안암동5가1 고려대학교 내

(72) 발명자

임대순

서울 성북구 안암동5가 고려대학교 공학관 603

임동필

서울 성북구 안암동5가 고려대학교 제2공학관 154

(74) 대리인

현종철

전체 청구항 수 : 총 8 항

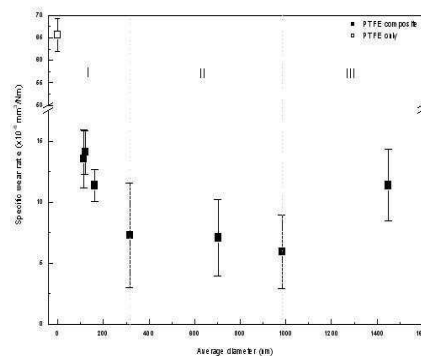
(54) PTFE 코팅용액의 제조방법

(57) 요약

PTFE 코팅용액의 제조방법이 제공된다.

본 발명에 따른 PTFE 코팅용액의 제조방법은 (a) 비이드가 담긴 용기에 유기용매와 나노 카본 분말을 혼합한 후, 임펠러를 넣고 밀봉하는 단계; (b) 상기 임펠러를 1000~3000rpm의 속도로 회전시키며 60~175분 동안 분쇄하여 평균입도가 300~1000nm인 나노 카본 입자 유기분산액을 얻는 단계; 및 (c) 상기 유기분산액을 비이드와 용기로부터 분리하고 NMP를 함유하는 비수성 PTFE 용액과 혼합하여 소성온도가 200~250℃인 PTFE 코팅용액을 제조하는 단계를 포함하는 것을 특징으로 하며, PTFE 코팅층의 마찰계수를 낮출 수 있을 뿐만 아니라, 코팅 모재에 열에 의한 악영향을 감소시킬 수 있고, 무엇보다도 비마모율을 현저히 낮출 수 있기 때문에 PTFE 코팅층의 수명을 대폭 향상시킬 수 있다.

대표도 - 도3



특허청구의 범위

청구항 1

- (a) 비이드가 담긴 용기에 유기용매와 나노 카본 분말을 혼합한 후, 임펠러를 넣고 밀봉하는 단계;
 (b) 상기 임펠러를 1000~3000rpm의 속도로 회전시키며 60~175분 동안 분쇄하여 평균입도가 300~1000nm인 나노 카본 입자 유기분산액을 얻는 단계; 및
 (c) 상기 유기분산액을 비이드와 용기로부터 분리하고 PTFE, NMP를 함유하는 비수성 PTFE 용액과 혼합하여 소성온도가 200~250℃인 PTFE 코팅용액을 제조하는 단계를 포함하는 PTFE 코팅용액의 제조방법.

청구항 2

제 1항에 있어서,

상기 나노 카본 분말은 폭발물의 폭발로부터 얻어지는 재에서 추출된 재료로서, 나노 크기의 다이아몬드 결정 주위를 비정질 카본상이 둘러싸고 있는 형태인 것을 특징으로 하는 PTFE 코팅용액의 제조방법.

청구항 3

제 1항에 있어서,

상기 비이드는 지르코니아 비드로서 직경 0.1~0.5mm인 것을 특징으로 하는 PTFE 코팅용액의 제조방법.

청구항 4

제 1항에 있어서,

상기 유기용매로 NMP를 사용하는 것을 특징으로 하는 PTFE 코팅용액의 제조방법.

청구항 5

제 1항 또는 제 4항에 있어서,

상기 유기 용매의 양은 상기 용기의 30~60 부피%이고, 상기 비이드의 양은 상기 용기의 40~70 부피%이며, 상기 나노 카본 분말의 양은 상기 유기 용매의 5~20 중량%인 것을 특징으로 하는 PTFE 코팅용액의 제조방법.

청구항 6

제 1항에 있어서,

상기 PTFE 코팅용액을 이용하여 제조된 코팅층의 비마모율이 $7.5 \times 10^{-6} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ 이하인 것을 특징으로 하는 PTFE 코팅용액의 제조방법.

청구항 7

제 1항에 있어서, 상기 PTFE 코팅용액 중의 나노카본 입자의 함량은 전체 코팅용액 대비 1~5 중량%인 것을 특징으로 하는 PTFE 코팅용액의 제조방법.

청구항 8

제 1항에 있어서, 상기 NMP를 함유하는 비수성 PTFE 용액은 PTFE의 함량이 30~40중량%이고, 폴리이미드이미드의 함량이 10~20중량%이며, NMP의 함량이 40~50중량%인 것을 특징으로 하는 PTFE 코팅용액의 제조방법.

명 세 서

발명의 상세한 설명

기술 분야

<1> 본 발명은 PTFE 코팅용액의 제조방법에 관한 것으로서, 더욱 상세하게는 마모율이 낮고 알루미늄 기재에 열에

의한 악영향을 미치지 않는 PTFE 코팅층을 제공할 수 있는 PTFE 코팅용액의 제조방법에 관한 것이다.

배경 기술

- <2> 나노 카본 입자는 여러가지 형태가 존재하지만, TNT, RDX 등의 폭발물의 폭발시 얻어지는 재료로부터 추출되는 나노 카본 입자는 수 nm 크기의 다이아몬드 결정 주위를 비정질 카본상이 둘러싸고 있는 형태의 독특한 구조를 지니고 있으며, 그 크기와 형상의 특이성 및 물리/화학적 안정성으로 인해 특히 고분자 복합재료의 필러 재료로서의 응용이 기대되는 신소재이다.
- <3> 폭발로 얻어진 재에는 나노 카본 입자 외에도 흑연 및 각종 불순물이 공존하므로 이를 제거하기 위해서는 H_2SO_4 , 또는 HNO_3 등의 강산으로 불순물 상을 녹이고 정제수로 세척 후 건조시키는 정제과정을 거치게 된다. 정제된 나노 카본 입자의 기본 입자 크기는 직경 5~10nm 정도로 매우 작아서 체적 대비 표면적이 극도로 크기 때문에 불가피하게 서로 응집하여 이를 물리적으로 분리하기 매우 어려운 이른바 'hard aggregate'를 형성하여 각각의 기본 입자들이 크고 단단하게 뭉쳐 실제적으로는 수백 nm 내지 수 μm 직경의 입자처럼 존재하게 된다.
- <4> 따라서, 건조상태에서 나노 단위의 상기 나노 카본 입자를 얻기는 불가능하여, 상기 나노 카본 입자의 높은 활용 가능성에도 불구하고 적합한 분쇄 및 분산 기술이 확립되지 않아 응용에 많은 제한을 받고 있다.
- <5> 따라서, 나노 카본 입자를 복합재료의 필러로서 사용하기 위해선 용매에 적절히 분산시킨 용액을 이용하는 것이 가장 합리적이다. 분산 용매는 이후 사용 목적에 따라 크게 수용액과 유기 용매로 구분할 수 있는데, 종래 기술에서는 수용액 중에서 초음파, 매체 밀링, 고에너지 볼밀링 등 물리적 분쇄 방법을 이용하여 기계적으로 분쇄하는 방법과 적당한 계면활성제를 이용하는 방법 및 pH를 4~5로 조절함으로써, 입자 표면의 정전기적 반발력을 이용하여 분산시키는 방법이 주류를 이루고 있었다. 이처럼 수용액 중에 나노 카본 입자를 초음파를 이용하여 분쇄하는 방법은 분쇄 결과 얻어지는 입자의 크기가 여전히 크기 때문에 응용에 한계가 있으며, 계면 활성제를 첨가하는 경우에는 이후 이를 이용하여 복합재를 제조하는 경우 상기 나노 카본 입자와 혼화되는 물질 간에 계면 결합력이 저하되는 등의 문제점이 있었다. 특히, 상기 어떠한 방법을 사용하는 경우라도 분산매로서 물을 사용하는 방법의 경우, 상기 얻어진 나노 카본 입자 분산 수용액을 고분자 소재에 응용할 수가 없다는 문제점이 있다. 이는 고분자 소재의 대부분이 소수성을 나타내기 때문에 혼화성이 매우 떨어지며, 상기 나노 카본 입자 분산 수용액은 기타 유기 용매와도 친화성이 떨어지기 때문이었다.
- <6> 한편, 대한민국 공개특허공보 제2007-81566호에는 수용성 PTFE 수용액에 수분산 나노카본 입자를 혼입하여 자동 차용 피스톤 스커트부를 코팅하는 방법이 개시되어 있으나, 수용상이기 때문에 소성온도가 350℃ 이상으로써 모재의 변형 또는 응력초래 등 열에 의한 악영향을 미친다는 단점이 있으며, 나노카본 입자를 사용함에도 마모율(wear rate)이 여전히 높다는 단점이 있었다.

발명의 내용

해결 하고자하는 과제

- <7> 따라서, 본 발명이 해결하고자 하는 과제는 코팅시 소성온도가 낮아서 모재에 열에 의한 악영향이 없고, 마찰계수와 마모율이 매우 낮은 PTFE 코팅용액의 제조방법을 제공하는 것이다.

과제 해결수단

- <8> 본 발명은 상기 과제를 달성하기 위하여,
- <9> (a) 비이드가 담긴 용기에 유기용매와 나노 카본 분말을 혼합한 후, 임펠러를 넣고 밀봉하는 단계;
- <10> (b) 상기 임펠러를 1000~3000rpm의 속도로 회전시키며 50~175분 동안 분쇄하여 평균입도가 300~1000nm인 나노 카본 입자 유기분산액을 얻는 단계; 및
- <11> (c) 상기 유기분산액을 비이드와 용기로부터 분리하고 NMP를 함유하는 비수성 PTFE 용액과 혼합하여 소성온도가 200~250℃인 PTFE 코팅용액을 제조하는 단계를 포함하는 PTFE 코팅용액의 제조방법을 제공한다.
- <12> 본 발명의 일 실시예에 의하면, 상기 나노 카본 분말은 폭발물의 폭발로부터 얻어지는 재에서 추출된 재료로서, 나노 크기의 다이아몬드 결정 주위를 비정질 카본상이 둘러싸고 있는 형태인 것이 바람직하다.
- <13> 본 발명의 다른 실시예에 의하면, 상기 비이드는 지르코니아 비드로서 직경 0.1~0.5mm인 것일 수 있다.

- <14> 한편, 본 발명의 일 실시예에서 사용되는 상기 유기용매는 NMP인 것이 바람직하다.
- <15> 또한, 상기 유기 용매의 양은 상기 용기의 30~60 부피%이고, 상기 비이드의 양은 상기 용기의 40~70 부피%이며, 상기 나노 카본 분말의 양은 상기 유기 용매의 5~20 중량%인 것일 수 있다.
- <16> 본 발명의 바람직한 실시예에 의하면, 상기 PTFE 코팅용액을 이용하여 제조된 코팅층의 비마모율이 $7.5 \times 10^{-6} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ 이하일 수 있다.
- <17> 본 발명의 또 다른 실시예에 의하면, 상기 PTFE 코팅용액 중의 나노카본 입자의 함량은 전체 코팅용액 대비 1~5 중량%인 것이 바람직하다.
- <18> 또한, 상기 NMP를 함유하는 비수성 PTFE 용액은 PTFE의 함량이 30~40중량%이고, 폴리아미드이미드의 함량이 10~20중량%이며, NMP의 함량이 40~50중량%인 것일 수 있다.
- <19> 이하, 본 발명을 더욱 상세히 설명한다.
- <20> 본 발명은 나노 카본 입자를 분산시키기 위하여 종래의 물 대신에 유기용매를 사용함으로써 소성온도를 250℃ 이하로 낮출 수 있어서 코팅 모재에 열에 의한 악영향을 감소시킬 수 있고, 적절한 유기 용매를 선택하는 것에 의해 나노 카본 입자의 분산성을 향상시킬 수 있을 뿐만 아니라, 상기 나노 카본 입자의 평균입도가 300~1000nm으로 조절하는 것에 의해 코팅층의 마찰계수를 낮춤과 동시에 비마모율도 현저히 낮출 수 있어서, 코팅층의 수명을 대폭향상시킬 수 있는 PTFE 코팅용액의 제조방법에 관한 것이다.
- <21> 본 발명에 따른 PTFE 코팅용액의 제조방법은 (a) 비이드가 담긴 용기에 유기용매와 나노 카본 분말을 혼합한 후, 임펠러를 넣고 밀봉하는 단계; (b) 상기 임펠러를 1000~3000rpm의 속도로 회전시키며 60~175분 동안 분쇄하여 평균입도가 300~1000nm인 나노 카본 입자 유기분산액을 얻는 단계; 및 (c) 상기 유기분산액을 비이드와 용기로부터 분리하고 NMP를 함유하는 비수성 PTFE 용액과 혼합하여 소성온도가 200~250℃인 PTFE 코팅용액을 제조하는 단계를 포함하는 것을 특징으로 한다.
- <22> 이미 언급한 바와 같이, 상기 나노 카본 입자 분말은 폭발물의 폭발시 얻어지는 재료로부터 추출된 재료로서, 나노 크기의 다이아몬드 결정 주위를 비정질 카본상이 둘러싸고 있는 형태이며, 상기 입자 이외의 불순물을 제거한 후, 상기 나노 카본 입자의 평균 직경은 5~10nm이지만, 표면적이 매우 크기때문에 서로 응집되어 수백 nm 내지 수 μm 의 직경을 가지는 입자처럼 존재하게 된다.
- <23> 본 발명에 따른 분산방법에서, 상기 비이드는 당업계에서 통상적으로 사용되는 것인 한, 특별히 제한되지 않으며, 예를 들어, 지르코니아, 알루미늄 또는 실리카 비드일 수 있다.
- <24> 상기 비드의 직경은 0.1~0.5mm인 것이 바람직한데, 비이드의 직경이 0.1mm미만이면 분쇄 후의 용액과 분리 및 취급이 곤란하며, 파괴된 비이드에 의한 오염문제가 생길 염려가 있고, 직경이 0.5mm를 초과하는 때에는 상기 나노 카본 입자를 나노미터 단위로 분쇄하기가 불가능하다.
- <25> 본 발명에 사용되는 유기용매는 고분자 재료와의 친화력, 상용성이 좋은 유기용매인 한 특별히 제한되는 것은 아니며, 예를 들어, N-메틸 피롤리돈(NMP)일 수 있는데, 통상적으로 구입가능한 비수성 PTFE 용액 중에는 NMP가 약 50% 정도 함유되어 있기 때문에 상기 유기용매로서 NMP를 사용하는 경우에는 상용성이 증가하기 때문에 바람직하다.
- <26> 이미 언급한 바와 같이, 상기 나노 카본 입자 분말은 폭발물의 폭발시 얻어지는 재료로부터 추출된 재료로서, 나노 크기의 다이아몬드 결정 주위를 비정질 카본상이 둘러싸고 있는 형태이며, 상기 입자 이외의 불순물을 제거한 후, 상기 나노 카본 입자의 평균 직경은 5~10nm이지만, 표면적이 매우 크기때문에 서로 응집되어 수백 nm 내지 수 μm 의 직경을 가지는 입자처럼 존재하게 된다.
- <27> 본 발명에 있어서, 상기 유기용매의 양은 상기 비이드의 공극 이상의 양으로 투입하는 것이 필요하며, 장비에 따라 용기의 용량, 임펠러의 형상 및 부피 등이 달라지며 이에 따라 유기용매의 양과 비드의 양도 달라질 수 있다. 일반적으로 배치형(batch type)인 경우 상기 유기용매의 양은 상기 용기의 30~60 부피%이고, 상기 비이드의 양은 상기 용기의 40~70 부피%이며, 상기 나노 카본 분말의 양은 상기 유기 용매의 5~20 중량%인 것이 바람직한데, 상기 부피% 범위를 벗어나는 경우에는 분쇄효율이 떨어질 염려가 있다.
- <28> 한편, 상기 나노 카본 입자 분말의 양이 5 중량% 미만인 때에는 고형량이 너무 작아서 효율이 떨어지며, 20 중량%를 초과하는 때에는 분산용액의 점도가 높아져서 분쇄효율이 저하되고 분쇄 후 비이드와의 분리과정이 곤란

할 염려가 있다.

- <29> 상기 임펠러의 회전속도는 1000~3000rpm인 것이 바람직한데, 1000rpm 미만의 회전속도에서는 충분한 분쇄가 일어나지 않으며 3000rpm을 초과하면 비이드가 파쇄되어 불순물이 혼입될 우려가 있다.
- <30> 본 발명에서 분쇄 및 분산시간(밀링 시간)은 60~175분인 것이 바람직한데, 상기 시간 미만인 경우에는 분쇄가 충분하지 않아서 나노 카본 입자의 평균입경이 1000nm를 초과할 우려가 있고, 175분을 초과하는 경우에는 나노 카본 입자의 평균입경이 300 nm 미만으로 너무 작아질 우려가 있기 때문에 바람직하지 않다. 만일 나노 카본 입자의 평균입경이 300nm 미만인 때에는 후술하는 바와 같이 PTFE 코팅층의 마모율이 상승하는 역효과가 발생하게 된다.
- <31> 본 발명에 따라 제조된 PTFE 코팅용액을 이용하여 얻어진 코팅층의 비마모율은 $7.5 \times 10^{-6} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ 이하인 것이 바람직한데, 이는 나노 카본 입자를 함유하지 않는 순수한 종래의 PTFE 코팅용액을 이용하여 제조된 코팅층의 비마모율에 비하여 10배 이상 낮은 수치이다. 따라서, 본 발명에 따른 PTFE 코팅용액을 사용하여 코팅층을 제조하게 되면 마모율이 매우 낮고 강한 코팅층을 얻을 수 있다.
- <32> 한편, 본 발명에 따른 상기 PTFE 코팅용액 중의 나노카본 입자의 함량은 전체 코팅용액 대비 1~5 중량%인 것이 바람직한데, 1중량% 미만인 때에는 나노 카본 입자를 첨가하는 효과를 얻기 힘들고, 5 중량%를 초과하는 때에는 나노 카본 입자의 양이 너무 많아서 코팅층의 물성이 오히려 떨어질 염려가 있다.
- <33> 또한, 상기 NMP를 함유하는 비수성 PTFE 용액은 PTFE의 함량이 30~40중량%이고, 폴리아미드이미드의 함량이 10~20중량%이며, NMP의 함량이 40~50중량%인 것이 바람직한데, 상기 수치 범위 내이어야만 나노 카본 입자 유기 분산액과의 상용성이 우수하고, 200~250℃의 소성온도에서 소성이 가능하다.
- <34> 한편, 본 발명에 따라 제조된 PTFE 코팅용액을 이용하여 자동차 피스톤 스커트 등의 금속 소재에 코팅한 후에는 소성을 해야 하는데, 소성온도가 200~250℃이기 때문에 알루미늄 합금 등으로 이루어진 금속 소재의 변형 또는 응력을 초래할 우려가 없다는 장점이 있다.
- <35>

효 과

- <36> 본 발명에 따르면 PTFE 코팅층의 마찰계수를 낮출 수 있을 뿐만 아니라, 코팅 소재에 열에 의한 악영향을 감소시킬 수 있고, 무엇보다도 비마모율을 현저히 낮출 수 있기 때문에 PTFE 코팅층의 수명을 대폭 향상시킬 수 있다.

발명의 실시를 위한 구체적인 내용

- <37> 이하, 바람직한 실시예를 들어 본 발명을 더욱 상세하게 설명하지만, 본 발명이 이에 의해 제한되는 것은 아니다.
- <38> 실시예 1
- <39> 냉각 설비가 갖추어진 테프론 용기(1L)에 직경 0.3mm의 지르코니아 비이드 500ml을 담고 이에 NMP 380ml, 나노 카본 입자 분말(중국 Shenzhen사 제조) 20g을 첨가한 후 테프론 임펠러를 도입한 후 상기 용기를 밀봉하였다. 그 다음 상기 임펠러를 이용하여 1000rpm속도로 밀링하였다. 이때, 회전간 마찰열을 해소하기 위해 상기 테프론 용기는 냉각수로 냉각하였으며, 60분간 밀링하여 평균 입도가 1000nm인 안정한 분산 용액을 얻었다. 다음으로, 상기 나노 카본 입자 슬러리를 필터링하여 비이드를 제거한 후, 비수성 PTFE 용액(Daikin사 제조, 40중량% PTFE, 10중량% 폴리아미드이미드 및 NMP 잔량)과 혼합하여 나노 카본 입자의 함량이 1중량%인 PTFE 코팅용액을 제조하였다.
- <40> 실시예 2
- <41> 밀링시간을 110분으로 하여 평균 입도가 700nm인 안정한 분산용액을 얻은 것을 제외하고는 상기 실시예 1과 동일한 방법으로 나노 카본 입자의 함량이 1중량%인 PTFE 코팅용액을 제조하였다.
- <42> 실시예 3
- <43> 밀링시간을 175분으로 하여 평균 입도가 300nm인 안정한 분산용액을 얻은 것을 제외하고는 상기 실시예 1과 동

일한 방법으로 나노 카본 입자의 함량이 1중량%인 PTFE 코팅용액을 제조하였다.

<44> 비교예 1

<45> 나노 카본 입자 분말(중국 Shenzhen사 제조, 평균입도 1450nm)을 밀링을 하지 않고 비수성 PTFE 용액(Daikin사 제조, 40중량% PTFE, 10중량% 폴라아미드이미드 및 NMP 잔량)과 혼합하여 나노 카본 입자의 함량이 1중량%인 PTFE 코팅용액을 제조하였다.

<46> 비교예 2

<47> 밀링시간을 270분으로 하여 평균 입도가 150nm인 안정한 분산용액을 얻은 것을 제외하고는 상기 실시예 1과 동일한 방법으로 나노 카본 입자의 함량이 1중량%인 PTFE 코팅용액을 제조하였다.

<48> 비교예 3

<49> 밀링시간을 360분으로 하여 평균 입도가 120nm인 안정한 분산용액을 얻은 것을 제외하고는 상기 실시예 1과 동일한 방법으로 나노 카본 입자의 함량이 1중량%인 PTFE 코팅용액을 제조하였다.

<50> 비교예 4

<51> 밀링시간을 380분으로 하여 평균 입도가 110nm인 안정한 분산용액을 얻은 것을 제외하고는 상기 실시예 1과 동일한 방법으로 나노 카본 입자의 함량이 1중량%인 PTFE 코팅용액을 제조하였다.

<52> 시험예 1

<53> 입도 분포 테스트

<54> 상기 실시예 1~3 및 비교예 1~4에서 얻어진 나노 카본 입자 분산용액을 포함하는 실험군에 대하여 밀링시간에 따른 평균입도를 측정하여 그 결과를 도 1에 도시하였다. 상기 입도분석은 밀링이 끝나고 난 후의 나노 카본 입자 분산용액을 약 100배 희석 후 입도분석을 실시하였다. 사용 장비는 Zetasizer Nano ZS(Malvern Co.)였고, 용액의 점도는 1.7cP이고, 굴절률은 1.487이며, 입자의 굴절률을 2.14로 설정하였다. 도 1을 참조하면, 밀링 시간에 따라 나노 카본 입자의 평균입도가 감소하며 180분까지는 직선적으로 감소하고 그 이후부터 240분까지는 서서히 감소하다가 그 이후에는 감소의 폭이 매우 작다는 것을 확인할 수 있다.

<55> 시험예 2

<56> 마찰계수 및 비마모율의 측정

<57> 알루미늄 기재(25x35x3mm)를 알칼리 에칭한 후, 상기 실시예 1~3 및 비교예 1~4에서 얻어진 나노 카본 입자 분산용액과 나노 카본 입자를 전혀 첨가하지 않은 순수한 PTFE코팅용액을 스크린 프린팅한 다음, 240℃에서 30분간 소성하여 각각 15μm 두께의 PTFE 코팅층을 얻었다. 다음으로, ball on reciprocating flat 타입 마모기를 사용하여 마찰계수(friction coefficient)와 비마모율(specific wear rate)을 측정하였다. 여기에서 베어링 스틸 볼(bearing steel ball)의 직경은 12.7mm이고 표면 거칠기(roughness)는 0.01μm 이하였다. 모든 테스트는 33.3N의 하중 및 0.025m/s의 슬라이딩 속도로 30분간 진행하였고 그 결과를 도 2 및 도 3에 도시하였다. 도 2를 참조하면, 마찰계수는 나노 카본 입자의 평균입도가 감소할수록 조금씩 줄어든다는 것을 확인할 수 있다. 이는 나노 카본 입자가 첨가됨으로써 접촉면적이 감소하는 것에 의한 것으로 해석될 수 있다. 그러나, 도 3을 참조하면, 나노 카본 입자의 평균입도가 300nm가 될 때까지는 비마모율이 나노 카본 입자의 크기에 따라 현저히 감소하지만, 300nm 미만에서는 오히려 비마모율이 증가하는 것을 알 수 있다. 특히 나노 카본 입자의 평균입도가 1000nm 인 경우에는 순수한 PTFE 코팅의 경우보다 1 오더(order) 이상 감소하는 결과를 얻었다. 즉, 나노 카본 입자의 크기가 1400nm에서 1000nm까지 감소함(III 영역)에 따라 비마모율은 상당히 감소하며, 1000nm에서 300nm까지(II 영역)는 거의 일정하게 유지되다가, 300nm 미만으로 되면(I 영역) 다시 증가하는 결과를 확인할 수 있다. 본 발명에 따른 PTFE 코팅용액을 이용하여 제조된 PTFE 코팅층의 비마모율은 $7.5 \times 10^{-6} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ 이하로서 순수한 PTFE 코팅층의 비마모율인 $65 \times 10^{-6} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ 와 비교할 때에 현저히 낮은 값이며, 비교예 1~4에 의해 제조된 PTFE 코팅용액을 사용하여 얻어진 PTFE 코팅층의 비마모율과 비교할 때에 최대 50% 이상 감소시킬 수 있다.

<58> 시험예 3

<59> SEM 이미지 테스트

<60> 상기 시험예 2에 의한 마모 테스트를 거친 시편에 대하여 SEM 이미지를 측정하고 그 결과를 도 4에 도시하였다.

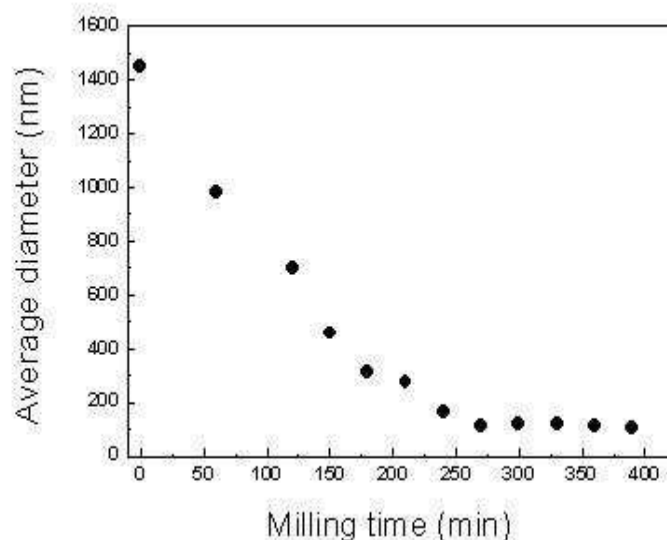
도 4(a)는 비교예 1에 의한 코팅 시편, 도 4(b)는 실시예 1에 의한 코팅 시편, 도 4(c)는 비교예 3에 의한 코팅 시편에 대하여 시험예 2에 의한 마모 테스트를 거친 후의 표면 SEM 사진이다. 도 4를 참조하면, 나노 카본 입자의 평균입도가 1450nm인 경우에 대한 도 4(a)와 120nm인 도 4(c)의 경우에는 크랙이 매우 많은데 비하여 실시예 1의 경우에는 크랙이 거의 없다는 것을 확인할 수 있다. 그 이유는 나노 카본 입자의 크기가 작아질수록 코팅의 물성을 강하게 하는 강화효과도 증가하지만 평균입도가 300nm 미만인 때에는 필러인 나노 카본 입자의 수가 너무 많아져서 상기 입자와의 PTFE와의 계면이 증가하는데, 나노 카본 입자와 PTFE의 점착력은 매우 떨어지기 때문에 이러한 점착력이 떨어지는 계면에서 크랙이 발생하며, 상기 나노 카본 입자의 크기가 300nm 미만인 때에는 이러한 크랙의 발생율이 증가하기 때문으로 판단된다.

도면의 간단한 설명

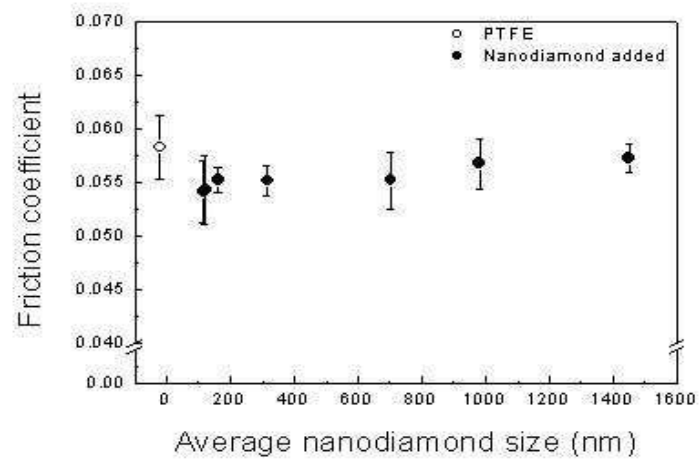
- <61> 도 1은 실시예 1~3 및 비교예 1~4에서 얻어진 나노 카본 입자 분산용액을 포함하는 실험군에 대하여 밀링시간에 따른 평균입도를 나타내는 도면이다.
- <62> 도 2는 실시예 1~3 및 비교예 1~4에서 얻어진 나노 카본 입자 분산용액과 나노 카본 입자를 전혀 첨가하지 않은 순수한 PTFE코팅용액을 사용하여 제조된 PTFE 코팅층에 대한 마찰계수를 나타내는 도면이다.
- <63> 도 3은 실시예 1~3 및 비교예 1~4에서 얻어진 나노 카본 입자 분산용액과 나노 카본 입자를 전혀 첨가하지 않은 순수한 PTFE코팅용액을 사용하여 제조된 PTFE 코팅층에 대한 비마모율을 나타내는 도면이다.
- <64> 도 4(a)는 비교예 1에 의한 코팅 시편에 대하여 시험예 2에 의한 마모 테스트를 거친 후의 표면 SEM 사진이다.
- <65> 도 4(b)는 실시예 1에 의한 코팅 시편에 대하여 시험예 2에 의한 마모 테스트를 거친 후의 표면 SEM 사진이다.
- <66> 도 4(c)는 비교예 3에 의한 코팅 시편에 대하여 시험예 2에 의한 마모 테스트를 거친 후의 표면 SEM 사진이다.

도면

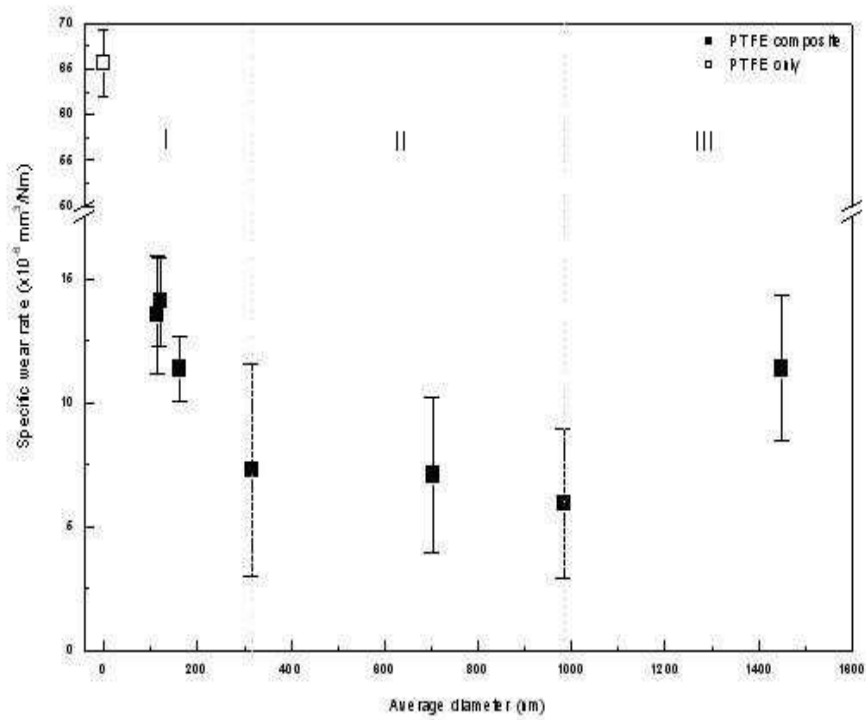
도면1



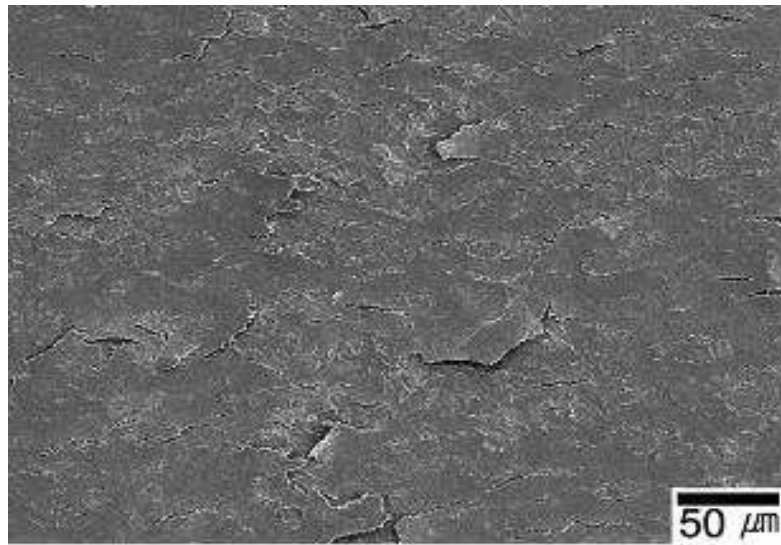
도면2



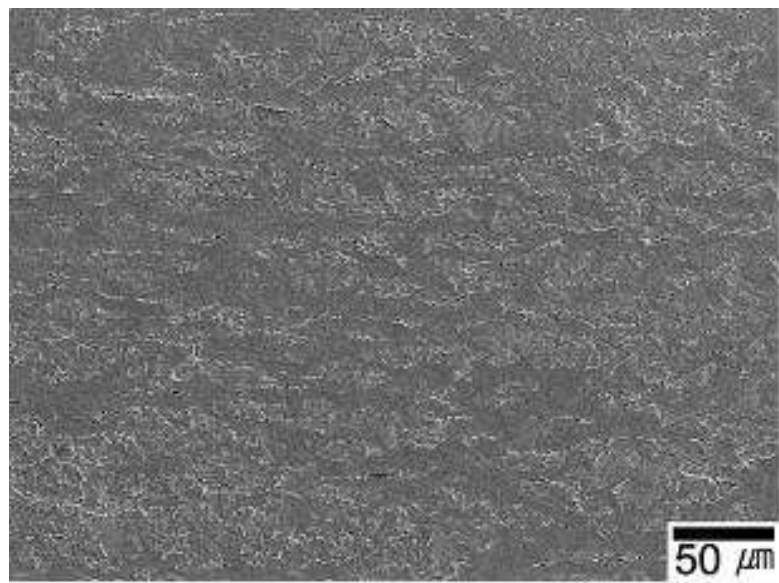
도면3



도면4a



도면4b



도면4c

