



(19) 대한민국특허청(KR)

(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2018년04월12일

(11) 등록번호 10-1848195

(24) 등록일자 2018년04월05일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)

B05D 7/24 (2006.01) B05D 1/00 (2006.01)

B05D 3/02 (2006.01) B05D 5/00 (2006.01)

B05D 7/02 (2006.01) C09D 7/12 (2006.01)

(52) CPC특허분류

B05D 7/24 (2013.01)

B05D 1/005 (2013.01)

(21) 출원번호 10-2017-0005482

(22) 출원일자 2017년01월12일

심사청구일자 2017년01월12일

(56) 선행기술조사문헌

JP2000238191 A*

KR1020130039339 A

KR1020050050597 A

KR1020090094858 A

*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자

건양대학교산학협력단

충청남도 논산시 대학로 121 (내동)

(72) 발명자

송기창

대전광역시 유성구 전민로 18 (전민동)

이병화

서울특별시 광진구 광나루로56길 29 현대프라임아파트 10동 404호

안치용

인천광역시 서구 장교개로309번길 19 403동 906호 (가좌동, 진주아파트)

(74) 대리인

김대영

전체 청구항 수 : 총 4 항

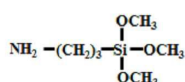
심사관 : 김민정

(54) 발명의 명칭 아미노실란과 콜로이드 실리카를 이용한 친수성 코팅 도막 및 이의 제조방법

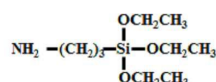
(57) 요약

발명은 아미노실란과 콜로이드 실리카를 이용한 친수성 코팅 도막 및 이의 제조방법에 관한 것으로, 실리카 수 용액의 pH를 염기성으로 조절한 후 아미노실란을 반응시켜 친수성 코팅 용액을 제조하는 방법과 에폭시실란을 아민계의 가교제를 사용하여 친수성 코팅용액을 제조하는 방법과는 달리, 아미노실란을 물로 가수분해 시킨 후 가수분해 된 아미노실란을 콜로이드 실리카와 반응시켜 친수성 코팅 도막을 손쉽게 제조할 수 있는 것을 특징으로 한다.

대표도 - 도2



3-aminopropyltrimethoxysilane



3-aminopropyltriethoxysilane

(52) CPC특허분류

B05D 3/0254 (2013.01)

B05D 5/00 (2013.01)

B05D 7/02 (2013.01)

C09D 7/61 (2018.01)

C09D 7/63 (2018.01)

공지예외적용 : 있음

명세서

청구범위

청구항 1

아미노실란인 APTES(3-aminopropyltriethoxysilane) 또는 APTMS(3-aminopropyltrimethoxysilane)을 가수분해하여 제 1용액을 획득하는 S10단계;

제 1용액에 콜로이드 실리카인 SS-Sol30을 첨가하여 친수성 코팅제인 제 2용액을 획득하는 S20단계; 및

제 2용액을 polycarbonate (PC) 기재 위에 스핀 코팅한 후, 열 경화시켜 친수성 코팅 도막을 완성하는 S30단계;를 포함하되,

상기 S10단계는 아미노실란인 APTES 또는 APTMS를 가수분해하기 위해 물을 첨가한 후 상온에서 5분 ~ 15분 동안 교반한 후 60℃ ~ 80℃로 승온하여 50min ~ 1hr 10min 동안 더 교반 후 제 1용액을 획득하고,

상기 S20단계는 제 1용액에 콜로이드 실리카인 SS-Sol30을 첨가하고 3 ~ 5시간 동안 60 ~ 80℃에서 반응시켜 제 2용액을 획득하는 것을 특징으로 하는 아미노실란과 콜로이드 실리카를 이용한 친수성 코팅 도막의 제조방법.

청구항 2

삭제

청구항 3

삭제

청구항 4

제 1항에 있어서,

상기 S20단계에서 상기 제 1용액 100중량부에 15 ~ 20nm 입자크기의 콜로이드 실리카인 SS-Sol30를 30중량부 ~ 200중량부 첨가시켜 구성되는 것을 특징으로 하는 아미노실란과 콜로이드 실리카를 이용한 친수성 코팅 도막의 제조방법.

청구항 5

제 1항에 있어서,

상기 S30단계에서 건조오븐에서 110 ~ 130℃에서 1 ~ 3hr 동안 열경화시키는 것을 특징으로 하는 아미노실란과 콜로이드 실리카를 이용한 친수성 코팅 도막의 제조방법.

청구항 6

제1항, 제4항, 제5항 중 어느 한 항의 제조방법을 통해 제조된 것을 특징으로 하는 아미노실란과 콜로이드 실리카를 이용한 친수성 코팅 도막.

발명의 설명

기술 분야

본 발명은 아미노실란과 콜로이드 실리카를 이용한 친수성 코팅 도막 및 이의 제조방법에 관한 것으로, 보다 상세하게는 실리카 수용액의 pH를 염기성으로 조절한 후 아미노실란을 반응시켜 친수성 코팅 용액을 제조하는 방법과 에폭시실란을 아민계의 가교제를 사용하여 친수성 코팅용액을 제조하는 방법과는 달리, 아미노실란을 물로

[0001]

가수분해시킨 후 가수분해 된 아미노실란을 콜로이드 실리카와 반응시켜 친수성 코팅 도막을 손쉽게 제조할 수 있는 아미노실란과 콜로이드 실리카를 이용한 친수성 코팅 도막 및 이의 제조방법에 관한 것이다.

배경 기술

- [0002] 일반적으로 플라스틱 표면이 저온 환경에서 고온 다습한 환경으로 전이되어 그 표면 온도가 대기의 이슬점 보다 낮아질 경우, 수증기가 플라스틱 표면에 응축되어 높은 접촉각을 갖는 물방울이 다량으로 존재하게 되는데 이를 김서림이라 한다.
- [0003] 이러한 김서림 현상을 방지하기 위해서는 플라스틱 표면을 친수화 함으로써 가능하다.
- [0004] 친수화 하기 위한 가장 보편적인 방법은 플라스틱 표면에 친수성 계면활성제를 도포하거나 또는 플라스틱 제조 중에 친수성 계면활성제를 수지에 혼합하여 넣는 방법이 실용화되어 있다.
- [0005] 그러나 이러한 방법들은 도포된 계면활성제가 물에 의해 쉽게 유출되거나, 혼합된 계면활성제가 플라스틱 표면으로부터 쉽게 방출되어 친수성이 오래 지속되지 못하다는 단점이 있다.
- [0006] 이러한 단점을 해결하기 위해 장기 친수성을 나타내는 친수성 코팅 필름의 개발이 필요하다.

선행기술문헌

특허문헌

- [0007] (특허문헌 0001) 대한민국 특허공개 제10-2015-0119580호

발명의 내용

해결하려는 과제

- [0008] 본 발명은 상기와 같은 문제점을 감안하여 안출된 것으로, 본 발명의 목적은, 아미노실란을 물로 가수분해 시킨 후 가수분해 된 아미노실란을 콜로이드 실리카와 반응시켜 친수성 코팅 도막을 손쉽게 제조할 수 있는 아미노실란과 콜로이드 실리카를 이용한 친수성 코팅 도막 및 이의 제조방법을 제공하는데 있다.

과제의 해결 수단

- [0009] 상기와 같은 목적을 위해 본 발명의 아미노실란과 콜로이드 실리카를 이용한 친수성 코팅 도막의 제조방법은 아미노실란인 APTES(3-aminopropyltriethoxysilane) 또는 APTMS(3-aminopropyltrimethoxysilane)을 가수분해하여 제 1용액을 획득하는 S10단계;와, 제 1용액에 콜로이드 실리카인 SS-So130을 첨가하여 친수성 코팅제인 제 2용액을 획득하는 S20단계; 및 제 2용액을 polycarbonate (PC) 기재 위에 스핀 코팅한 후, 열 경화시켜 친수성 코팅 도막을 완성하는 S30단계;를 포함하여 이루어지되, 상기 S10단계는 아미노실란인 APTES 또는 APTMS를 가수분해하기 위해 물을 첨가한 후 상온에서 5분 ~ 15분 동안 교반한 후 60℃ ~ 80℃로 승온하여 50min ~ 1hr 10min 동안 더 교반 후 제 1용액을 획득하고, 상기 S20단계는 제 1용액에 콜로이드 실리카인 SS-So130을 첨가하고 3 ~ 5시간 동안 60 ~ 80℃에서 반응시켜 제 2용액을 획득하는 것을 특징으로 한다.
- [0010] 삭제
- [0011] 삭제
- [0012] 삭제
- [0013] 삭제

- [0015] 제 4발명은, 제 1발명에서, 상기 S20단계에서 상기 제 1용액 100중량부에 15 ~ 20nm 입자크기의 콜로이드 실리카인 SS-Sol30를 30중량부 ~ 200중량부 첨가시켜 구성되는 것을 특징으로 한다.
- [0017] 제 5발명은, 제 1발명에서, 상기 S30단계에서 건조오븐에서 110 ~ 130℃에서 1 ~ 3hr 동안 열경화시키는 것을 특징으로 한다.
- [0019] 제 6발명은, 아미노실란과 콜로이드 실리카를 이용한 친수성 코팅 도막에 관한 것으로, 제 1발명, 제 4발명 및 제 5발명 중 어느 하나의 발명을 통해 제조되는 것을 특징으로 한다.

발명의 효과

- [0020] 본 발명은 아미노실란을 물로 가수분해시킨 후 가수분해 된 아미노실란을 콜로이드 실리카와 반응시켜 친수성 코팅 도막을 손쉽게 제조할 수 있는 효과가 있으며, 본 발명을 통해 뛰어난 친수성을 나타내면서, 높은 경도와 투과율을 갖는 코팅 도막을 형성할 수 있다.

도면의 간단한 설명

- [0021] 도 1은 본 발명에 따른 아미노실란과 콜로이드 실리카를 이용한 친수성 코팅 도막의 제조방법의 순서도,
- 도 2는 본 발명에 사용된 아미노실란인 APTES(3-aminopropyltriethoxysilane) 및 APTMS(3-aminopropyltrimethoxysilane)의 화학구조도,
- 도 3은 APTES와 및 콜로이드 실리카로부터 제조된 친수성 코팅 용액의 사진,
- 도 4는 APTES 및 콜로이드 실리카로부터 제조된 친수성 코팅 용액의 입자 크기 분포도,
- 도 5는 APTES 및 콜로이드 실리카로부터 제조된 친수성 코팅 필름의 접촉각을 나타내는 사진,
- 도 6은 APTES와 콜로이드 실리카로부터 제조된 친수성 코팅 필름의 자외선 - 가시광선 투과 스펙트럼 그래프,
- 도 7은 APTMS 및 콜로이드 실리카로부터 제조된 친수성 코팅 용액의 사진,
- 도 8은 APTMS 및 콜로이드 실리카로부터 제조된 친수성 코팅 용액의 입자 크기 분포도,
- 도 9은 APTMS 및 콜로이드 실리카로부터 제조된 친수성 코팅 필름의 접촉각을 나타내는 사진,
- 도 10은 APTMS 및 콜로이드 실리카로부터 제조된 친수성 코팅 필름의 자외선 - 가시광선 투과 스펙트럼 그래프,
- 도 11은, 상이한 반응 온도에서 APTMS 및 콜로이드 실리카로부터 제조된 친수성 코팅 용액의 사진,
- 도 12는 다양한 반응 온도에서 APTMS와 콜로이드 실리카로 제조한 친수성 코팅막의 접촉각을 나타내는 사진,
- 도 13은 다양한 반응 온도에서 APTMS와 콜로이드 실리카로 제조된 친수성 코팅 필름의 자외선 - 가시광선 투과 스펙트럼 그래프이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0022] 이하의 본 발명의 목적들, 다른 목적들, 특징들 및 이점들은 첨부된 도면과 관련된 이하의 바람직한 실시예들을 통해서 쉽게 이해될 것이다. 그러나 본 발명은 여기서 설명되는 실시예들에 한정되지 않고 다른 형태로 구체화될 수도 있다.
- [0023] 오히려, 여기서 소개되는 실시예들은 개시된 내용이 철저하고 완전해질 수 있도록 그리고 당업자에게 본 발명의 사상이 충분히 전달될 수 있도록 하기 위해 제공되는 것이다.
- [0024] 여기에 설명되고 예시되는 실시예들은 그것의 상보적인 실시예들도 포함한다.
- [0025] 본 명세서에서, 단수형은 문구에서 특별히 언급하지 않는 한 복수형도 포함한다. 명세서에서 사용되는 '포함한다(comprise)' 및/또는 '포함하는(comprising)'은 언급된 구성요소는 하나 이상의 다른 구성요소의 존재 또는 추가를 배제하지 않는다.
- [0026] 이하, 도면을 참조하여 본 발명을 상세히 설명하도록 한다. 아래의 특정 실시예들을 기술하는데 있어서, 여러가지의 특정적인 내용들은 발명을 더 구체적으로 설명하고 이해를 돕기 위해 작성되었다. 하지만 본 발명을 이해할 수 있을 정도로 이 분야의 지식을 갖고 있는 독자는 이러한 여러 가지의 특정적인 내용들이 없어도 사용될수

있다는 것을 인지할 수 있다. 어떤 경우에는, 발명을 기술하는 데 있어서 흔히 알려졌으면서 발명과 크게 관련 없는 부분들은 본 발명을 설명하는 데 있어 혼돈을 막기 위해 기술하지 않음을 미리 언급해 둔다.

[0028] 이하에서는 본 발명에 따른 아미노실란과 콜로이드 실리카를 이용한 친수성 코팅 도막 및 이의 제조방법에 관하여 구체적으로 설명하기로 한다.

[0029] 도 1은 본 발명에 따른 아미노실란과 콜로이드 실리카를 이용한 친수성 코팅 도막의 제조방법의 순서도이고, 도 2는 본 발명에 사용된 아미노실란인 APTES(3-aminopropyltriethoxysilane) 및 APTMS(3-aminopropyltrimethoxysilane)의 화학구조도이다.

[0030] S10단계에서는 아미노실란인 APTES(3-aminopropyltriethoxysilane) 및 APTMS(3-aminopropyltrimethoxysilane)을 가수분해하여 제 1용액을 획득한다.

[0031] 이 때 아미노실란인 APTES 또는 APTMS를 가수분해하기 위해 물을 첨가한 후 상온에서 5분 ~ 15분 동안 교반한다.

[0032] 본 발명에서는 교반기와 냉각기, 온도계 등을 1L 4구 반응기에 장착한 후 여기에 원료물질인 APTES 또는 APTMS를 저장시키고, 물을 첨가하여 교반하였다.

[0033] 그리고 연속적으로 반응기를 60℃ ~ 80℃로 승온하여 50min ~ 1hr 10min 동안 더 교반 후 제 1용액을 획득하게 된다.

[0034] S20단계에서는 제 1용액에 콜로이드 실리카인 SS-So130을 첨가하여 친수성 코팅제인 제 2용액을 획득한다.

[0035] 이 때 콜로이드 실리카인 SS-So130을 제 1용액에 첨가 후 60 ~ 80℃ 승온하여 3 ~ 5시간 동안 반응시켜 친수성 코팅액인 제 2용액을 획득하게 된다.

[0036] 여기서 선택적으로 제 2용액을 획득하기 위해 상기 제 1용액 100중량부에 15 ~ 20nm 입자크기의 콜로이드 실리카인 SS-So130를 30중량부 ~ 200중량부 첨가시켜 제조할 수 있다.

[0037] S30단계에서는 제 2용액을 polycarbonate (PC) 기재 위에 스핀 코팅한 후, 열 경화시켜 친수성 코팅 도막을 완성하게 된다.

[0038] 여기서 친수성 코팅 도막은 제 2용액을 1000rpm에서 1min동안 스핀코팅 한 후, 건조오븐에서 110 ~ 130℃에서 1 ~ 3hr 동안 열경화시켜 완성된다.

[0040] [실험예]

[0041] [표 1]은 아미노실란인 APTES 또는 APTMS와 콜로이드 실리카인 SS-So130의 질량비를 각각 3:1, 1:1, 2:3, 1:2로 조절하여 친수성 코팅용액을 제조한 결과표이다.

표 1

Sample code	APTES(g)	APTMS(g)	H ₂ O(g)	Colloidal silica(g)
A3S1E	42		20	14
A1S1E	33		20	33
A2S3E	22		20	33
A1S2E	16		20	32
A3S1M		42	20	14
A1S1M		33	20	33
A2S3M		22	20	33
A1S2M		16	20	32

[0044] 1. 분석방법

[0045] 시료의 분석은 본 발명에 따른 친수성 코팅액과 코팅 도막을 대상으로 다음과 같은 방법을 사용하여 수행하였다.

[0046] (1) 입도분석

- [0047] 여러 조건으로 제조된 친수성 코팅 용액의 입도를 dynamic light scattering을 이용한 입도분석기 (Malvern, Nano-s 90, England)를 사용하여 측정하였다.
- [0048] (2) 투과율
- [0049] 여러 조건으로 제조된 시료의 가시광선 영역에서의 투과율 변화를 측정하기 위해 코팅 용액들을 PC 기재 위에 코팅하고 열 경화시켜 코팅 도막으로 제조한 뒤, UV-Visible Spectrometer (UV-2450, Shimadzu)를 사용하여 200~800nm 파장의 범위에서 투과율을 관찰하였다.
- [0050] (3) 접촉각
- [0051] 코팅 도막의 접촉각을 측정하기 위하여 접촉각 측정기 (Pheonix-Mini)를 사용하여 관찰하였다. Zoom microscope를 이용하여 표면의 영상을 최적의 배율이 되도록 확대시키고 표면에 물방울을 떨어뜨린 후 모니터와 SurfaceWare9 프로그램을 이용하여 정량적으로 해석하여 접촉각을 측정하였다. 그 후 컴퓨터와 CCD camera를 연결한 후 측정된 영상을 frame grabber를 이용하여 컴퓨터에 전송한 데이터를 PC화면에서 관찰하여 접촉각을 측정하였다.
- [0052] (4) 연필경도
- [0053] 연필경도는 연필경도 측정기 (CT-PC1, Core Tech, Korea)에 연필경도 측정용 연필을 45° 각도로 끼우고, 일정 하중 (500g)을 가하여 5~8회 정도 밀어 긁힘 정도를 확인하면서 측정하였다. 연필은 Mitsubishi 연필을 사용하였는데, H-9H, F, HB, B-6B 등의 강도를 나타내는 연필을 사용하였다.
- [0054] (5) 부착력
- [0055] 코팅 도막의 부착력은 ASTM D 3359에 의하여[9] 열 경화된 코팅 막 층에 cutter로 바둑판 모양의 홈을 낸 후 그 위에 3M 테이프를 잘 밀착시켜 일정한 힘으로 여러 번 떼어내어 코팅층과 기재와의 부착 정도를 관찰하였다. 코팅된 지지체 표면에 1mm 간격으로 11 × 11로 십자형으로 칼집을 내어 100개의 정방형을 만들고, 그 위에 테이프를 부착한 후 급격히 잡아당겨 표면을 평가하였다. 남은 눈 수의 개수가 100개면 5B, 95개 이상이면 4B, 85개 이상은 3B, 65개 이상은 2B, 35개 이상은 1B, 그 이하는 0B로 나타내었다.
- [0057] 2. 분석결과
- [0058] (1)APTES가 친수성 코팅 도막의 물성에 미치는 영향
- [0059] 먼저 표면이 OH기로 둘러 싸여 친수성을 나타내는 직경 15~20nm의 구상인 콜로이드 실리카 입자를 기재인 플라스틱 필름(PC) 위에 부착시켜 기재의 친수성을 향상시키고자 한다. 그러나 친수성인 콜로이드 실리카 입자가 기재인 소수성의 플라스틱 필름 위에 부착되지 않으므로 이 콜로이드 실리카 입자를 기재 위에 강력히 부착시키기 위해, 바인더로서 아미노실란계 실란커플링제인 aminopropyltriethoxysilane(APTES)을 사용하여 콜로이드 실리카 입자를 친수성에서 소수성으로 표면개질 하였다.
- [0060] 먼저 도 3과 같이, 모든 용액이 반투명한 상태인 것을 알 수 있었다. 아미노실란(APTES)에 비해 콜로이드 실리카 양이 많아질수록 용액의 투명도가 점점 떨어지는 것을 알 수 있었다. 모든 시료에 있어 용액의 바닥에 약간의 침전물이 발생함을 확인할 수 있었다.
- [0061] 그리고 입도는 도 4와 같이, 모든 용액은 10 ~ 100nm와 100 ~ 1,000nm의 입도 분포를 갖는 bimodal의 입도 분포를 보였는데, 이는 친수성 코팅용액 내의 콜로이드 실리카 입자 사이의 반발력이 불충분하므로 입자들의 응집에 의해 용액 내에 침전이 발생했기 때문이다.
- [0062] 용액들의 평균입도는 A3S1E가 59.6nm, A1S1E가 95.2nm, A2S3E가 62.0 nm, A1S2E가 43.7nm의 입도를 보여 A1S2E 시료의 입도가 가장 작은 결과를 보였다.
- [0063] 그리고 접촉각은 도 5와 같이, APTES와 콜로이드 실리카의 질량비를 3:1, 1:1, 2:3, 1:2로 조절하여 만들어진 시료 A3S1E, A1S1E, A2S3E, A1S2E의 접촉각은 각각 43.8° , 37.1° , 34.3° , 25.2° 로 나타났으며 콜로이드 실리카의 함량이 많아질수록 접촉각이 더 낮아져 친수성이 좋아지는 것을 확인할 수 있었다. 이는 콜로이드 실리카의 표면에 친수성 OH기가 존재하여 친수성을 나타내기 때문이다.
- [0064] 그리고 투과율은 도 6과 같이, 가시광선 영역에서 90%로 높은 투과율을 나타내었다. 또한 APTES와 콜로이드 실리카의 질량비를 조절하여 합성한 모든 조성의 코팅 도막도 PC 기재와 비슷한 90%의 높은 투과율을 나타내는 것을 알 수 있었다.

[0065] 아울러 연필경도는 [표 2] APTES와 콜로이드 실리카의 질량비를 조절하여 제조한 코팅 도막의 물성을 측정한 결과와 같다.

표 2

[0066]

Sample code	Pencil hardness	Adhesion	State of coating films
A3S1E	B	5B	unsmooth condition with a pin-hole
A1S1E	B	5B	unsmooth condition with a pin-hole
A2S3E	B	5B	unsmooth condition with a pin-hole
A1S2E	B	5B	unsmooth condition with a pin-hole

[0067] [표 2]와 같이, 모든 시료의 연필경도와 부착력은 각각 B와 5B로 같은 물성을 나타내었으며 조성의 변화가 코팅 도막의 물성에 큰 영향을 주지 않았다. 또한 코팅 용액 내에 침전이 발생하므로 이 용액들로 코팅된 코팅 도막도 핀 홀이 발생하여 균일하지 못한 표면 상태를 나타내었다.

[0069] (2)APTMS가 친수성 코팅 도막의 물성에 미치는 영향

[0070] 먼저 도 7과 같이, 반투명한 용액이 제조된 것을 확인할 수 있었다. 아미노실란(APTES)에 비해 콜로이드 실리카(SS-So130) 양이 많아질수록 용액의 투명도가 점점 떨어지는 것을 알 수 있었다. 그러나 모든 시료에 있어 APTES를 사용한 도 과과는 달리 침전물이 거의 발생하지 않음을 확인할 수 있었다.

[0071] 그리고 입도는 도 8과 같이, 도 4의 APTES를 사용한 용액들의 bimodal 입도분포와는 달리 monomodal의 입도분포를 보였는데 이는 친수성 코팅용액들 내에서 입자 간의 반발력이 커서 용액의 바닥에 침전물이 발생하지 않기 때문이다. 용액들의 평균입도는 A3S1M이 44.0nm, A1S1M이 33.6nm, A2S3M이 34.1nm, A1S2M이 42.0nm의 입도를 보였다. APTES와 APTMS는 같은 아미노실란이지만 APTES는 ethoxy기를 갖는 반면에 APTMS는 이 보다 분자량이 작은 methoxy기를 갖는다. 따라서 콜로이드 실리카와의 반응 시 사슬 길이가 짧은 APTMS가 APTES 보다 콜로이드 실리카 표면에 잘 결합하므로 콜로이드 입자 사이의 steric hindrance에 의한 반발력이 커서 침전이 잘 발생하지 않는 것으로 사료된다.

[0072] 아울러 접촉각은 도 9와 같이, APTMS와 콜로이드 실리카의 질량비가 3:1, 1:1, 2:3, 1:2의 비율로 제조된 A3S1M, A1S1M, A2S3M, A1S2M의 접촉각은 각각 36.6° , 25.6° , 28.1° , 30.8° 로 나타났으며 특히 A1S1M 시료의 친수성이 25.6° 로 가장 우수함을 알 수 있었다.

[0073] 그리고 투과율은 도 10과 같이, PC 기재의 투과율은 가시광선 영역에서 90%로 높은 투과율을 나타내었다. 또한 A3S1M을 제외한 코팅 도막들은 PC 기재와 비슷한 90%의 높은 투과율을 나타내었다. 그러나 A3S1M 시료는 공기 중의 수분을 흡수하여 코팅 도막이 뿌옇게 변해 투과율이 좋지 않음을 알 수 있었다.

[0074] 아울러 연필경도는 [표 3]의 APTMS와 콜로이드 실리카의 질량비를 조절하여 제조한 코팅 도막의 물성을 측정한 결과와 같다.

표 3

[0075]

Sample code	Pencil hardness	Adhesion	State of coating films
A3S1M	2H	5B	opaque condition
A1S1M	2H	5B	smooth condition
A2S3M	2H	5B	smooth condition
A1S2M	2H	5B	smooth condition

[0076] [표 3]과 같이, 모든 시료의 연필경도와 부착력은 각각 2H와 5B로 같은 물성을 나타내었으며 조성의 변화가 코팅 도막의 물성에 큰 영향을 주지 않는다는 것을 확인할 수 있었다. 그러나 APTMS를 사용한 경우에는 APTES를 사용한 경우에 비해 연필경도가 4등급 상승하였는데 이는 균일한 코팅 도막을 형성하기 때문으로 사료된다. 한편 용액 자체 내에 침전이 생기지 않음으로 인해 A3S1M 조성을 제외하고는 코팅 도막의 상태는 균일하였다.

[0077]

[0078]

(3) 반응온도가 코팅 도막의 물성에 미치는 영향

[0079]

지금까지의 실험에서 가장 좋은 물성을 보인 실란 커플링제로서 APTMS를 사용하고 APTMS와 콜로이드 실리카의 질량비를 1:1로 조절한 [표 1]의 A1S1M 조성에 대해 친수성 코팅 용액의 제조방법 중 가수분해와 혼합공정의 온도를 60℃, 70℃, 80℃로 각각 변화시켜 반응온도 변화가 코팅 도막의 물성에 미치는 영향을 살펴보았다.

[0080]

도 11은 A1S1M 조성에 대해 반응온도를 60℃, 70℃, 80℃로 각각 변화시켜 제조한 친수성 코팅용액 (A1S1M60, A1S1M70, A1S1M80)의 사진이다. 그림에서 보는 것처럼 모든 용액은 침전이 없는 반투명한 용액이 제조되었다.

[0081]

도 12는 반응온도를 변화시켜 제조한 A1S1M 친수성 코팅 용액으로 PC 기재 위에 코팅한 도막의 수접촉 각 분석 결과이다. 60℃, 70℃, 80℃에서 제조한 코팅 용액으로부터 얻어진 도막의 접촉각은 각각 26.6°, 25.6°, 25.8°로 반응온도 변화에 따라 큰 차이를 보이지 않았다.

[0082]

도 13은 반응온도를 변화시켜 제조한 A1S1M 친수성 코팅 용액으로 PC 기재 위에 코팅한 도막의 투과율 분석 결과이다. PC 기재의 투과율은 가시광선 영역에서 90%로 높은 투과율을 나타내었다. 또한 모든 조성의 코팅 도막은 가시광선 영역에서 PC기재와 비슷한 90%의 투과율을 나타내었다.

[0083]

[표 4]는 반응온도를 변화시켜 제조한 A1S1M 친수성 코팅용액으로 PC 기재 위에 코팅한 도막의 물성 측정 결과이다.

표 4

[0084]

Sample code	Reaction temperature	Pencil hardness	Adhesion	State of coating films
A1S1M60	60℃	2H	5B	smooth condition
A1S1M70	70℃	2H	5B	smooth condition
A1S1M80	80℃	2H	5B	smooth condition

[0085]

[표 4]와 같이, 온도 변화에 따른 코팅 도막의 연필경도와 부착력은 각각 2H와 5B로 같은 물성을 나타내었으며 온도 변화에 따른 물성의 차이는 없었다.

[0087]

3. 결론

[0088]

실란커플링제로서 APTES를 사용하여 70℃에서 제조된 친수성 코팅 용액들은 심한 bimodal의 입도분포를 보였는데 이는 친수성 코팅 용액 내의 콜로이드 입자 사이에 반발력이 충분하지 않아 용액 내에 침전이 발생했기 때문이다. APTES와 콜로이드 실리카의 질량비를 3:1, 1:1, 2:3, 1:2로 조절하여 만들어진 시료의 접촉각은 각각 43.8°, 37.1°, 34.2°, 25.2°로 나타났으며 콜로이드 실리카의 함량이 많아질수록 접촉각이 점점 더 낮아져 친수성이 더 좋아지는 것을 확인할 수 있었다. 모든 시료의 연필경도와 부착력은 각각 B와 5B로 같은 물성을 나타내었으며 조성의 변화가 코팅 도막의 물성에 큰 영향을 주지 않았다.

[0089]

또한 실란커플링제로서 APTMS를 사용하여 70℃에서 제조된 코팅용액들은 monomodal의 입도분포를 보였는데 이는 친수성 코팅용액 내에서 입자 간의 반발력이 커서 침전이 발생하지 않기 때문이다. APTMS와 콜로이드 실리카의 질량비가 3:1, 1:1, 2:3, 1:2의 비율로 제조된 시료들의 접촉각은 각각 36.6°, 25.6°, 28.1°, 30.8°로 나타났다. 또한 모든 시료의 연필경도와 부착력은 각각 2H와 5B로 같은 물성을 나타내었으며 APTES를 사용한 경우보다 코팅 도막의 연필경도가 크게 향상되었다.

[0090]

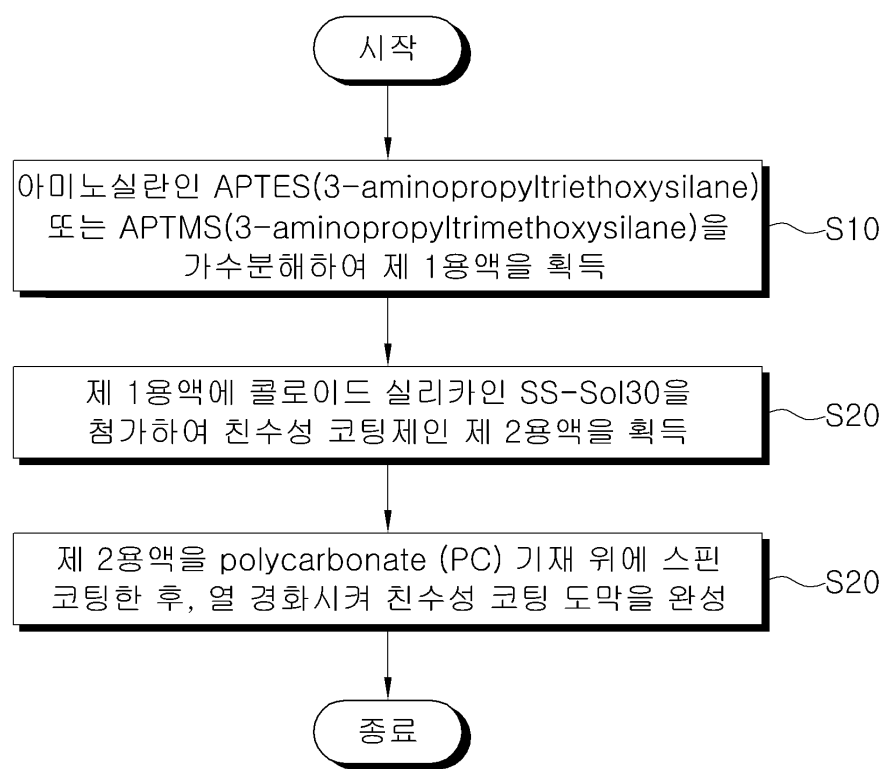
아울러 APTMS와 콜로이드 실리카의 질량비를 1:1로 조절한 조건에서 반응온도를 60℃, 70℃, 80℃로 변화시켜 친수성 코팅 용액을 제조한 결과 코팅 도막의 수접촉각은 25 ~ 26°로 반응온도 변화에 따라 큰 차이를 보이지 않았으며, 코팅 도막의 연필경도와 부착력도 각각 2H와 5B로 동일한 물성을 나타내었다.

[0092]

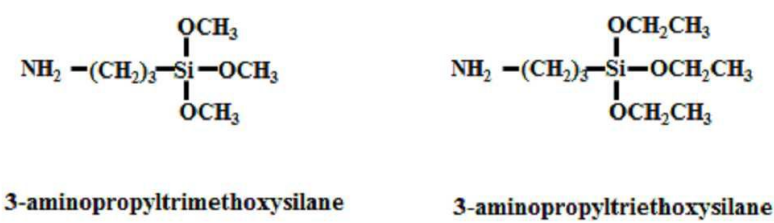
본 발명의 권리는 위에서 설명된 실시예에 한정되지 않고 청구범위에 기재된 바에 의해 정의되며, 본 발명의 분야에서 통상의 지식을 가진 자가 청구범위에 기재된 권리범위 내에서 다양한 변형과 개작을 할 수 있다는 것은 자명하다.

도면

도면1



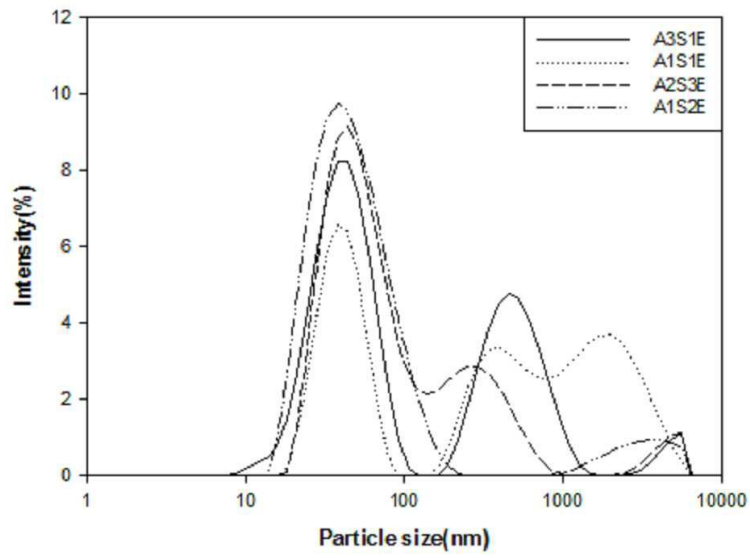
도면2



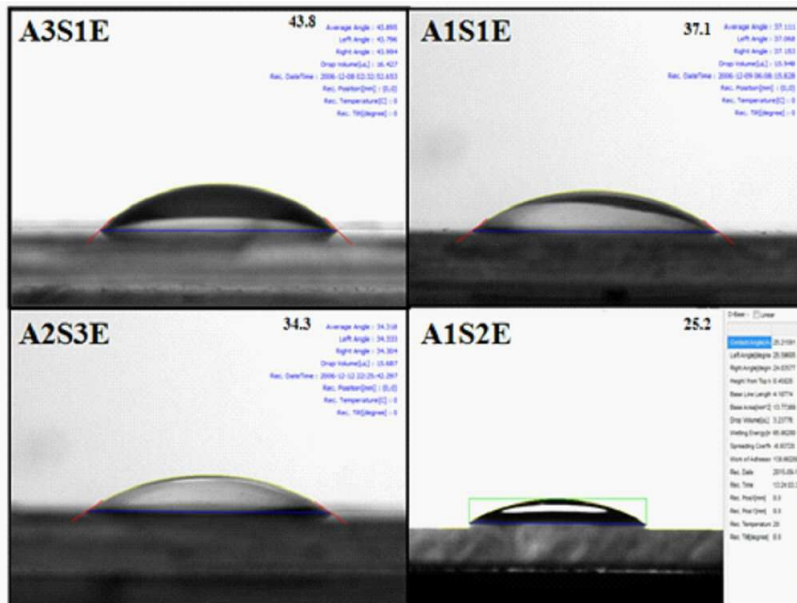
도면3



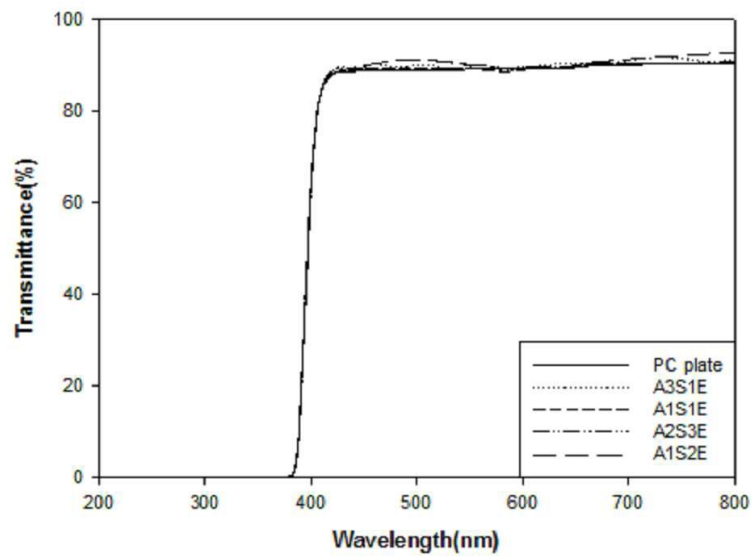
도면4



도면5



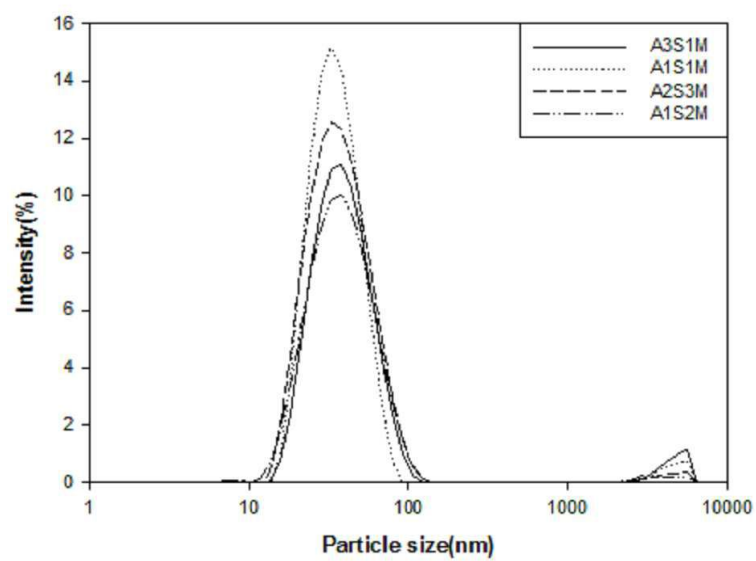
도면6



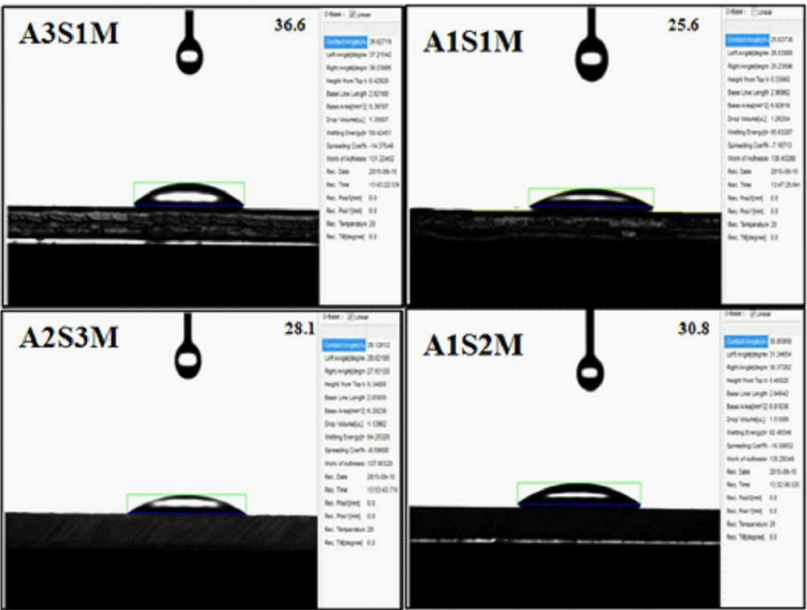
도면7



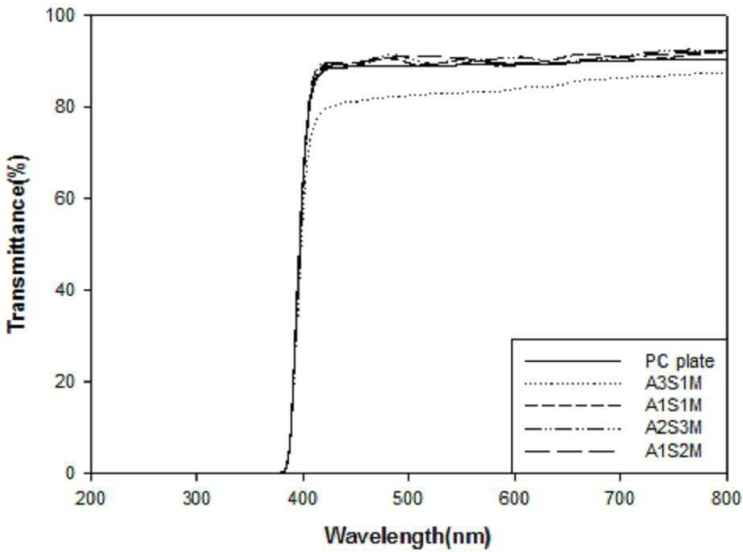
도면8



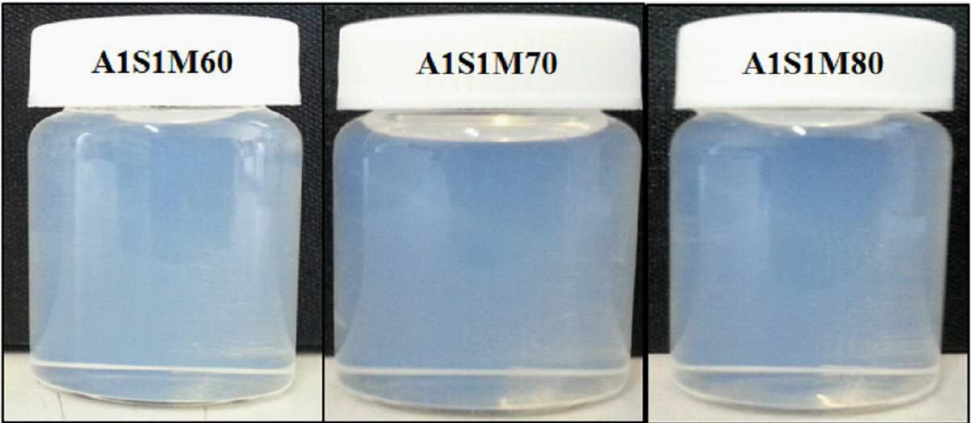
도면9



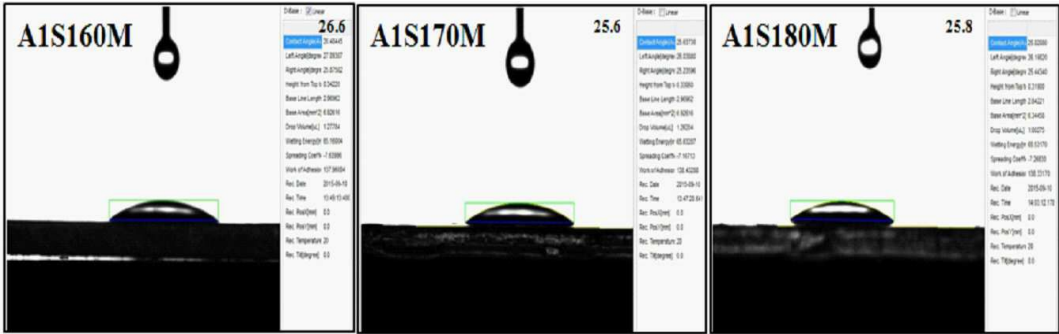
도면10



도면11



도면12



도면13

