



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2022-0145578
(43) 공개일자 2022년10월31일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
B05D 5/08 (2006.01) B05D 7/24 (2006.01)
C09D 183/06 (2006.01)
(52) CPC특허분류
B05D 5/086 (2013.01)
B05D 7/24 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2021-0052325
(22) 출원일자 2021년04월22일
심사청구일자 2021년04월22일

(71) 출원인
울산과학기술원
울산광역시 울주군 언양읍 유니스트길 50
(72) 발명자
권영남
울산 울주군 언양읍 유니스트길 50
사이캣 신하 레이
울산 울주군 언양읍 유니스트길 50
(74) 대리인
김종석

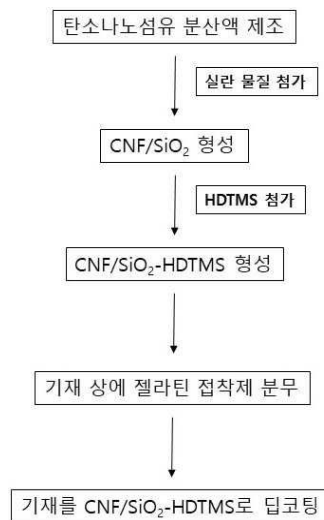
전체 청구항 수 : 총 4 항

(54) 발명의 명칭 자가 세정을 위한 소수성 표면 개질 방법

(57) 요약

본 발명의 목적은 모래 또는 손가락으로 충격을 받은 뒤에도 반-액적 거동을 유지하고, 자가 세정 적용을 가능하게 하는 헥사데실 트리메톡시실란으로 개질된 실리카 나노입자로 코팅된 탄소나노섬유에 의한 소수성 표면 개질 방법을 제공하는 것이다.

대표도 - 도1



(52) CPC특허분류

C09D 183/06 (2013.01)

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호	1345314764
과제번호	2018R1D1A1B07043609
부처명	교육부
과제관리(전문)기관명	한국연구재단
연구사업명	개인기초연구(교육부)(R&D)
연구과제명	하이드레이트 기반 급속냉동법과 증발막을 활용한 슬러지의 cell lysis 및 탈수율 향상 연구
기 여 율	1/2
과제수행기관명	울산과학기술원
연구기간	2020.03.01 ~ 2021.02.28

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호	1415169334
과제번호	20202020800330
부처명	산업통상자원부
과제관리(전문)기관명	한국에너지기술평가원
연구사업명	에너지수요관리핵심기술개발(에특)(R&D)
연구과제명	정밀화학산업 반응-분리·정제 에너지절감 공정 기술 개발 및 실증
기 여 율	1/2
과제수행기관명	한국화학연구원
연구기간	2020.05.01 ~ 2020.12.31

명세서

청구범위

청구항 1

(S1) 탄소나노섬유 분산액에 실란 물질을 첨가하는 단계;
 (S2) 상기 혼합물에 헥사데실 트리메톡시실란(HDTMS)을 첨가하여 소수성화제를 제조하는 단계;
 (S3) 기재 상에 젤라틴 접착제를 분무하는 단계; 및
 (S4) 상기 젤라틴 접착제 상에 상기 (S2)에서 제조된 소수성화제를 코팅하는 단계;
 로 이루어진 소수성 표면 개질 방법.

청구항 2

제1항에 있어서,

상기 실란 물질은 테트라에틸 오르토실리케이트(TEOS), 메틸트리에톡시실란(MTES), 페닐트리에톡시실란(PTES), 헥실트리에톡시실란(HTES), 3-아미노프로필 트리에톡시실란(APTES), 도데실 트리에톡시실란(DDTES) 및 3-글리시딜옥시프로필 트리에톡시실란(GOPTES)으로 이루어진 군으로부터 선택되는 것을 특징으로 하는 소수성 표면 개질 방법.

청구항 3

제1항에 있어서,

상기 실란 물질 및 헥사데실 트리메톡시실란(HDTMS)은 1:1 내지 1.5:1의 부피비로 첨가되는 것을 특징으로 하는 소수성 표면 개질 방법.

청구항 4

제1항에 있어서,

상기 (S4) 단계에서 코팅은 스핀 코팅, 랑뮤어 블라젯(Langmuir-Blodgett) 및 딥 코팅으로 이루어진 군으로부터 선택된 방법으로 코팅되는 것을 특징으로 하는 소수성 표면 개질 방법.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 소수성 표면 개질 방법으로서, 모래 또는 손가락으로 충격을 받은 뒤에도 반-액적(anti-droplet) 거동을 유지하고, 자가 세정 적용을 가능하게 하는 헥사데실 트리메톡시실란(HDTMS)으로 개질된 실리카 나노입자로 코팅된 탄소나노섬유에 의한 소수성 표면 개질 방법에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 최근 20년 동안, 초소수성 및 자가 세정 표면은 반 액적, 자가 세정, 내부식성 및 내방식성, 반-아이싱(anti-icing), 반-포깅(anti-fogging), 항균 접착 및 항-파울링(anti-fouling) 특성과 같은 다용도 적용으로 인해 관심이 매우 높다.

[0003] 기재 표면 상에 접착면을 생성하기 위해서는 두 가지 방법이 있다. 첫 번째 방법은 기재 표면 상에 코팅제와 접착제를 혼합하고 접착 층을 개별적으로 코팅한 후 혼합물을 침착시키는 것이다. 이때, 소수성 빌딩 바(building bar) 사이에 네트워크를 생성하기 위해 접착제가 사용되어 왔다. 최근에는, 기재 상에 벤족사진, 에폭시 및 다공성 SiO₂를 분무함으로써 초소수성 코팅을 개발하였다. 상기 에폭시는 최적의 기계적 견고성을 제공하였다. 그러나, 일부 연구자들은 폴리디메틸실록산 중간층 내에 플루오로알킬실란으로 개질된 SiO₂나노 입자를 캡슐화하였

다. 폴리디메틸실록산 층은 SiO_2 나노 입자를 물리적으로 보조하여 높은 내마모성이 나타날 수 있었다. 또한, 표면의 반-액적 거동을 향상시키도록 자가-세정(self-cleaning) 소수성 표면을 제작하기 위해 낮은 표면 에너지를 갖는 플루오린화 코팅제를 사용하였다. 그러나, 플루오린화제는 꽤 비싸고, 인간과 환경에 유해한 물질이다.

[0004] 따라서, 전술한 문제점을 보완하기 위해 본 발명가는 비싸지 않고, 환경 친화적인, 플루오린이 없는 자가-세정제의 개발이 시급하다 인식하여, 본 발명을 완성하였다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0005] 본 발명의 목적은 모래 또는 손가락으로 충격을 받은 뒤에도 반-액적 거동을 유지하고, 자가 세정 적용을 가능하게 하는 헥사데실 트리메톡시실란으로 개질된 실리카 나노입자로 코팅된 탄소나노섬유에 의한 소수성 표면 개질 방법을 제공하는 것이다.

[0006] 발명이 이루고자 하는 기술적 과제들은 이상에서 언급한 기술적 과제들로 제한되지 않으며, 언급되지 않은 또 다른 기술적 과제들은 본 발명의 기재로부터 당해 분야에서 통상의 지식을 가진 자에게 명확하게 이해될 수 있다.

과제의 해결 수단

[0007] 상기 목적을 달성하기 위하여, 본 발명은 소수성 표면 개질 방법을 제공한다.

[0008] 이하, 본 명세서에 대하여 더욱 상세하게 설명한다.

[0009] 본 발명은 (S1) 탄소나노섬유 분산액에 실란 물질을 첨가하는 단계;

[0010] (S2) 상기 혼합물에 헥사데실 트리메톡시실란(HDTMS)을 첨가하여 소수성화제를 제조하는 단계;

[0011] (S3) 기재 상에 젤라틴 접착제를 분무하는 단계; 및

[0012] (S4) 상기 젤라틴 접착제 상에 상기 (S2)에서 제조된 소수성화제를 코팅하는 단계;

[0013] 로 이루어진 소수성 표면 개질 방법이다.

[0014] 본 발명에 있어서, 상기 실란 물질은 테트라에틸 오르토실리케이트(TEOS), 메틸트리에톡시실란(MTES), 페닐트리에톡시실란(PTES), 헥실트리에톡시실란(HTES), 3-아미노프로필 트리에톡시실란(APTES), 도데실 트리에톡시실란(DDTES) 및 3-글리시딜옥시프로필 트리메톡시실란(GOPTES)으로 이루어진 군으로부터 선택된다.

[0015] 본 발명에 있어서, 상기 실란 물질 및 헥사데실 트리메톡시실란(HDTMS)은 1:1 내지 1.5:1의 부피비로 첨가된다.

[0016] 본 발명에 있어서, 상기 (S4) 단계에서 코팅은 스핀 코팅, 랑뮤어 블라젯(Langmuir-Blodgett) 및 딥 코팅으로 이루어진 군으로부터 선택된 방법으로 코팅된다.

[0017] 상기 소수성 표면 개질 방법에 언급된 모든 사항은 모순되지 않는 한 동일하게 적용된다.

발명의 효과

[0018] 본 발명의 소수성 표면 개질 방법은 모래 또는 손가락으로 충격을 받은 뒤에도 반-액적 거동을 유지하고, 자가 세정 적용을 가능하게 한다.

[0019] 본 발명의 효과들은 이상에서 언급한 효과들로 제한되지 않으며, 언급되지 않은 또 다른 효과들은 청구범위의 기재로부터 당업자에게 명확하게 이해될 수 있을 것이다.

도면의 간단한 설명

[0020] 도 1은 자가 세정 표면을 생성하기 위한 소수성화제 처리의 개략도이다.

도 2는 헥사데실 트리메톡시실란으로 개질된 실리카 나노입자로 코팅된 탄소나노섬유 사이의 상호결합들을 예시하는 메카니즘이다.

도 3은 소수성화제로 개질된 탄소나노섬유의 FT-IR 스펙트럼이다.

도 4는 비개질된 및 소수성화제로 개질된 탄소나노섬유의 원소 조성을 나타내는 XPS 결과이다.

도 5는 비개질된, 실리카 나노입자로 코팅된 및 소수성화제로 개질된 탄소나노섬유의 모폴로지를 나타내는 SEM 결과이다.

도 6은 비개질된, 실리카 나노입자로 코팅된 및 소수성화제로 개질된 탄소나노섬유의 원소 확인을 위한 EDS 스펙트럼이다.

도 7은 다양한 기재에서의 개질 전후의 접촉각을 나타낸 도식이다.

도 8은 비개질된 및 개질된 기재의 물 롤링각(rolling angle) 변화를 나타낸 도식이다.

도 9는 젤라틴 접착제 코팅 유무에 따른 개질된 기재 상에서의 모래 충격 마모 시험 결과를 나타내는 사진이다.

도 10은 젤라틴 접착제 코팅 유무에 따른 개질된 기재 상에서의 손가락 충격 마모 시험 결과를 나타내는 사진이다.

도 11은 본 발명의 방법으로 소수성 개질된 기재의 자가 세정 능력을 보여주는 사진이다.

도 12는 비개질된 및 개질된 기재의 접촉각을 나타내는 그래프와 최대전진각 및 최소 후진각을 나타내는 사진이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0021] 본 명세서에서 사용되는 용어는 본 발명에서의 기능을 고려하면서 가능한 현재 널리 사용되는 일반적인 용어들을 선택하였으나, 이는 당 분야에 종사하는 기술자의 의도 또는 관례, 새로운 기술의 출현 등에 따라 달라질 수 있다. 또한, 특정한 경우는 출원인이 임의로 선정한 용어도 있으며, 이 경우 해당되는 발명의 설명 부분에서 상세히 그 의미를 기재할 것이다. 따라서 본 발명에서 사용되는 용어는 단순한 용어의 명칭이 아닌, 그 용어가 가지는 의미와 본 발명의 전반에 걸친 내용을 토대로 정의되어야 한다.
- [0022] 다르게 정의되지 않는 한, 기술적이거나 과학적인 용어를 포함해서 여기서 사용되는 모든 용어들은 본 발명이 속하는 기술 분야에서 통상의 지식을 가진 자에 의해 일반적으로 이해되는 것과 동일한 의미를 가지고 있다. 일반적으로 사용되는 사전에 정의되어 있는 것과 같은 용어들은 관련 기술의 문맥상 가지는 의미와 일치하는 의미를 가지는 것으로 해석되어야 하며, 본 출원에서 명백하게 정의하지 않는 한, 이상적이거나 과도하게 형식적인 의미로 해석되지 않는다.
- [0023] 수치 범위는 상기 범위에 정의된 수치를 포함한다. 본 명세서에 걸쳐 주어진 모든 최대의 수치 제한은 낮은 수치 제한이 명확히 쓰여져 있는 것처럼 모든 더 낮은 수치 제한을 포함한다. 본 명세서에 걸쳐 주어진 모든 최소의 수치 제한은 더 높은 수치 제한이 명확히 쓰여져 있는 것처럼 모든 더 높은 수치 제한을 포함한다. 본 명세서에 걸쳐 주어진 모든 수치 제한은 더 좁은 수치 제한이 명확히 쓰여져 있는 것처럼, 더 넓은 수치 범위 내의 더 좋은 모든 수치 범위를 포함할 것이다.
- [0024] 본 발명의 소수성 표면 개질 방법은
- [0025] (S1) 탄소나노섬유 분산액에 실란 물질을 첨가하는 단계;
- [0026] (S2) 상기 혼합물에 헥사데실 트리메톡시실란(HDTMS)을 첨가하여 소수성화제를 제조하는 단계;
- [0027] (S3) 기재 상에 젤라틴 접착제를 분무하는 단계; 및
- [0028] (S4) 상기 젤라틴 접착제 상에 상기 (S2)에서 제조된 소수성화제를 코팅하는 단계;로 이루어진다.
- [0029] 본원에서, 상기 탄소나노섬유는 기계적 강도, 치수 강도 및 열 안정성이 높아 다수의 적용에서 베이스 물질로서 사용되는 원통형의 그래핀을 이용하여 제조된 나노 구조물을 지칭할 수 있다. 상기 탄소나노섬유는 자연 상태에서 친수성을 나타낼 수 있다.
- [0030] (S1) 단계에서, 시판되는 탄소나노섬유에 실란 물질을 첨가할 수 있다.
- [0031] 상기 탄소나노섬유는 수산화암모늄과 알코올과 혼합될 수 있다.
- [0032] 상기 알코올은 메탄올, 에탄올, 프로판올, 이소프로판올, 부탄올, 펜탄올, 헥산올 중 어느 하나가 선택될 수 있지만, 이에 제한되지 않는다.

- [0033] 상기 (S1) 단계에서 사용되는 탄소나노섬유는 0.0002 g/ml 내지 0.0005 g/ml 범위의 양일 수 있고, 바람직하게는 0.0002 g/ml 내지 0.0004 g/ml 범위의 양일 수 있고, 가장 바람직하게는 0.0004 g/ml의 양이다. 상기 탄소나노섬유의 양이 0.0002 g/ml 미만이거나 0.0004 g/ml 초과인 경우 분산이 균일하게 일어나지 않고, 덩어리가 형성되어 코팅의 형성이 어려울 수 있다.
- [0034] 상기 실란 물질은 테트라에틸 오르토실리케이트(TEOS), 메틸트리에톡시실란(MTES), 페닐트리에톡시실란(PTES), 헥실트리에톡시실란(HTES), 3-아미노프로필 트리에톡시실란(APTES), 도데실 트리에톡시실란(DDTES) 및 3-글리시딜옥시프로필 트리에톡시실란(GOPTES)으로 이루어진 군으로부터 선택될 수 있으며, 바람직하게는 테트라에틸 오르토실리케이트(TEOS) 및 메틸트리에톡시실란(MTES)으로 이루어진 군으로부터 선택될 수 있다.
- [0035] 상기 실란 물질 첨가 후, 15시간 내지 20시간 동안 교반될 수 있고, 바람직하게는 18시간 내지 20시간 동안 교반될 수 있다.
- [0036] 상기 교반시 온도는 35 내지 55 °C 범위일 수 있고, 바람직하게는 45 내지 55 °C 범위일 수 있다.
- [0037] (S1) 단계 후, 실리카 나노입자가 코팅된 탄소나노섬유를 수득할 수 있다.
- [0038] (S2) 단계에서, 상기 실리카 나노입자가 코팅된 탄소나노섬유에 헥사데실 트리메톡시실란(HDTMS)이 첨가되어 소수성화제가 제조될 수 있다.
- [0039] 탄소나노섬유 표면 상의 실리카 나노입자의 표면 히드록실기와 알킬실란을 사이의 교환으로 인해 헥사데실 트리메톡시실란(HDTMS)은 자가 어셈블리(self-assembly)될 수 있다.
- [0040] 상기 (S1) 단계의 실란 물질과 (S2) 단계의 헥사데실 트리메톡시실란(HDTMS)은 1:1 내지 1.5:1의 부피비로 첨가될 수 있고, 바람직하게는 1:1 내지 1.2:1의 부피비로 첨가될 수 있다.
- [0041] 상기 헥사데실 트리메톡시실란(HDTMS)이 첨가된 후, 혼합물은 자석 교반기에서 교반될 수 있고, 교반은 10시간 내지 1일 동안 수행될 수 있고, 바람직하게는 10시간 내지 15시간 동안 수행될 수 있다.
- [0042] 상기 (S3) 단계에서 사용되는 젤라틴 접착제는 먼저 물과 젤라틴 분말을 혼합하여 젤라틴 에멀전을 제조한 후 제조될 수 있다.
- [0043] 본 발명에서, 젤라틴은 비독성의 생분해성 물질로서, 부착제로서 사용되며, 자가 세정 소수성 코팅의 기계적 안정성을 강화시킬 수 있다.
- [0044] 또한, 젤라틴은 약 60°C 초과의 용융점을 가져 가혹한 환경에서도 접착제의 성능을 유지할 수 있어, 고온에서 사용될 수 있다.
- [0045] 상기 물의 온도는 0 내지 15°C 범위일 수 있고, 바람직하게는 5 내지 10°C 범위일 수 있다.
- [0046] 상기 젤라틴 분말은 0.04 g/ml 내지 0.10 g/ml 범위의 양으로 물에 첨가될 수 있고, 바람직하게는 0.05 g/ml 내지 0.08 g/ml 범위의 양으로 물에 첨가될 수 있고, 가장 바람직하게는 0.08 g/ml 의 양으로 물에 첨가될 수 있다.
- [0047] 이후, 상기 제조된 젤라틴 에멀전에는 탈이온수가 첨가되어 젤라틴 접착제를 제조할 수 있으며, 이는 1시간 내지 3시간 동안 45°C 내지 55°C 범위의 온도에서 교반될 수 있다.
- [0048] 상기 기체는 물-알코올 혼합물을 사용하여 세정될 수 있다. 상기 세정을 통해 기재 상에 존재하는 먼지, 오염물 또는 임의의 유기 성분이 제거될 수 있다.
- [0049] 상기 알코올은 메탄올, 에탄올, 프로판올, 이소프로판올, 부탄올, 펜탄올, 헥산올 중 어느 하나가 선택될 수 있지만, 이에 제한되지 않는다.
- [0050] 상기 세정된 기재 상에 상기 제조된 접착제가 분무될 수 있다.
- [0051] 마지막으로, (S4) 단계에서, 기재 상에 분무된 젤라틴 접착제 상에 상기 (S2) 단계에서 제조된 소수성화제를 코팅할 수 있다.
- [0052] 본 발명에서, 상기 소수성화제는 플루오린을 함유하지 않을 수 있다.
- [0053] 상기 코팅은 스핀 코팅, 랑뮤어 블라젯(Langmuir-Blodgett) 및 딥 코팅으로 이루어진 군으로부터 선택된 방법에 의한 코팅일 수 있고, 바람직하게는 딥 코팅 방법으로 코팅될 수 있다.

- [0054] 상기 딥 코팅 방법은 마이크로스케일 또는 나노스케일 구조를 생성할 수 있으며, 표면을 소수성으로 만들 수 있어, 표면 거칠기를 증가시켜 고체 표면의 항습윤성(anti-wetting)을 향상시킬 수 있다는 이점을 가질 수 있다. 또한, 상기 딥 코팅 방법은 정확한 코팅 두께로 제어할 수 있다는 이점을 가질 수 있다.
- [0055] 이하, 본 발명의 실시예를 상세히 기술하나, 하기 실시예에 의해 본 발명이 한정되지 아니함을 자명하다.
- [0056] 본 발명의 이점 및 특징, 그리고 그것들을 달성하는 방법은 상세하게 후술되어 있는 실시예들을 참조하면 명확해질 것이다. 그러나, 본 발명은 이하에서 개시되는 실시예들에 한정되는 것이 아니라 서로 다른 다양한 형태로 구현될 수 있으며, 단지 실시예들은 본 발명의 개시가 완전하도록 하고, 본 발명이 속하는 기술 분야에서 통상의 지식을 가진 자에게 발명의 범주를 완전하게 알려 주기 위해 제공되는 것이며, 본 발명은 청구항의 범주에 의해 정의될 뿐이다.
- [0057] **재료:**
- [0058] 탄소나노섬유: Aldrich(미제)사로부터 스트리핑된 원뿔형 판(D×L 100 nm × 20-200 μm)을 준비하였다.
- [0059] 수산화암모늄(NH₃ 함량 28-30%): Alfa Aesar(미제)사로부터 구입하였다.
- [0060] 에탄올: Merck사로부터 입수하였다.
- [0061] 테트라에틸 오르토실리케이트(TEOS): Sigma(독일제)사로부터 구입하였다.
- [0062] 헥사데실 트리메톡시실란(HDTMS): Sigma Aldrich(중국제)사로부터 구입하였다.
- [0063] 젤라틴 분말(겔 강도 90-110g Bloom): Sigma(미제)사로부터 구입하였다.
- [0064] **실시예 1 - 헥사데실 트리메톡시실란(HDTMS)으로 개질된 실리카 나노 입자가 코팅된 탄소나노섬유의 제조**
- [0065] 탄소나노섬유(0.05 g)를 4 mL의 수산화암모니아와 100 mL의 에틸 알코올과 1시간 동안 초음파 혼합하였다. 다음으로, 6 mL의 테트라에틸 오르토실리케이트(TEOS)를 상기 혼합물에 조심스럽게 적가하고, 18시간 동안 50℃에서 격렬하게 교반하였다. 마지막으로, 5 mL의 헥사데실 트리메톡시실란(HDTMS)을 상기 탄소나노섬유와 테트라에틸 오르토실리케이트(TEOS)의 현탁액에 보충하였고, 주변 온도에서 추가 12시간 동안 자석 교반기에서 교반하였다.
- [0066] **실시예 2 - 자가 세정 소수성화제의 합성**
- [0067] 12 mL의 냉수에 4 g의 젤라틴 분말을 첨가하고 교반함으로써 젤라틴 접착제 에멀전을 제조하였다. 이후, 50℃의 온도에서 38 mL의 탈이온수를 2시간 동안 자기 교반기에서 교반하였다. 이후, 먼지, 오염물 또는 임의의 유기 성분을 제거하기 위해 기재의 표면을 물-에탄올 혼합물을 사용하여 철저히 세정하였다. 이후, 기재 표면을 완전 건조하였다. 젤라틴-기반 접착제를 기재 상에 분무하였다. 마지막으로, 1분 동안 기재를 실시예 1에서 제조한 용액으로 딥 코팅하였다. 이러한 과정을 2번 반복하여 소수성 코팅 층의 균일한 침착을 유도하였다. 도 1은 반-액적 거동을 생성하기 위해 사용된 자가-세정 소수성화제에 의한 처리의 개략도를 보여준다.
- [0068] **실험예 1 - 푸리에 변환 적외선 분광법**
- [0069] 푸리에 변환 적외선 분광법을 사용하여 화학적 결합과 관능기에 관한 변형을 평가하였다.
- [0070] 도 3을 참조하면, 탄소나노섬유에서 1182cm⁻¹에서 C=C 밴드가 나타나고, 1450-1440cm⁻¹에서 -CH₂가 존재함을 확인할 수 있었으며, 3440cm⁻¹에서 -OH 밴드가 나타남을 확인할 수 있다. 실리카 나노입자로 탄소나노섬유가 성공적으로 개질된 경우, 3440cm⁻¹에서 SiO-H 밴드가 더욱 강하게 관찰되었다. 또한, 헥사데실 트리메톡시실란(HDTMS)으로 추가 개질된 후, 대략 1052cm⁻¹에서 Si-O-Si 밴드가 관찰되었다. Si-C 피크가 700-755cm⁻¹에서 관찰되었다.
- [0071] **실험예 2 - X-선 광전자 분광법**
- [0072] X-선 광전자 분광법을 사용하여 물질의 화학적 조성을 확인하였다.
- [0073] 도 4a를 참조하면, 탄소나노섬유의 경우 C와 O의 농도는 각각 약 94%와 4%인 것으로 측정되었으며, C1s와 O1s 영역에서 피크를 확인할 수 있다.
- [0074] 도 4b를 참조하면, 헥사데실 트리메톡시실란(HDTMS)으로 개질 후, C, O와 Si의 농도는 각각 약 75%, 16%와 9%인 것으로 측정되었으며, Si2p, C1s와 O1s 영역에서 피크를 확인할 수 있다.

[0075] **실험예 3 - SEM 관찰**

[0076] SEM을 사용하여 탄소나노섬유와 개질된 탄소나노섬유의 모폴로지 및 토폴로지를 분석하였다. SEM 분석은 다양한 배율 하에서 수행하였다.

[0077] 도 5a를 참조하면, 탄소나노섬유의 SEM 이미지를 확인할 수 있다.

[0078] 도 5b를 참조하면, 탄소나노섬유에 TEOS를 첨가한 후 탄소나노섬유의 SEM 이미지를 확인할 수 있다. 다수의 벨리와 공동이 관찰됨에 따라 소수성과 자가 세정 거동을 개선하는 에어 포켓의 형성을 확인할 수 있다.

[0079] 도 5c를 참조하면, 탄소나노섬유에 TEOS 이후 HDTMS까지 첨가한 후 탄소나노섬유의 SEM 이미지를 확인할 수 있다. 다수의 벨리와 공동이 관찰됨에 따라 소수성과 자가 세정 거동을 개선하는 에어 포켓의 형성을 확인할 수 있다.

[0080] **실험예 4 - 에너지 분산 스펙트럼**

[0081] 제조한 샘플에 대하여 에너지 분산 스펙트럼을 기록하였다.

[0082] 도 6을 참조하면, 헥사데실 트리메톡시실란(HDTMS)로 개질된 경우, C, O 및 Si의 집중적인 피크를 관찰할 수 있다.

[0083] **실험예 5 - 접촉각 및 롤링각 측정**

[0084] 도 7을 참조하면, 다양한 재료의 접촉각을 확인할 수 있다. 마이크로섬유 필터 페이퍼는 원래 초친수성이며 이에 따라 접촉각이 0° 였으나, 소수성화제로 개질 후, 소수성으로 변하면서 접촉각이 125° 가 된 것을 확인할 수 있다. 폴리 백은 원래 접촉각이 82° 였으나, 소수성화제로 개질 후, 접촉각이 136° 가 된 것을 확인할 수 있다. 유리는 원래 접촉각이 61° 였으나, 소수성화제로 개질 후, 접촉각이 141° 가 된 것을 확인할 수 있다.

[0085] 도 8을 참조하면, 소수성화제로 개질된 재료들은 롤링각의 값이 낮아짐을 확인할 수 있다(비개질된 마이크로섬유 필터의 경우 롤링각 측정 불가하였음). 소수성화제로 개질된 표면의 표면 모폴로지는 탄소나노섬유 상에 실리카 나노입자가 균일하게 침착되어 나노스케일 구조를 형성한다는 것을 추론할 수 있으며, 이에 따라, 나노스케일 구조를 갖는 표면에서 물이 쉽게 미끄러짐을 추론할 수 있다.

[0086] **실험예 6 - 코팅 두께**

[0087] 기체의 두께를 디지털 미터기를 사용하여 분석하였다. 5 개의 상이한 지점에서 측정한 후 평균 두께 값을 하기표 1에 제시하였다.

[0088] [표 1]

재료 유형	평균 두께(μm)
비개질된 폴리백	105(±3)
개질된 폴리백	110(±2)
비개질된 마이크로섬유 필터	278(±6)
개질된 마이크로섬유 필터	364(±7)
비개질된 유리	165(±2)
개질된 유리	178(±3)

[0089]

[0090] **실험예 7 - 마모 지속성 분석**

[0091] 젤라틴 접착제를 포함하여 개질되거나, 젤라틴 접착제를 포함하지 않고 개질된 표면 상에, 모래 입자로 충격을 주면서 마모 분석을 수행하였다. 이때, 특정 높이에서 1분 동안 코팅 표면에 0.7-1.2 mm 크기의 모래 입자를 30 cm 높이에서 표면에 가하였다.

[0092] 다음으로, 손가락으로 충격을 주면서 마모 분석을 수행하여 소수성 코팅의 지속성을 분석하였다. 이때, 코팅 표면에 엄지로 10회 문질렀다.

[0093] 도 9를 참조하면, 젤라틴 접착제를 포함하지 않고 개질된 표면(without adhesive)에서 평균 접촉각이 더 감소함을 확인할 수 있고, 이는 모래 입자의 충격으로 인해 나노스케일 구조가 더 손상됨을 추론할 수 있다.

[0094] 도 10을 참조하면, 젤라틴 접착제를 포함하고 개질된 표면(with adhesive)은 손가락에 의한 충격을 견뎌고, 낮은 롤링각을 가짐을 확인할 수 있다.

[0095] 실험예 8 - 오염물 방지 능력 분석

[0096] 먼지 입자(메틸렌 블루)를 기재 상에 퍼 발랐다. 도 11을 참조하면, 먼지와 표면 사이의 낮은 부착력으로 인해 물 액적이 오염물을 제거함을 확인할 수 있다. 기재 표면이 자가 세정 능력을 나타냄을 확인할 수 있다.

[0097] 실험예 9 - CAH(Contact Angle Hysteresis) 측정

[0098] 개질된 기재의 소수성 정도는 CAH를 분석함으로써 확인될 수 있다. 또한, CAH는 고체 표면에 대한 액적의 부착력 정도를 나타낸다.

[0099] CAH는 하기 식으로 표현될 수 있다.

[0100] $CAH = \theta_A - \theta_R$

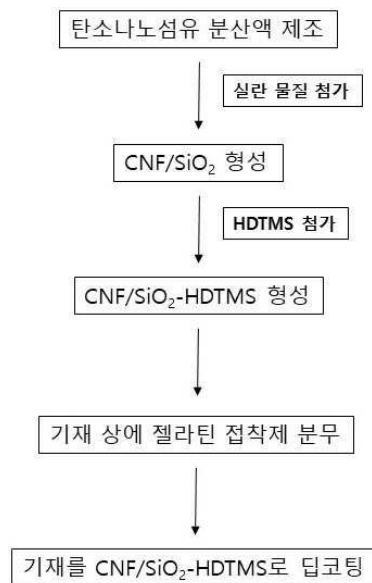
[0101] [식 중, θ_A 는 전진각(최대 접촉각)이고, θ_R 은 후진각(최소 접촉각)임].

[0102] 도 12를 참조하면, 본 발명의 방법으로 소수성 개질된 표면 상에서 CAH(진한 청색 막대)가 더 감소함을 확인할 수 있다. CAH가 더 작을수록, 표면 접착력이 더 낮음에 따라, 소수성 개질된 표면 상에서는 표면 접착력이 낮음을 확인할 수 있다.

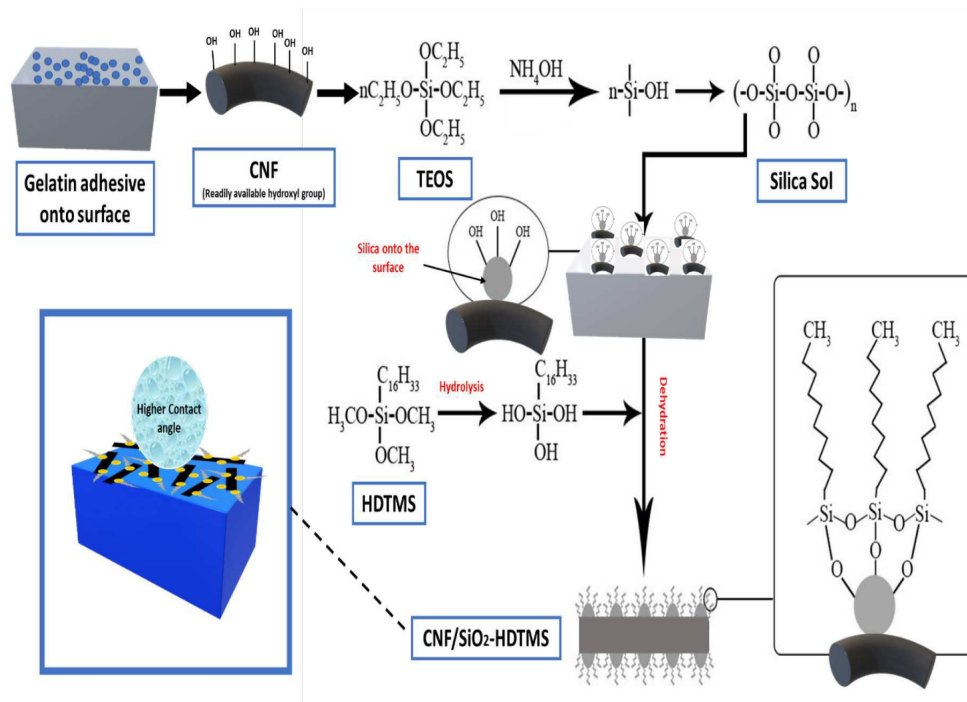
[0103] 이상 설명으로부터, 본 발명에 속하는 기술 분야의 당업자는 본 발명의 그 기술적 사상이나 필수적 특징을 변경하지 않고서 다른 구체적인 형태로 실시될 수 있다는 것을 이해할 수 있을 것이다. 이와 관련하여, 이상에서 기술한 실시예들은 모든 면에서 예시적인 것이며, 한정적인 것이 아닌 것으로서 이해해야만 한다.

도면

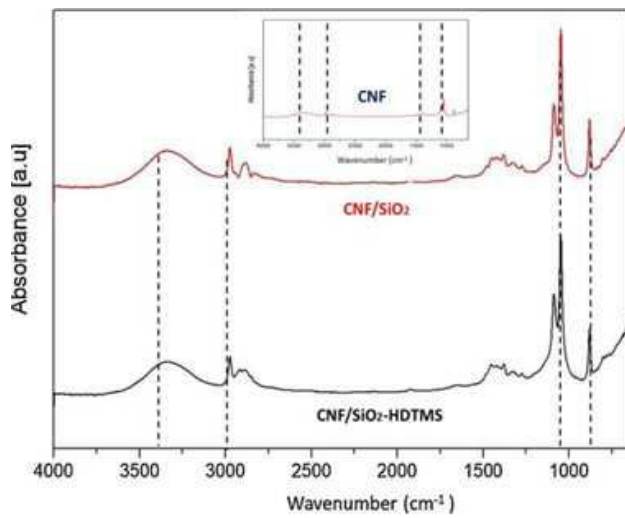
도면1



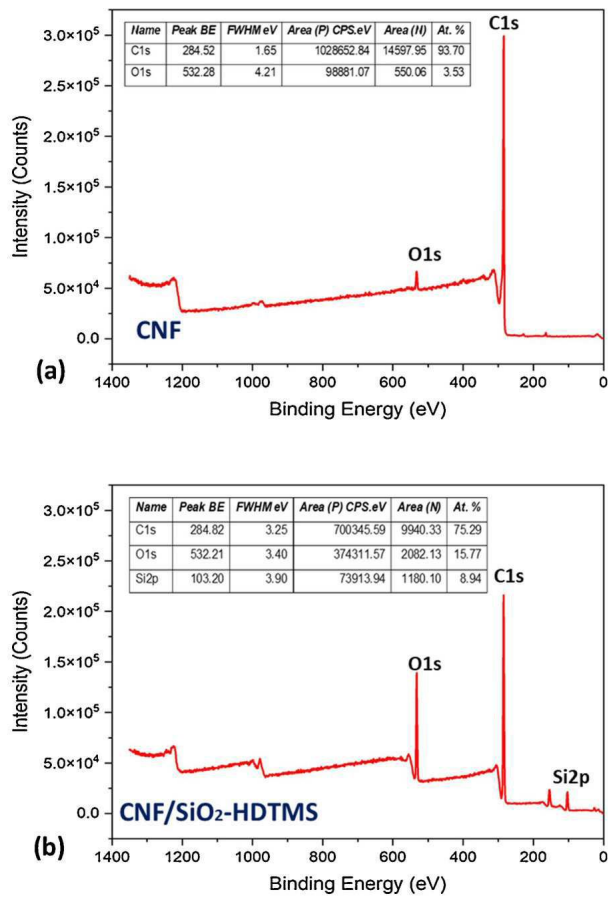
도면2



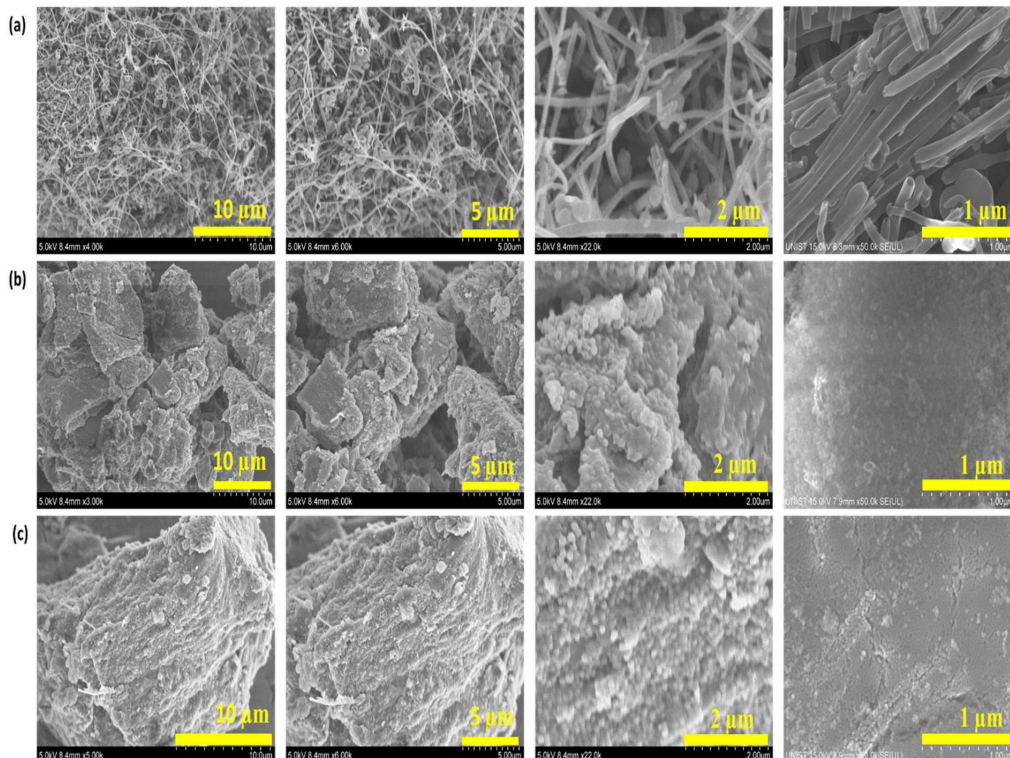
도면3



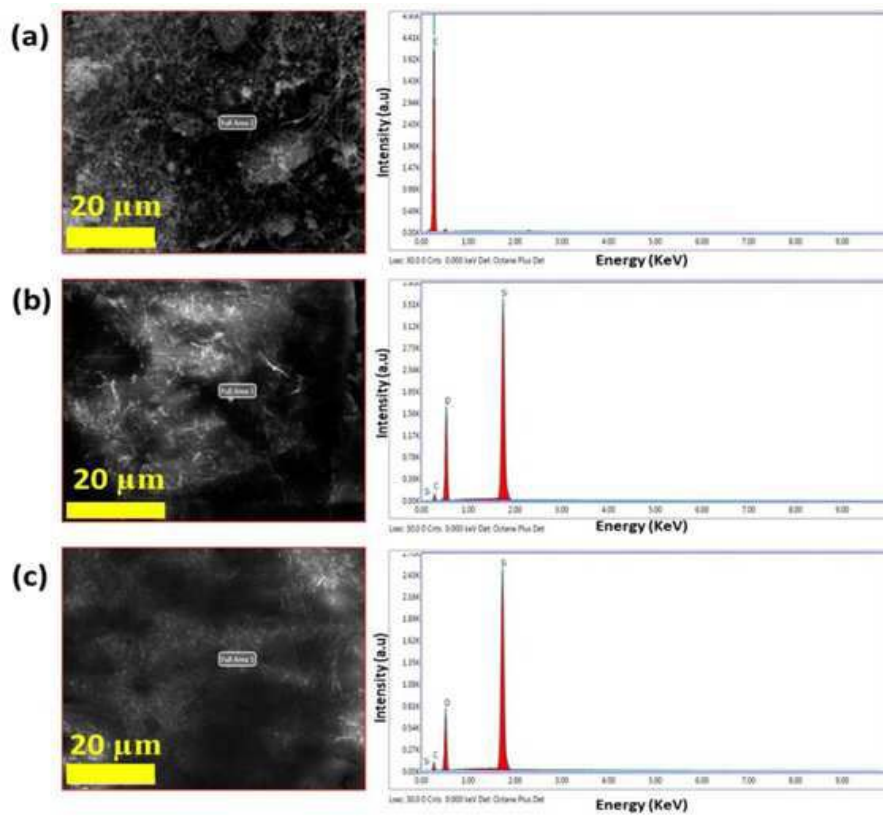
도면4



도면5



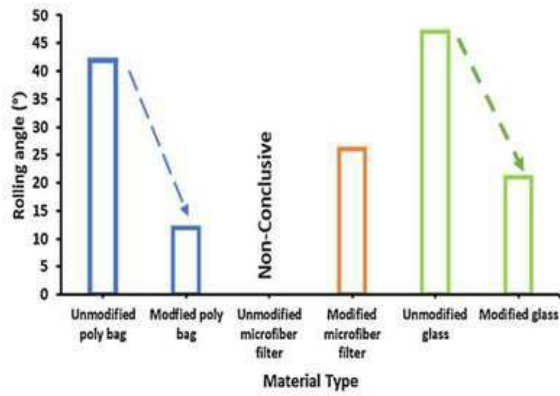
도면6



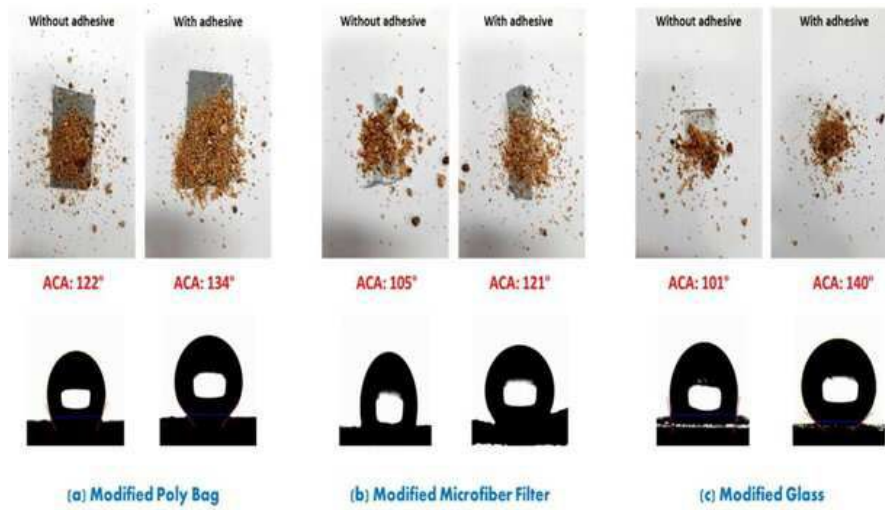
도면7



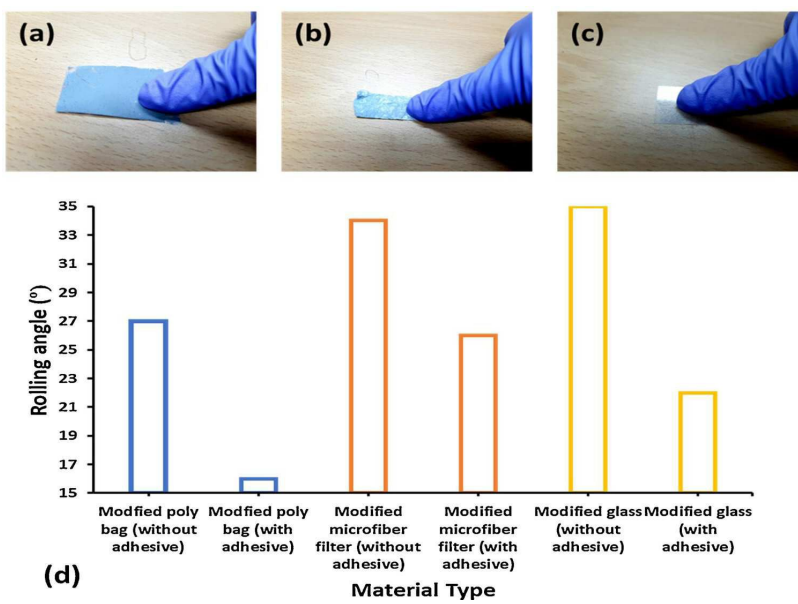
도면8



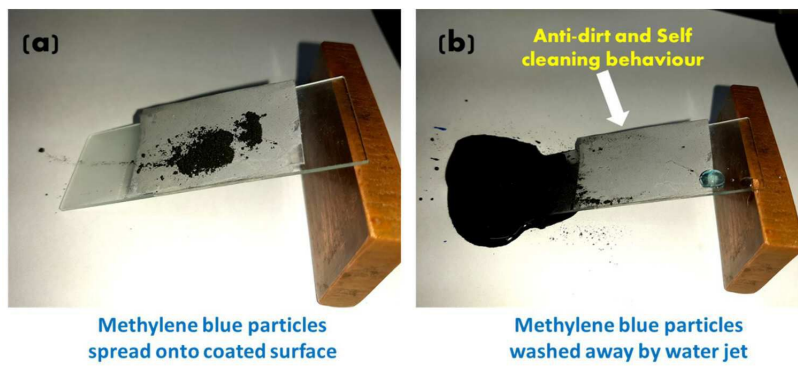
도면9



도면10



도면11



도면12

