(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2017-0028885
(43) 공개일자 2017년03월14일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C09D 183/04 (2006.01) *C08L 83/04* (2006.01)
C09D 201/10 (2006.01) *C09D 7/12* (2006.01)
(52) CPC특허분류
C09D 183/04 (2013.01)
C08L 83/04 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2016-7035473
(22) 출원일자(국제) 2015년05월11일
심사청구일자 없음
(85) 번역문제출일자 2016년12월19일
(86) 국제출원번호 PCT/US2015/030072
(87) 국제공개번호 WO 2015/179152
국제공개일자 2015년11월26일
(30) 우선권주장
62/000,679 2014년05월20일 미국(US)

(71) 출원인
휘트포드 코포레이션
미국 펜실베니아 19520, 엘버슨, 파크 에버뉴 47
(72) 발명자
마테오 스페린디오
이탈리아 브레시아 25126 비알 이탈리아 2
스콧 씨 레이크
미국 펜실베이니아 19380 웨스트 체스터 에린 드라이브 1300
(뒷면에 계속)
(74) 대리인
이재민

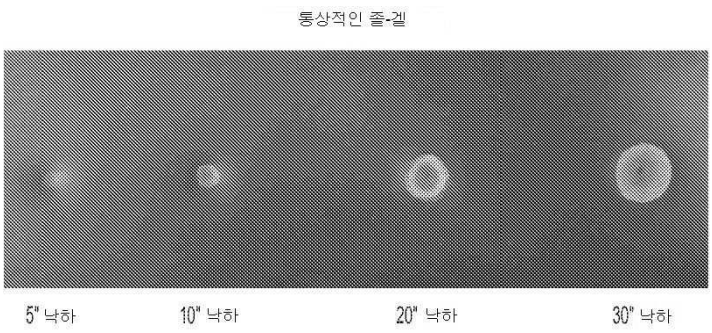
전체 청구항 수 : 총 20 항

(54) 발명의 명칭 **개선된 경도 및 내충격성을 갖는 졸-겔 조성물**

(57) 요 약

본 개시내용은 실록산-계 중합체 및 유기 중합체를 포함하는 하이브리드 코팅 조성물을 제공한다. 상기 조성물은 금속, 세라믹 물질, 가소성 물질, 복합체, 무기물 등을 포함하는 매우 다양한 기재에 적용할 수 있다. 물품을 제조하는 방법이 또한 제공된다.

대 표 도 - 도1a



(52) CPC특허분류
C09D 201/10 (2013.01)
C09D 7/1216 (2013.01)
(72) 발명자
리카르도 피라스
이탈리아 칼리아리 09017 산안티오카 넘버 3 비아 벨리에니
마이클 제이 린드스트롬
미국 펜실베이니아 19335 다우닝타운 윌로우 서클 425

명 세 서

청구범위

청구항 1

실록산 매트릭스; 및

유리 전이온도가 200℃ 이상인 무정형 열가소성 물질;

융점이 200℃ 이상인 결정성 열가소성 물질; 및

열 변형/왜곡 온도가 200℃ 이상인 열경화성 중합체 중의 적어도 하나를 포함하는 유기 중합체를 포함하는 하이브리드 졸-겔 코팅 조성물.

청구항 2

청구항 1에 있어서, 무기 충전제를 추가로 포함하는 하이브리드 졸-겔 코팅 조성물.

청구항 3

청구항 2에 있어서, 상기 무기 충전제가 탄화규소인 하이브리드 졸-겔 코팅 조성물.

청구항 4

청구항 1에 있어서, 상기 유기 중합체가 실록산 매트릭스 속에 별도의 상 개재물(phase inclusion)로서 존재하는 하이브리드 졸-겔 코팅 조성물.

청구항 5

청구항 1에 있어서, 상기 실록산 매트릭스가 매트릭스 속에 다수의 공간을 정의하고, 상기 유기 중합체가 다수의 공간 속에 위치하는 하이브리드 졸-겔 코팅 조성물.

청구항 6

청구항 1에 있어서, 상기 유기 중합체가 폴리페닐렌 설파이드(PPS); 폴리에테르설폰(PES), 폴리에테르 에테르 케톤(PEEK); 폴리페닐설폰(PPSU); 폴리에테르설폰(PESU); 폴리아미드-이미드(PAI); 폴리에테르이미드(PEI), 및 이들의 조합물로 이루어진 그룹으로부터 선택되는 하이브리드 졸-겔 코팅 조성물.

청구항 7

청구항 1에 있어서, 상기 유기 중합체가 폴리페닐렌 설파이트(PPS)를 포함하는 하이브리드 졸-겔 코팅 조성물.

청구항 8

청구항 1에 있어서, 상기 유기 중합체가 전체 무수 중량 기준으로 2중량% 내지 50중량%의 조성물을 포함하는 하이브리드 졸-겔 코팅 조성물.

청구항 9

청구항 1에 있어서, 상기 실록산 매트릭스가 다음 화학식의 오가노알콕시실란으로부터 형성되는 하이브리드 졸-겔 코팅 조성물:

$R_xSi(OR')_{4-x}$

상기 식에서,

R은 직쇄, 측쇄 또는 사이클릭 알킬 및 아릴로부터 독립적으로 선택된 하나 이상의 잔기이고;

R'는 메틸, 에틸, 프로필 또는 알킬이며;

x는 0 이상 4 미만이다.

청구항 10

청구항 9에 있어서, R이 C_6 아릴 또는 C_1-C_6 직쇄 또는 측쇄 알킬인 하이브리드 졸-겔 코팅 조성물.

청구항 11

청구항 1에 있어서, 상기 실록산 매트릭스가 메틸트리메톡시실란, 메틸트리에톡시실란, 디메틸디에톡시실란, 디메틸디메톡시실란, 트리메틸메톡시실란, 트리메틸에톡시실란, 페닐트리메톡시실란, 페닐 트리에콕시실란 및 이의 조합물로 이루어진 그룹으로부터 선택된 오가노알콕시실란으로부터 형성되는 하이브리드 졸-겔 코팅 조성물.

청구항 12

청구항 1에 있어서, 상기 유기 중합체가, 유리전이온도가 200℃ 이상인 무정형 열가소성 물질을 포함하는 하이브리드 졸-겔 코팅 조성물.

청구항 13

청구항 1에 따른 하이브리드 졸-겔 코팅을 포함하는 코팅된 물품.

청구항 14

청구항 13에 있어서, 상기 물품이 조리기구의 물품인 코팅된 물품.

청구항 15

적어도 하나의 오가노알콕시실란;

융점이 200℃ 이상인 결정성 열가소성 물질;

유리 전이 온도가 200℃ 이상인 무정형 열가소성 물질; 및

열 변형/왜곡 온도가 200℃ 이상인 열경화성 중합체 중의 적어도 하나를 포함하는 적어도 하나의 유기 중합체; 및

용매를 포함하는 하이브리드 졸-겔 코팅을 형성하기 위한 조성물.

청구항 16

청구항 15에 있어서, 상기 유기 중합체가 총 무수 중량을 기준으로 조성물의 2중량% 내지 50중량%로 구성되는 조성물.

청구항 17

청구항 15에 있어서, 상기 유기 중합체가 폴리페닐렌 설파이드(PPS)를 포함하는 조성물.

청구항 18

청구항 15에 있어서, 탄화규소를 추가로 포함하는 조성물.

청구항 19

오가노실록산 및

융점이 200℃ 이상인 결정성 열가소성 물질; 유리 전이 온도가 200℃ 이상인 무정형 열가소성 물질; 및 열 변형/왜곡 온도가 200℃ 이상인 열경화성 중합체 중의 적어도 하나를 포함하는 유기 중합체를 포함하는 혼합물을 제공하는 단계;

상기 혼합물을 기재에 적용하는 단계; 및

상기 혼합물을 경화시켜 하이브리드 졸-겔 코팅을 생산하는 단계를 포함하여, 코팅을 형성하는 방법.

청구항 20

청구항 19에 있어서, 상기 혼합물을 기재에 적용하기 전에 상기 오가노실록산을 상기 촉매로 가수분해시키는 단계를 추가로 포함하는 방법.

발명의 설명

기 술 분 야

[0001] 관련 출원의 전후 참고

[0002] 본 출원은 2014년 5월 20일자로 출원된 미국 가 특허원 제62/000,679호의 35 U.S.C. §119(e) 하의 이익을 청구하며, 이의 개시내용은 전문이 참고로 포함되어 있다.

[0003] 배경

[0004] 1. 발명의 분야

[0005] 본 발명은 졸-겔 조성물, 및 특히 개선된 특성을 갖는 하이브리드 졸-겔 조성물(hybrid sol-gel composition)에 관한 것이다. 일 구현예에서, 코팅(coating)은 증가된 경도(hardness), 내마모성, 내충격성 및 내약품성(chemical resistance)과 같은 개선된 특성을 갖는 표면을 제공하기 위한 조성물로 형성될 수 있다.

배 경 기 술

[0006] 2. 관련 기술의 설명

[0007] 실록산 매트릭스(siloxane matrix)를 형성하기 위한 졸-겔 반응은 공지되어 있다. 졸-겔 반응은 다음에 나타낸 바와 같은 2개의 명백한 단계로 일어난다.

[0008] Alkoxysilane: 알콕시실란 Hydrolysis: 가수분해

[0009] Silanol: 실란올 Alcohol: 알콜

[0010] Siloxane: 실록산 Water: 물

[0011] 제1 단계(1)에서, 알콕시실란은 물로 가수분해되어 상응하는 실란올을 형성한다. 이 단계는 산 또는 염기 촉매화될 수 있지만, 통상적인 시스템을 위해서는 산 촉매화된 시스템이 전형적이다.

[0012] 제2 단계(2a)에서, 2개의 실란올 분자들 사이의 축합 반응은 실록산(Si-O-Si) 결합을 형성한다. 알콕시실란의 분자 구조에 따라, 가수분해 후에, 축합 단계는 이후에 매트릭스를 형성하는 2개 이상의 방향으로 반복될 수 있다. 겔화 또는 매트릭스 형성은 필름-형성 단계이다.

[0013] 전체 반응 순서는 실온 또는 승온에서 발생할 수 있다. 형성된 실란올의 경화 또는 축합은 가수분해보다 훨씬 더 낮다. 경화는 실온에서 매우 느리게 발생할 수 있지만, 통상적으로 경화는 전형적으로 박스(box) 또는 터널 오븐(tunnel oven) 속에서 성취된다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0014] 졸-겔 반응을 기본으로 한 전형적인 실록산 코팅은 매우 깨지기 쉽고 용이하게 절단되는 경향이 있는 고도로 가교결합된 매크릭스를 형성한다. 과도한 취성(brittleness)은 매우 낮은 내스크래치성(scratch resistance) 및 내마모성을 생성한다.

[0015] 실록산 매트릭스 및 유기 중합체를 포함하는 전형적인 하이브리드 조성물은 일반적으로 이미 형성된 유기 매트릭스와 유기 중합체의 혼합물이거나, 졸-겔 축합 반응을 수행할 수 있는 알콕시실란 그룹을 갖는 유기 중합체를 포함한다. 이러한 조성물은 복잡한 합성을 포함하며 상업적으로 실행가능하지 않도록 하는 경향이 있다. 추가로, 전형적인 하이브리드 조성물은 사용된 유기 중합체로 인하여 낮은 사용 온도를 가지며, 이에 따라 이의 적용이 제한된다.

[0016] 상기한 측면에서의 개선이 필요하다.

과제의 해결 수단

[0017] 요약

[0018] 본 개시내용은 실록산계 중합체 및 유기 중합체를 포함하는 하이브리드 코팅 조성물을 제공한다. 유기 중합체가 졸-겔 전구체 혼합물에 가해지는 경우, 경도 및 마모 특성에 있어서 유의적인 개선이 수득될 수 있고 선택된 중합체의 융점, 유리전이온도 또는 열 변형 온도에 근접한 온도까지 보존되는 것으로 밝혀졌다. 조성물은 금속, 세라믹 물질, 가소성 물질(plastic), 복합체, 무기물 등을 포함하는 매우 다양한 기재(substrate)에 적용할 수 있다. 물품(article)을 제조하는 방법이 또한 제공된다.

[0019] 한 가지 예시적인 구현예에서, 하이브리드 졸-겔 코팅 조성물이 제공된다. 하이브리드 졸-겔 코팅 조성물은 실록산 매크릭스 및 유기 중합체를 포함한다. 유기 중합체는 유리전이온도가 200℃ 이상인 무정형 열가소성 물질; 융점이 200℃ 이상인 결정성 열가소성 물질; 및 열 변형/왜곡 온도가 200℃ 이상인 열경화성 중합체 중의 적어도 하나를 포함한다. 보다 특별한 구현예에서, 유기 중합체는 유리전이온도가 200℃ 이상인 무정형 열가소성 물질을 포함한다.

[0020] 상기한 구현예들 중의 어느 하나의 보다 특별한 구현예에서, 하이브리드 졸-겔 코팅은 무기 충전제를 포함한다. 또 다른 보다 특별한 구현예에서, 무기 충전제는 탄화규소이다.

[0021] 상기한 구현예들 중의 어느 하나의 보다 특별한 구현예에서, 유기 중합체는 실록산 매트릭스 중의 분리된 상 내포물로서 존재한다. 상기한 구현예들 중의 어느 하나의 또 다른 보다 특별한 구현예에서, 실록산 매트릭스는 매트릭스 중의 다수의 공간을 한정하는데, 여기서 유기 중합체는 다수의 공간 내에 위치한다.

[0022] 상기한 구현예들 중의 어느 하나의 보다 특별한 구현예에서, 유기 중합체는 폴리페닐렌 설파이드(PPS); 폴리에테르설폰(PES), 폴리에테르 에테르 케톤(PEEK); 폴리페닐설폰(PPSU); 폴리에테르설폰(PESU); 폴리아미드-이미드(PAI); 폴리에테르이미드(PEI), 및 이들의 조합물로 이루어진 그룹으로부터 선택된다. 훨씬 더 특별한 구현예에서, 유기 중합체는 폴리페닐렌 설파이드(PPS)를 포함한다. 상기한 구현예들 중의 어느 하나의 보다 특별한 구현예에서, 유기 중합체는 전체 무수 중량 기준으로 조성물의 2중량% 내지 50중량%를 포함한다.

[0023] 상기한 구현예들 중의 어느 하나의 보다 특별한 구현예에서, 실록산 매트릭스는 다음 화학식의 오가노알콕시실란으로부터 형성된다:

[0024] $R_xSi(OR')_{4-x}$

[0025] 상기 식에서,

[0026] R은 직쇄, 측쇄 또는 사이클릭 알킬 및 아릴로부터 독립적으로 선택된 하나 이상의 잔기이고;

[0027] R'는 메틸, 에틸, 프로필 또는 알킬이며; x는 0 이상 4 미만이다.

[0028] 훨씬 더 특별한 구현예에서, R은 C_6 아릴 또는 C_1-C_6 직쇄 또는 측쇄 알킬이다. 또 다른 보다 특별한 구현예에서, x는 1 이상 및 4 미만이다. 훨씬 더 특별한 구현예에서, x는 1이다. 상기한 구현예들 중의 어느 하나의 또 다른 보다 특별한 구현예에서, 실록산 매트릭스는 메틸트리메톡시실란, 메틸트리에톡시실란, 디메틸디에톡시실란, 디메틸디메톡시실란, 트리메틸메톡시실란, 트리메틸에톡시실란, 페닐트리메톡시실란, 페닐 트리에콕시실란 및 이의 조합물로 이루어진 그룹으로부터 선택된 오가노알콕시실란으로부터 형성된다.

[0029] 한 가지 예시적인 구현예에서, 하이브리드 졸-겔 코팅을 형성하기 위한 조성물이 제공된다. 조성물은 적어도 하나의 오가노알콕시실란, 적어도 하나의 유기 중합체, 및 적어도 하나의 용매를 포함한다. 유기 중합체는 융점이 200℃ 이상인 결정성 열가소성 물질, 유리전이온도가 200℃ 이상인 무정형 열가소성 물질, 및 열 변형/왜곡 온도가 200℃ 이상인 열경화성 중합체 중의 적어도 하나를 포함한다. 상기한 구현예들 중의 어느 하나의 보다 특별한 구현예에서, 조성물은 탄화규소와 같은 무기 충전제를 추가로 포함한다. 상기한 구현예들 중의 어느 하나의 보다 특별한 구현예에서, 유기 중합체는 전체 무수 중량 기준으로 조성물의 2중량% 내지 50중량%를 포함한다. 상기한 구현예들 중의 어느 하나의 또 다른 보다 특별한 구현예에서, 유기 중합체는 폴리페닐렌 설파이드(PPS)를 포함한다.

[0030] 한 가지 예시적인 구현예에서, 코팅된 물품이 제공된다. 한 가지 예시적인 구현예에서, 물품은 상기한 구현예들 중의 어느 하나에 따르는 하이브리드 졸-겔 코팅으로 코팅된다. 한 가지 예시적인 구현예에서, 물품은 조리기구의 물품이다.

[0031] 한 가지 예시적인 구현예에서, 코팅을 형성하는 방법이 제공되는 데, 이 방법은 혼합물을 제공하고, 혼합물을 기재에 적용하고, 혼합물을 경화시켜 하이브리드 졸-겔 코팅을 생성함을 포함한다. 한 가지 보다 특별한 구현예에서, 혼합물은 상기한 구현예들 중의 어느 하나에 따르는 조성물이다. 또 다른 구현예에서, 혼합물은 오가노실론산 및 유기 중합체를 포함하며, 여기서 유기 중합체는 융점이 200℃ 이상인 결정성 열가소성 물질, 유리전이 온도가 200℃ 이상인 무정형 열가소성 물질, 및 열 변형/왜곡 온도가 200℃ 이상인 열경화성 중합체 중의 적어도 하나를 포함한다. 상기한 구현예들 중의 어느 하나의 보다 특별한 구현예에서, 당해 방법은 상기 혼합물을 기재에 적용하기 전에 오가노실록산을 촉매와 함께 가수분해시키는 것을 포함한다.

[0032] 본 발명의 상기 언급된 및 기타의 특징, 및 이를 수득하는 방법은 본 발명의 구현예들의 다음 설명을 첨부한 도면과 함께 참조하면 더 명백해질 것이고 본 발명 자체가 더 잘 이해될 것이다.

[0033] 본 개시내용은 도면을 참조해서 하기에 더 상세하게 설명한다.

도면의 간단한 설명

[0034] 도 1a는 실시예 1에 관한 것이며 통상적인 졸-겔 코팅된 패널(panel)에 대한 충격 시험의 결과를 나타낸다.

도 1b는 실시예 1에 관한 것이며 예시적인 하이브리드 졸-겔 코팅된 패널에 대한 충격 시험의 결과를 나타낸다.

도 2a는 실시예 2에 관한 것이며 각종 수준의 폴리페닐렌 설파이드(PPS)를 사용한 통상적인 졸-겔 및 예시적인 하이브리드 졸-겔 코팅된 패널에 대한 내약품성 내성 시험의 결과를 나타낸다.

도 3은 실시예 3에 관한 것이며 실시예 2의 경화된 코팅의 제1의 주사 전자 현미경(SEM) 횡단면 영상이다.

도 4는 실시예 3에 관한 것이며 실시예 2의 제2의 주사 전자 현미경(SEM) 횡단면 영상이다.

도 5는 실시예 4에 관한 것이며 볼 밀링(ball milling)한지 24시간 후의 입자 크기이다.

도 6a는 실시예 5에 관한 것이며 마이크론(micron) 단위의 무수 필름 두께의 함수로서 60° 에서의 측정된 광택(gloss)을 나타낸다.

도 6b는 실시예 5에 관한 것이며 중합체 입자 크기의 함수로서 각각의 유기 중합체에 대한 평균 광택 측정치를 나타낸다.

도 7은 실시예 5에 관한 것이며 각각의 유기 중합체에 대한 내스크래치성을 나타낸다.

도 8a는 실시예 5에 관한 것이며 ISO 2409 표준 참조를 나타낸다.

도 8b는 실시예 5에 관한 것이며 각각의 유기 중합체에 대한 접착 패턴을 나타낸다.

도 9는 실시예 5에 관한 것이며 직접 및 역 내충격성 시험 결과를 나타낸다.

도 10은 실시예 5에 관한 것이며 산 및 알칼리 내약품성 시험 결과를 나타낸다.

도 11은 실시예 5에 관한 것이며 TGA 시험 결과를 나타낸다.

도 12는 실시예 6에 관한 것이며 DRAT 결과를 나타낸다.

도 13은 실시예 6에 관한 것이며 DRAT 결과를 나타낸다.

도 14는 실시예 7에 관한 것이며 증가하는 PPS 함량의 내알칼리성을 나타낸다.

도 15는 실시예 7에 관한 것이며 증가하는 PPS 함량의 내산성을 나타낸다.

도 16은 실시예 7에 관한 것이며 증가하는 PPS 함량의 내스크랫치성을 나타낸다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0035] 상세한 설명

[0036] 본 발명은, 한 가지 예시적인 적용에서, 코팅으로서 적용할 수 있는 하이브리드 졸-겔 조성물을 제공한다.

[0037] I. 하이브리드 졸-겔 조성물

[0038] 본원에 기술된 하이드브리드 졸-겔 조성물은 오가노알콕시실란 및 적어도 하나의 유기 중합체로부터 형성된 적어도 하나의 실록산 매트릭스를 포함한다. 조성물은 하나 이상의 촉매, 하나 이상의 충전제, 및 하나 이상의 용

매를 임의로 포함할 수 있다.

[0039] 이론으로 제한시키고자 하는 것은 아니지만, 유기 중합체는 실록산 중합체에 의해 형성된 매트릭스 속의 공간 내에 존재하거나 포획되는 것으로 고려된다. 이러한 맥락에서, 유기 중합체는 무기 실록산 중합체 매트릭스 속에 존재하는 기공 공간(void space) 내에 및 이의 전반에 배치되는 유기 충전제 상으로서 작용한다. 예를 들면, 도 3 및 4에서 알 수 있는 바와 같이, 유기 중합체는 실록산 중합체에 의해 형성된 졸 겔 매트릭스 또는 무기 상으로부터 분리된 유기 상으로서 존재한다. 유기 중합체는 졸 겔 매트릭스 속에 배치된 별개의 부분에 존재한다. 유기 중합체 상은 또한 졸 겔 매트릭스에 화학적으로 결합되지 않는 것으로 고려된다. 유기 중합체 입자 또는 유기 상은 압축성을 통해 충격 에너지를 흡수하며 균열 전파를 중단할 수 있는 응력-방출 중심(stress-release center)으로서 작용한다.

[0040] a. 오가노알콕시실란

[0041] 일부 예시적인 구현예에서, 오가노알콕시실란은 다음 화학식으로 나타내어 진다:

[0042] $R_xSi(OR')_{4-x}$

[0043] 상기 식에서,

[0044] R은 직쇄, 측쇄 또는 사이클릭 알킬 및 아릴이고,

[0045] R'는 메틸, 에틸, 프로필 또는 알킬이며,

[0046] x는 0 이상 및 4 미만이다.

[0047] 일부 예시적 구현예에서, R은 C_6 아릴 또는, 1, 2, 3개 정도로 적은 탄소원자 또는 4, 5, 6개 이상 정도로 많은 탄소원자, 또는 상기 값들 중의 어느 2개 사이에 정의된 어떠한 범위 내의 탄소원자의 수를 갖는 직쇄 또는 측쇄 알킬이다. 보다 특별한 구현예에서, R은 메틸, 에틸, 프로필 및 페닐로부터 선택된다.

[0048] 일부 구현예에서, x는 1 이상 4 미만이다. 추가의 구현예에서, x는 1이다.

[0049] 일부 예시적 구현예에서, 오가노알콕시실란은 메틸트리메톡시실란, 메틸트리에톡시실란, 디메틸디에톡시실란, 디메틸디메톡시 실란, 트리메틸메톡시실란, 트리메틸에톡시실란, 페닐트리메톡시실란, 페닐트리에톡시실란 및 이들의 조합물로 이루어진 그룹으부터 선택된다.

[0050] 일부 구현예에서, 오가노알콕시실란은 3-아미노프로필트리에톡시실란, (3-글시독시프로필)트리메톡시실란 및 알릴트리메톡시실란과 같은 작용화된 실록산이다.

[0051] 일부 예시적 구현예에서, 오가노알콕시실란은 습윤 기준으로 총 조성물 중량의 1 중량%, 5 중량%, 10 중량%, 13 중량% 15 중량%, 20 중량%, 25 중량%, 30 중량% 정도로 낮게, 31 중량% 35 중량%, 40 중량%, 45 중량%, 50 중량%, 60 중량%, 70 중량%, 75 중량% 이상 정도로 높게, 또는 상기한 값들 중의 어느 2개 사이에 정의된 어떠한 범위 내로 구성된다. 일부 특별한 구현예에서, 오가노알콕시실란은 습윤 기준으로 총 조성물 중량의 1 중량% 내지 75 중량%, 5 중량% 내지 50 중량%, 또는 10 중량% 내지 35 중량%로 구성된다.

[0052] 일부 예시적 구현예에서, 오가노알콕시실란은 무수(고체) 기준으로 총 조성물 중량의 1 중량%, 5 중량%, 10 중량%, 15 중량%, 20 중량%, 25 중량%, 30 중량%, 35 중량%, 40 중량%, 45 중량%, 50 중량% 정도로 낮게, 55 중량%, 60 중량%, 65 중량%, 70 중량%, 75 중량%, 80 중량%, 85 중량%, 90 중량%, 95 중량%, 99 중량% 정도로 높게, 또는 상기한 값들 중의 어느 2개 사이에 정의된 어떠한 범위 내로 구성된다. 일부 특별한 구현예에서, 오가노알콕시실란은 무수(고체) 기준으로 총 조성물 중량의 1중량% 내지 99중량%, 5중량% 내지 50중량%, 또는 25중량% 내지 45중량%로 구성된다.

[0053] b. 유기 중합체

[0054] 유기 중합체는 폴리페닐렌 설파이드(PPS), 폴리에테르설폰(PES), 폴리에테르 에테르 케톤(PEEK), 폴리페닐설폰(PPSU), 폴리에테르설폰(PESU), 폴리아미드-이미드(PAI), 폴리에테르이미드(PEI), 및 상기한 것들의 조합물로 이루어진 그룹으로부터 선택될 수 있다. 보다 특별한 구현예에서, 유기 중합체는 폴리에틸렌 설파이드(PPS)이다. 또 다른 보다 특별한 구현예에서, 유기 중합체는 폴리에테르설폰(PES)이다.

[0055] 유기 중합체는, 예를 들면, 시차 주사 열량계(DSC)로 측정한 융점이 200℃ 이상인 결정성 열가소성 물질일 수 있다. 대안적으로, 유기 중합체는, 예를 들면, 시차 주사 열량계(DSC)로 측정한 유리전이온도(T_g)가 200℃ 이

상인 무정형 열가소성 물질일 수 있다. 여전히 추가로, 유기 중합체는 ASTM D648로 측정한 열 변형/왜곡 온도(HDT)가 200℃ 이상인 열경화성 중합체일 수 있다.

[0056] 일부 예시적 구현예에서, 유기 중합체는 습윤 기준으로 1 중량%, 1.5 중량%, 1.75 중량%, 5 중량%, 7 중량%, 10 중량%, 15 중량%, 20 중량%, 21 중량%, 25 중량%, 30 중량% 정도로 낮게, 35 중량%, 40 중량%, 45 중량%, 50 중량%, 60 중량%, 70 중량%, 75 중량% 정도로 높게, 또는 상기한 값들 중의 어느 2개 사이에 정의된 어떠한 범위 내로 구성된다. 보다 특별한 구현예에서, 유기 중합체는 습윤 기준으로 총 조성물의 1 중량% 내지 75 중량%, 1 중량% 내지 20 중량%, 또는 2 중량% 내지 20 중량%로 구성된다.

[0057] 일부 예시적 구현예에서, 유기 중합체는 무수(고체) 기준으로 총 조성물의 1 중량%, 1.5 중량%, 1.75 중량% 2 중량%, 5 중량%, 7 중량%, 10 중량%, 15 중량%, 20 중량%, 21 중량%, 25 중량%, 30 중량%, 35 중량%, 40 중량%, 45 중량% 정도로 낮게, 50 중량%, 55 중량%, 60 중량%, 65 중량%, 70 중량%, 75 중량%, 80 중량%, 85 중량%, 90 중량%, 95 중량%, 99 중량% 정도로 높게, 또는 무수(고체) 기준으로 1 중량% 내지 99 중량%, 2 중량% 내지 50 중량%, 15 중량% 내지 35 중량%, 또는 20 중량% 내지 30 중량%와 같은, 상기 값들 중의 어느 2개 사이에 정의된 어떠한 범위 내로 구성된다.

[0058] 일부 예시적 구현예에서, 유기 중합체는 오가노알콕시실란 및 콜로이드성 실리카의 총 조성물 중량의 1 중량%, 2 중량%, 5 중량%, 10 중량%, 15 중량%, 20 중량%, 25 중량%, 30 중량%, 35 중량%, 40 중량%, 45 중량% 정도로 낮게, 50 중량%, 55 중량%, 60 중량%, 65 중량%, 70 중량%, 75 중량%, 80 중량%, 85 중량%, 90 중량%, 100 중량% 정도로 높게, 또는 상기한 값들 중의 어느 2개 사이에 정의된 어떠한 범위 내로 구성된다. 일부 예시적 구현예에서, 오가노알콕시실란 및 콜로이드성 실리카의 총 중량은 유기 중합체의 총 중량보다 더 크다. 보다 특별한 구현예에서, 오가노알콕시실란의 총 중량은 유기 중합체의 총 중량보다 더 크다.

[0059] 일부 예시적 구현예에서, 유기 중합체는 입자로서 제공된다.

[0060] 일구 구현예에서, 유기 중합체는 메디안 직경(median diameter) 또는 D50이 약 0.5 마이크론, 1 마이크론, 2 마이크론, 5 마이크론 정도로 작거나, 10 마이크론, 20 마이크론, 50 마이크론 정도로 크거나, 또는 0.5 마이크론 내지 50 마이크론, 1 마이크론 내지 20 마이크론, 또는 5 마이크론 내지 10 마이크론과 같은, 상기한 값들 중의 어느 2개 사이에 정의된 어떠한 범위 내인 다수의 입자로서 제공된다. 일 구현예에서, 유기 중합체는, 입자의 99%의 입자 직경 또는 D99가 약 100 마이크론, 75 마이크론, 60 마이크론 정도로 크거나, 50 마이크론, 40 마이크론, 30 마이크론 이하 정도로 작거나, 또는 상기한 값들 중의 어느 2개 사이에 정의된 어떠한 범위 내인 다수의 입자로 제공된다.

[0061] d. 촉매

[0062] 촉매는 산 촉매 또는 염기 촉매로부터 선택될 수 있다. 전형적으로 산 촉매는 수득되는 촉매-함유 혼합물의 저장 수명(shelf life)이 길기 때문에 사용된다.

[0063] 일부 구현예에서, 산 촉매는 혼합물을 위한 더 긴 가용 시간(pot life)을 제공한다. 예시적 산 촉매는 염산, 아인산, 인산, 피트산, 질산, 아세트산, 옥살산, 말산, 말레산, 시트르산, 포름산 및 벤조산과 같은 무기 및 유기 산을 포함한다.

[0064] 예시적 염기 촉매는 수산화나트륨, 수산화암모늄, 에탄올아민 또는 디메틸아미노에탄올과 같은 유기 및 무기 염기를 포함한다.

[0065] 일부 예시적 구현예에서, 촉매는 습윤 중량을 기준으로 한 총 조성물 중량의 0.05 중량%, 0.1 중량%, 0.2 중량%, 0.3 중량%, 0.5 중량% 정도로 낮게, 1 중량%, 2 중량%, 3 중량%, 5 중량% 정도로 높게, 또는 0.05 중량% 내지 5 중량%, 0.1 중량% 내지 3 중량%, 또는 0.3 중량% 내지 3 중량%와 같은, 상기한 값들 중의 어느 2개 사이에 정의된 어떠한 값내로 구성된다.

[0066] e. 충전제

[0067] 조성물은 하나 이상의 충전제를 추가로 포함할 수 있다. 예시적 충전제는 콜로이드성 실리카, 알루미나, 티타니아, 지르코니아, 활석, 규회석, 석영, 운모, 황산바륨, 탄화규소, 티탄산칼륨 플레이트 또는 위스커(whisker), 짧은 유리 섬유, 무기 및 유기 안료, 및 실리콘 이형제와 같은 이형제를 포함한다.

[0068] 일부 예시적 구현예에서, 충전제는 습윤 기준으로 총 조성물 중량의 1 중량%, 2 중량%, 5 중량%, 10 중량%, 15 중량% 정도로 낮게, 20 중량%, 25 중량%, 30 중량%, 35 중량%, 40 중량%, 45 중량%, 50 중량%, 55 중량%, 60

중량%, 65 중량%, 70 중량%, 75 중량%, 80 중량%, 85 중량%, 90 중량% 정도로 높게, 또는 상기한 값들 중의 어느 2개 사이에 정의된 어떠한 범위 내로 구성된다.

[0069] 일부 예시적 구현예에서, 충전제는 무수(고체) 기준으로 총 조성물 중량의 1 중량%, 2 중량%, 5 중량%, 10 중량%, 15 중량%, 20 중량%, 25 중량%, 30 중량%, 35 중량% 정도로 낮게, 40 중량%, 45 중량%, 50 중량%, 55 중량%, 60 중량%, 65 중량%, 70 중량%, 75 중량% 또는 80 중량% 정도로 높게, 또는 상기한 값들 중의 어느 2개 사이에 정의된 어떠한 범위 내로 구성된다.

[0070] 일부 예시적 구현예에서, 충전제는 콜로이드성 실리카를 포함한다. 이론으로 제한하려는 의도는 아니지만, 졸-겔 반은은 콜로이드성 실리카의 표면에서 시작해서 외부방향으로 방사한다. 예시적 콜로이드성 실리카는 10nm, 20nm, 50nm 정도로 작은, 100nm, 200nm, 500nm 정도로 큰, 또는 상기한 값들 중의 어느 2개 사이에 정의된 어떠한 범위 내인 입자 크기를 갖는다.

[0071] 일부 예시적 구현예에서, 콜로이드성 실리카는 습윤 기준으로 총 조성물 중량의 1 중량%, 2 중량%, 5 중량%, 10 중량%, 15 중량% 정도로 낮게, 20 중량%, 25 중량%, 30 중량%, 35 중량%, 40 중량%, 45 중량%, 50 중량% 정도로 높게, 또는 상기한 값들 중의 어느 2개 사이에 정의된 어떠한 범위 내로 구성된다.

[0072] 일부 예시적 구현예에서, 콜로이드성 실리카는 무수 기준으로 총 조성물 중량의 1 중량%, 2 중량%, 5 중량%, 10 중량%, 15 중량%, 20 중량%, 25 중량% 정도로 낮게, 30 중량%, 35 중량%, 40 중량%, 45 중량%, 50 중량%, 55 중량%, 60 중량%, 65 중량%, 70 중량%, 75 중량% 정도로 높게, 또는 상기한 값들 중의 어느 2개 사이에 정의된 어떠한 범위 내로 구성된다.

[0073] 일부 예시적 구현예에서, 충전제는 탄화규소와 같은 무기 충전제를 포함한다. 일 구현예에서, 무기 충전제는 누프 경도(Knoop hardness)가 1200 이상인 세라믹 입자와 같은 경질 무기 충전제이다. 이론으로 국한시키려는 것은 아니지만, 탄화규소는 유기 중합체의 존재하에 코팅 속에 더 잘 매립(embedding)되는 것으로 고려된다. 일부 예시적 구현예에서, 탄화규소는 습윤 기준으로 총 조성물 중량의 0.1 중량%, 0.2 중량%, 0.5 중량%, 1 중량% 정도로 낮게, 2 중량%, 5 중량%, 10 중량% 정도로 높게, 또는 상기한 값들 중의 어느 2개 사이에 정의된 어떠한 범위 내로 구성된다. 일부 예시적 구현예에서, 탄화규소는 무수 기준으로 총 조성물 중량의 0.1 중량%, 0.2. 중량%, 0.5 중량%, 1 중량% 정도로 낮게, 2 중량%, 5 중량%, 10 중량%, 15 중량%, 20 중량% 정도로 높게, 또는 상기한 값들 중의 어느 2개 사이에 정의된 어떠한 범위 내로 구성된다.

[0074] f. 용매

[0075] 조성물은 하나 이상의 용매를 포함할 수 있다. 예시적 용매는 물, 메탄올, 에탄올, 이소프로판올 및 t-부탄올을 포함하는 C_1-C_8 알콜과 같은 알콜, 아세톤을 포함하는 C_2-C_8 케톤, 디프로필렌 글리콜 메틸 에테르를 포함하는 C_2-C_{20} 에테르 및 디메틸설폭사이드 또는 N-메틸피롤리돈과 같은 기타 양자성 및 비-양자성 용매를 포함한다.

[0076] II. 하이브리드 코팅의 형성 방법

[0077] a. 성분의 혼합

[0078] 코팅 조성물은 성분들을 혼합함으로써 형성된다. 일 구현예에서, 성분들은 수득되는 코팅 조성물을 기재에 적용하기 전에 함께 혼합할 수 있으며, 당해분야의 숙련가는, 코팅 조성물을 기재에 적용 하기 전에 필요한 실란의 반응물의 가수분해 및 축합 정도에 따라 적용 전에 혼합이 수행되는 지점을 결정할 수 있다. 다른 구현예에서, 성분들의 하위세트는 각각의 하위 세트 내에 다른 성분들과 반응성이 아닌 성분들을 포함하는 각각의 하위 세트를 사용하여 제조할 수 있으며, 성분들 중의 2개 이상의 하위 세트는 수득되는 조성물을 기재에 적용하기 전에 조합된다.

[0079] 일부 예시적 구현예에서, 유기 중합체는 볼 밀 가공기(ball mill processor)를 사용하여 분쇄하여 다수의 과립상 입자를 생성하며, 이는 이후에 상기한 바와 같은 나머지 성분들 하나 이상과 혼합한다. 과립형 입자는 상기한 바와 같은 입자 크기, 예를 들면 0.5 마이크론 내지 50 마이크론, 1 마이크론 내지 20 마이크론, 또는 5 마이크론 내지 10 마이크론의 D50을 가질 수 있다.

[0080] b. 기재

[0081] 일부 예시적 구현예에서, 코팅 조성물은 기판의 표면에 적용시킨다. 예시적 기재는 금속, 세라믹 물질, 가소성 물질, 복합체 및 무기물을 포함한다. 예시적 금속은 스테인레스 강, 알루미늄 및 탄소 강을 포함한다. 예시적 세라믹 물질은 보로실리케이트 유리와 같은 유리, 도자기 에나멜, 각종 내화 점토 및 기타 내화재를 포함한다.

예시적 가소성 물질 및 복합체는 고융점 가소성 물질 및 복합체, 예를 들면, 폴리에스테르, 폴리프로필렌, ABS, 폴리에틸렌, 탄소 섬유 에폭시 복합체, 및 유리 섬유 에폭시 복합체를 포함하는, 코팅 제형의 경화 온도보다 더 높은 융점을 갖는 가소성 물질과 같은 고 융점 가소성 물질 및 복합체를 포함한다. 예시적 물질은 운모, 현무암, 알루미나, 실리카, 및 규회석, 대리석 및 화강암을 포함한다.

[0082] 일부 예시적 구현예에서, 기재는 조리기구의 팬 또는 기타 물품의 일부이다.

[0083] c. 플래쉬(Flashing)

[0084] 일부 예시적 구현예에서, 코팅 조성물을 기재에 적용한 후에, 수득되는 코팅은 플래쉬 가열(flash heating)하여 경화 전에 물과 공-용매를 제거한다. 일부 구현예에서, 코팅은 80°F(27℃), 100°F(38℃), 120°F(49℃), 150°F(66℃) 정도로 낮은 온도, 180°F(82℃), 200°F(93℃), 220°F(104℃) 이상으로 높은 온도, 또는 상기한 값들 중의 어느 2개 사이에 정의된 어떠한 범위 내의 온도에서 플래쉬 가열된다. 일부 구현예에서, 코팅은 30초, 1분, 2분, 5분 정도로 짧은 시간 동안, 8분, 10분, 15분 이상 정도로 긴 시간 동안, 또는 상기한 값들 중의 어느 2개 사이에 정의된 어떠한 범위 내의 시간 동안 플래쉬 가열된다. 보다 특별한 구현예에서, 코팅은 약 100°F(38℃) 내지 약 200°F(93℃)의 온도에서 약 1 내지 10분 동안 플래쉬 가열된다.

[0085] d. 경화

[0086] 형성된 실란올의 경화 또는 축합은 가수분해보다 훨씬 더 느려서 활성화된 혼합물은 전형적으로 24시간인 한 사용가능한 가용시간을 갖는다. 경화는 실온에서 매우 느리지만 경화는 박스 또는 터널 오븐(tunnel oven)에서와 같은 승온에서 전형적으로 성취된다.

[0087] 일부 구현예에서, 코팅은 400°F(204℃), 430°F(221℃), 535°F(279℃), 620°F(279℃) 정도로 낮은 온도, 660°F(349℃), 700°F(371℃), 790°F(421℃), 800°F(427℃), 820°F(438℃) 이상 정도로 높은 온도, 또는 상기한 값들 중의 어느 2개 사이에 정의된 어떠한 범위 내의 온도에서 경화된다. 일부 구현예에서, 코팅은 5분, 10분, 15분, 20분, 25분 정도로 짧은 시간, 30분, 45분, 60분 이상 정도로 긴 시간, 또는 상기한 값들 중의 어느 2개 사이에 정의된 어떠한 범위 내의 시간 동안 경화된다. 보다 특별한 구현예에서, 코팅은 약 430°F(221℃) 내지 약 800°F(427℃)의 온도에서 약 10 내지 30분 동안 경화된다. 또 다른 보다 특별한 구현예에서, 코팅은 약 535°F(279℃) 내지 약 790°F(421℃)의 온도에서 약 5 내지 20분 동안 경화된다.

[0088] III. 코팅 특성

[0089] 하나의 예시적인 구현예에서, 유기 중합체는 존재하거나 실록산 중합체에 의해 형성된 매트릭스 속의 공간내에 포획된다. 이와 관련하여, 유기 중합체는 무기, 실록산 중합체 매트릭스 속에 존재하는 빈 공간내에, 및 공간 전체에 산재된 유기 충전제 상으로서 작용한다. 예를 들면, 도 3 및 도 4에서 알 수 있는 바와 같이, 중합체는 실록산 중합체에 의해 형성된 졸 겔 매트릭스로부터 별개로 존재한다. 유기 중합체는 졸 겔 매트릭스 속에 산재된 별개의 부위 속에 존재한다.

[0090] 일부 예시적인 구현예에서, 실록산 중합체에 의해 형성된 졸 겔 매트릭스는 융점, 유리 전이 온도, 열 변형/왜곡 온도, 및/또는 유기 중합체의 연화점 이상의 온도에서 전체 코팅의 구조를 유지한다. 이러한 방식으로, 매트릭스는 코팅이 약 250℃ 내지 300℃의 전형적인 사용 온도에서 실패하지 않도록 코팅을 유지한다.

[0091] 일부 예시적인 구현예에서, 코팅은 실록산 매트릭스, 유기 중합체 및 무기 충전제, 예증적으로 탄화규소와 같은 경질 무기 충전제를 포함한다. 이론에 얽메이려는 의도는 아니지만, 탄화규소는 유기 중합체의 존재하에서 코팅 속에 보다 잘 매립된다. 탄화규소와 같은 경질 무기 충전제의 혼입은 내마모성을 증가시키는 것으로 여겨지며, 예측하지 못한 상승 효과가 유기 중합체의 첨가로 발견된다. 유기 중합체는 중합체의 압축성을 통해 충격 에너지를 흡수하며, 코팅의 내마모성을 추가로 증가시키는 것으로 고려된다.

[0092] a. 경도

[0093] 코팅 또는 필름 경도를 측정하는 예시적인 방법은 ASTM D3363 및 ISO 15184를 포함한다. 본원에 사용된 바와 같이, 경도는 에릭센 경도 시험 펜슬 모델(Erichsen Hardness Test Pencil Model) 318S을 사용하여 측정한다. 시험 펜슬은 시험 표면에서 수직으로 유지되어 5㎜ 내지 10㎜ 길이의 선을 대략 10㎜/초의 속도로 표면에 그린다. 경도 값은 시험 펜슬에 나타낸 적용압(N)으로 측정된다.

[0094] 일부 구현예에서, 코팅은 유기 중합체를 결여하고 있는 유사한 졸-겔 조성물과 비교하여 증가된 경도를 갖는다.

[0095] 일부 구현예에서, 코팅 경도는 10, 12, 14로 낮거나, 16, 18, 20, 이상으로 높거나, 또는 앞서의 어떠한 2개의

값 사이에 정의된 어떠한 범위내이다.

[0096] b. 내마모성

[0097] 내마모성을 측정하는 예시적인 방법은 영국 표준 7069-1988, EN 12983-1 :2004, 및 태버 마모 시험(taber abrasion test)을 포함한다. 본원에 사용된 바와 같이, 내마모성은 무수 왕복 마모 시험(Dry Reciprocating Abrasion Test: DRAT)을 사용하여 측정한다. 당해 시험은 왕복하는 스카치-브라이트 패드(Scotch-Brite pad)에 의해 마모에 대한 코팅의 내성을 측정한다. 스카치-브라이트 패드는 3M Company(미네소타주 55144-1000 세인트 폴 소재, Abrasive Systems Division)에 의해 제조된다. 패드는 다음과 같은 다양한 마모 수준을 지닌 등급내에 있다: 최저 --7445, 7448, 6448, 7447, 6444, 7446, 7440, 5440 - 최고. 스카치-브라이트 7447 패드가 사용되었고 매 1000회 주기로 변하였다.

[0098] 시험은 코팅을 전후 운동으로 마모에 적용시킨다. 시험은 스코어링(scouring) 및 세정에 의해 유발된 다른 유사한 형태의 손상에 적용된 코팅의 유용한 수명의 척도이다. TM 135C는 펜실베니아주 웨스트 체스터 소재의 Whitford Corporation에 의해 구축된 시험 장치에 대해 특이적이다. 그러나, 이는 영국 표준 7069-1988 및 EN 12983-1:2004에 기술된 것과 같은 유사한 시험 방법에 적용가능하다.

[0099] 시험 기계는 고정된 3kg의 힘으로 시험될 표면에 대해 특이적인 크기의 2 인치 스카치-브라이트 연마 패드를 유지할 수 있고 10 내지 15cm(4 내지 6 인치)에 대한 거리에 걸쳐 전 후(왕복) 운동으로 패드를 움직일 수 있다. 힘 및 운동은 자유 낙하에 의해 적용되어, 스타일러스(stylus)로 칭량된다. 상기 기계에는 계수기가 장착되어 있다. 코팅된 개재는 볼트, 클램프 또는 테이프로 견고하게 고정시킴으로써 왕복하는 패드 하에서 고정된다. 상기 부분은 가능한 한 평편하고 패드가 가장자리를 벗어나지 않도록 충분히 길어야 한다.

[0100] 이후에, 연마 패드를 전후로 반복하고(1회 후-및-전 이동을 1-주기로 정의한다), 기계를 1000회 주기로 운행하도록 하였다. 1000회 주기 후에, 상기 패드를 새로운 패드로 교체하였다. 시험은 마모된 부위의 10%가 나 금속(bare metal)에 노출될 때까지 진행하였다. 내마모성은 코팅의 천분의 1 인치당 주기의 수(주기/mil)로 기록한다.

[0101] 일부 구현예에서, 상기 코팅은 가공된 가소성 물질을 결여한 유사한 졸-겔 조성물과 비교하여 증가된 내마모성을 갖는다.

[0102] 일부 구현예에서, 상기 코팅은 50,000 주기/mil, 70,000 주기/mil, 80,000 주기/mil로 낮게, 또는 85,000 주기/mil, 90,000 주기/mil, 100,000 주기/mil 이상으로 높게, 또는 앞서의 값들 중의 어느 2개 사이에 정의된 어떠한 범위의 DRAT 내마모성을 갖는다.

[0103] c. 내충격성

[0104] 내충격성을 측정하는 예시적인 방법은 ASTM D2794이다. 본원에 사용된 바와 같은 내충격성은 4 파운드 중량을 사용하여 Gardner Company로부터의 SPI 개질된 충격 시험기(SPI Modified Impact Tester)를 사용하여 측정한다. 분동(weight)을 코팅 표면으로 증가하는 높이(예를 들면, 5 인치, 10 인치, 20 인치, 30 인치)로부터 낙하시킨다. 충격받은 패널을 1시간 동안 1.0 중량% 삼염화안티몬 슬러리 속에 침지시킨 후 세정한다. 이후에, 표면을 시험하여 코팅이 충격으로 제거되었는지를 측정한다.

[0105] 일부 구현예에서, 코팅은 가공된 가소성 물질을 결여하는 유사한 졸-겔 조성물과 비교하여 증가된 내충격성을 갖는다.

[0106] 일부 구현예에서, 코팅은 5 인치, 10 인치, 20 인치, 30 인치 이상, 또는 앞서의 값들 중 어느 2개 사이에 정의된 어떠한 범위로부터 낙하시킨 4 파운드 분동으로 제거되지 않는다.

[0107] d. 내약품성

[0108] 본원에 사용된 바와 같은, 내약품성은 10 중량% 또는 30 중량%의 염산 용액과 같은 염산, 또는 10 중량% 수산화나트륨 용액과 같은 수산화나트륨에 24시간 노출시켜 측정한다.

[0109] 일부 구현예에서, 코팅은 가공된 가소성 물질을 결여하는 유사한 졸-겔 조성물과 비교하여 증가된 산 및/또는 알칼리 내약품성을 갖는다.

[0110] e. 열 분해에 대한 내성

[0111] 본원에 사용된 바와 같은, 열 분해는 열 중량 손실(thermal gravimetric weight loss)이 실질적으로 증가하는

온도를 말한다. 일부 구현예에서, 코팅은 약 200℃, 300℃, 350℃, 400℃, 450℃, 500℃, 550℃, 600℃ 이상의 온도에서 열적으로 내성이다.

[0112] **실시예**

[0113] 다음의 비-제한적 실시예는 본 발명의 다양한 특징 및 특성을 예증하며, 본 발명이 이에 한정되는 것으로 해석되어서는 안된다. 본원의 실시예 및 다른 곳 전체에서, 퍼센트는 달리 나타내지 않는 한 중량 기준이다.

[0114] **실시예 1**

[0115] **통상적인 졸-겔 시스템과 하이브리드 시스템의 비교**

[0116] 통상적인 블랙 졸-겔 시스템을 폴리페닐렌 설파이드(PPS)를 함유하는 하이브리드 시스템과 비교하였다.

[0117] 메틸트리메톡시 실란(MTMS)을 표 1에서 하기 요약한 나머지 성분들을 함유하는 교반 혼합물에 나타낸 양으로 가하였다.

표 1

[0118] 성분 요약

성분	통상의 코팅 조성물(중량%)	하이브리드 코팅 조성물(중량%)
MTMS	31.2	33
실리콘 유체	1.16	1.2
PPS	0	6.7
콜로이드성 실리카(30%)	43.2	45.2
흑색 안료	2.17	2.92
산 촉매	0.66	0.7
안료 분산제	0.5	1.15
소포제	0.58	0.52
탄화규소	1	0.98
디프로필렌 글리콜 메틸 에테르(DPM) 용매	6.6	6.4
기타 충전제	12.93	1.23
총	100	100

[0119] 상기 혼합물을 3시간 동안 교반한 후, 예비-가열된(130°F/54℃) 격자-블라스팅된 알루미늄 패널(grit-blasted aluminum panel)에 분무시켜 적용하였다. 이후에, 패널을 200°F(93℃)에서 10분 동안 플래쉬한 후, 30분 동안 620°F(327℃)에서 경화시켰다.

[0120] 코팅의 시험

[0121] 경도: 경도 시험은 에릭센 경도 시험 펜슬 모델 318S를 사용하여 수행하였다. 결과는 하기 표 2에 나타낸다:

표 2

[0122] 에릭센 경도(뉴톤)

통상적인 코팅	하이브리드 코팅
8	18-20

[0123] 내충격성: 충격 시험은 각각 5", 10", 20", 및 30" 코팅-한쪽(coating-side up)으로부터 낙하된 4-LB 분동을 사용하여 Gardner Company로부터의 SPI 개질된 충격 시험기(SPI Modified Impact Tester) 상에서 수행하였다. 이후에, 충격받은 패널을 1시간 동안 1.0 중량% 삼염화안티몬 슬러리 속에 침지한 후 세정하였다. 통상적인 졸-겔 코팅의 결과는 도 1a에 나타낸다. 예시적인 하이브리드 졸-겔 코팅의 결과는 도 1b에 나타낸다. 도 1a에 나타낸 바와 같이, 통상적인 졸-겔 코팅은 비교적 낮은 5" 낙하에서도 박리되고 기재로부터 분리되었으며, 실질적인 코팅은 30" 낙하 높이에서 제거되었다. 비교시, 도 1b는, PPS 유기 중합체를 함유하는 하이브리드 졸-겔 코팅은 30"의 낙하 높이에서도 찌그러지지만 코팅으로부터 박리되거나 분리되지 않았음을 나타낸다.

[0124] 내마모성: 무수 RAT(DRAT; 무수 왕복 마모 시험) 시험으로 언급된 시험을 이들 코팅을 위한 내마모성의 척도로

서 사용하였다. 당해 시험은 주걱 및 다른 코팅 우텐실에 의한 긁힘 효과를 시뮬레이션하는 것을 의미한다. 2-인치 연마 패드(3M 스카치-브라이트 07447)를 3-kg 전기자(armature)에 올려두었으며, 이는 1000회 주기를 반복하였다. 연마 패드를 매 1000회 주기마다 새로운 패드로 교체하였으며, 시험은 마모된 영역의 10%가 나 금속(bare matal)에 노출될 때까지 지속하였다.

[0125] 결과는 표 3에서 하기 나타낸다:

표 3

[0126] DRAT(주기/mil)

통상적인 코팅	하이브리드 코팅
25,000	87,000

[0127] 표 3에서 알 수 있는 바와 같이, 하이브리드 코팅은 통상적인 졸 겔 코팅보다 mil당 실질적으로 더 많은 수의 주기를 필요로 하였다.

[0128] 하기 표 4는 무수 용적%의 측면에서 경화된 필름의 조성을 요약한다:

표 4

[0129] 계산된 무수-필름 용적 분획

성분	통상적인 코팅(용적%)	하이브리드 코팅(용적%)
콜로이드성 실리카	20.3	18.8
MTMS	56.7	52.8
실리콘 유체	4.3	4
흑색 안료	3.3	3.3
PPS	0	15.9
탄화규소	1.15	0.98
모든 다른 충전제	14.25	4.22
총	100	100

[0130] 표 3에서 알 수 있는 바와 같이, 2개의 코팅의 조성은, 하이브리드 코팅이 통상적인 코팅과 비교하여 약 16 용적%의 PPS를 함유하는 것을 제외하고는 실질적으로 유사하다. 경도 및 마모 결과 둘 다는 PPS의 포함으로 놀랍고 유의적인 증가를 명확하게 나타낸다. 내충격성에 있어서의 증가 또한 예측되지 않았다. 경화된 매트릭스 속에서 PPS의 부재하에, 통상적인 코팅은 최저 낙하 높이(5")에서도 시험 동안 실패한다. PPS를 함유하는 하이브리드 코팅은 가장 강한 낙하 조건(30")에서도 실패하지 않는다.

[0131] **실시예 2**

[0132] **다양한 조성을 기본으로 한 통상의 및 하이브리드 겔-졸 코팅**

[0133] 실시예 1이 조리도구 부분에서의 적용에 적합한 시스템을 예증하였지만, 일부 상황에서, 실리콘 유체를 함유하지 않고 보다 우수한 적용능을 지닌 보다 단순화된 시스템을 갖는 것이 바람직하다.

[0134] 본 실시예 2의 코팅을 하기 표 5에 나열된 양에 따라 제조하였다.

표 5

[0135] 실시예 2 코팅의 성분

성분	중량%
콜로이드성 실리카(45%)	32.088
용매: 탈이온수	7.86
촉매: 산	0.352
오가노알콕시실란: 메틸트리메톡시실란	29.7
용매: 이소프로필 알코올	15.3
첨가제: 습윤제	0.3
안료: 흑색 스피넬	6

유기 중합체: PPS	8.4
총	100

[0136] 성분들을 혼합하고 적합한 순서로 가공하여 우수한 필름 형성능을 지닌 적용가능한 코팅을 수득하였다.

[0137] 이후에, 혼합물을 비-격자 블라스팅된 Q-패널에 분무하고 표 6에 제공된 시간 및 온도에서 경화시켰다. 각각의 샘플의 경도를 에릭센 경도 시험 펜슬 모델 318S를 사용하여 측정하였다. 결과는 표 6에 나타낸다.

표 6

[0138] 내스크래치성

경화 온도(℃)	시간(분)	에릭센 경도(뉴톤)
280	10	4
280	20	1
330	10	4
330	20	5
330	20	5
350	20	14
350	20	14
350	20	19
370	20	20
420	10	20
420	10	20
420	5	20
420	10	20
420	10	20

[0139] 상기 표 6에 나타낸 바와 같이, 놀라운 정도의 경도가 보다 높은 경화 온도(350℃ 이상)에서 수득될 수 있다. 이는 극도의 적용에 따라 큰 유용서을 가질 수 있으며 선행 기술에 이미 인식되거나 교시되지 않았다.

[0140] 상기 기술된 바와 같은 유사한 활성화 과정을 수행하여 하기 표 7에 나타낸 다양한 실시예 코팅을 생성하였다. 제형들 중에서 유사하게 전체적으로 고체를 유지하기 위해, 황산바륨을 사용하여 PPS 수준을 변화시키면서 고체 수준을 조절하였다.

표 7

[0141] 실시예 A-D의 조성

성분	실시예 A (중량%, 무수 기준)	실시예 B (중량%, 무수 기준)	실시예 C (중량%, 무수 기준)	실시예 D (중량%, 무수 기준)
유기 중합체: PPS	8.4	5.6	2.8	0
MTMS	31.19	31.19	31.19	31.19
알코올성 용매	15.3	15.35	15.4	15.45
탈이온수	7.57	7.57	7.57	7.57
안료: SPINEL BLACK	6	6.08	6.15	6.23
촉매: 산	0.36	0.36	0.36	0.36
첨가제: 습윤제	0.3	0.3	0.3	0.3
충전제: 침전억제제	0.11	0.11	0.11	0.11
충전제: 콜로이드성 실리카 (45%)	30.89	30.89	30.89	30.89
충전제: 불활성 충전제	0	2.68	5.37	8.05

[0142] 이후에, 실시예 A 내지 D의 다양한 특성을 하기 표 8에 설정된 바와 같이 측정하였다. 무수 필름 두께(DFT)는 ElectroPhysik MiniTest 1001을 사용하여 측정하였다. 광택은 60도에서 Byk 광택계(glossmeter)를 사용하여 측정하였다. 내스크레치성 시험은 상기 기술한 바와 같은 DRAT 방법을 사용하여 수행하였다. 펜슬 경도는 ASTM

D3363을 사용하여 측정하였다.

표 8

[0143] 실시예 A 내지 D의 특성

성분	실시예 A	실시예 B	실시예 C	실시예 D
제형중 PPS%	8.40	5.60	2.80	0.00
DFT	39.40	35.40	28.40	16.00
광택 60° (370°F 경화)	42	56	62	69
내스크래치성(370°F 경화)	20	16	9	5
내스크래치성(420°F 경화)	20	16	12	4
실온에서 펜슬 경도	9H	9H	9H	2H
300℃에서 펜슬 경도	9H	9H	9H	9H

[0144] 표 8에 나타낸 바와 같이, 고 펜슬 경도가 PPS 유기 중합체를 포함하는 모든 실시예를 사용하여 수득되었다. 또한, 내스크래치성은 PPS 수준이 증가함에 따라 증가하였다.

[0145] 최종적으로, 본 발명의 추가의 특징은 개선된 내약품성이다. 도 2에 나타낸 바와 같이, 좌측으로부터 우측으로 나열한 샘플은 D(0% PPS), C(2.8% PPS), B(5.6% PPS), 및 A(8.4% PPS)이다. 패널의 상부 1/2에서 샘플은 명확한 효과없이 24시간 동안 10% HCl에 노출되었다. 패널의 하부 1/2에서 샘플은 30% HCl에 노출되었다. 도 2에 나타낸 바와 같이, 30% HCl에 24시간 노출 후, 보다 높은 수준의 PPS를 함유하는 코팅은 PPS를 적게 함유하거나 함유하지 않는 것보다 손상이 훨씬 적은 것으로 나타났다.

[0146] **실시예 3**

[0147] **실시예 2의 경화된 코팅의 SEM 분석**

[0148] 실시예 2의 코팅이 완전히 경화된 후, 교차-단면 주사 전자 현미경(SEM) 영상(백스캐터링된, 20 KV, 영상을 수득하는데 사용된 추가의 매립 수지를 사용)를 도 3 및 4에 나타낸 바와 같이, 코팅을 통해 수득하였다. 도 3 및 4에서 알 수 있는 바와 같이, PPS 그레인(흑색)은 코팅 두께 전체에서 졸 겔 매트릭스(담회색)로부터 분리되어, 당해 매트릭스 내에 균일하게 분포된다. PPS 그레인은 입자 크기가 약 8㎛이다. 안료(백색)는 또한 코팅 두께 전체에 균일하게 분포된다.

[0149] **실시예 4**

[0150] **입자 크기 조사**

[0151] 스피넬 블랙 및 유기 중합체를 포함하는 조성물을 표 9에 제공된 중량 퍼센트에 따라 제조하였다.

표 9

[0152] 입자 크기 실시예의 조성

	A	B	C	D
입자 설명	공유 중량(%)	공유 중량(%)	공유 중량(%)	공유 중량(%)
첨가제: 습윤 첨가제	0.4	0.4	0.4	0.4
분산 첨가제: 안료 첨가제	3	3	3	3
안료: 스피넬 블랙	20	20	20	20
용매: 알코올	48.6	48.6	48.6	48.6
유기 중합체: PPS	28	0	0	0
유기 중합체: PES	0	28	0	0
유기 중합체: PEEK	0	0	28	0
유기 중합체: PAI	0	0	0	28

[0153] 각각이 조성물을 볼 밀 프로세서를 사용하여 24시간 동안 1kg 배취 크기로 분쇄하였다. 24시간 후, 입자 크기 분포를 벡크만 코울터 LS(Beckman Coulter LS)를 사용하는 레이저 회절법으로 측정하였다. 결과는 표 10 및 도 5에 나타낸다.

표 10

[0154] 입자 크기 실시예의 조성

중합체 개질제	D_{50}	D_{99}	D_{99}
PAI(화합물 D)	8.36	21.73	34.73
PEEK(화합물 C)	3.56	10.86	14.92
PES(화합물 B)	11.35	24.52	37.48
PPS(화합물 A)	8.18	20.29	32.11

[0155] 도 5를 참조하면, 대략 1 마이크론의 피크는 샘플 속에서 스피넬 블랙과 관련된 것으로 고려되지만, 보다 큰 크기의 피크는 유기 중합체와 관련된 것으로 고려된다. 도 5에 나타낸 바와 같이, PEEK는 가장 작은 입자 직경을 가졌으며, 이어서 PPS 및 PAI인 반면, PES는 가장 큰 입자 직경을 가졌다.

[0156] **실시예 5**

[0157] **상이한 유기 중합체와의 졸-겔 하이브리드의 조성물**

[0158] 스피넬 블랙과 유기 중합체를 포함하는 조성물을 표 9에 제공한 중량 퍼센트에 따라 제조하였다. 실시예 4의 유기 중합체 조성물을 볼 분쇄함으로써 생산한 페이스트를 표 11에서의 조성물에 따라 졸-겔 매트릭스내로 도입하였다.

표 11

[0159] 상이한 중합체와의 졸-겔 하이브리드의 조성물

부분 설명	공유 중량(%)	공유 중량(%)	공유 중량(%)	공유 중량(%)
콜로이드성 실리카(45%)	31.97	31.97	31.97	31.97
첨가제: 침강방지제	0.11	0.11	0.11	0.11
첨가제: 습윤제	0.12	0.12	0.12	0.12
첨가제: 부동태화제	0.18	0.18	0.18	0.18
아세트산 BPC(CH3COOH)	0.21	0.21	0.21	0.21
포름산	0.14	0.14	0.14	0.14
안료: 스피넬 블랙	6.00	6.00	6.00	6.00
용매: 탈이온수	7.86	7.86	7.86	7.86
용매: 알코올	14.40	14.40	14.40	14.40
MTMS	29.70	29.70	29.70	29.70
첨가제: 안료 분산 첨가제	0.90	0.90	0.90	0.90
유기 중합체: PPS	8.40	0.00	0.00	0.00
유기 중합체: PES	0.00	8.40	0.00	0.00
유기 중합체: PEEK	0.00	0.00	8.40	0.00
유기 중합체: PAI	0.00	0.00	0.00	8.40

[0160] 각각의 조성물을 그릿블라스팅된 알루미늄 3003 합금 패널 위에 분무하고 100℃에서 5분 동안 건조시킨 후 420℃에서 5분 동안 경화시켰다.

[0161] 수득되는 패널을 외관, 경도, 접착성, 내충격성, 내약품성, 및 열-비중 분석에 대해 시험하였다.

[0162] *외관-광택*

[0163] 각각의 패널을 60° 에서 광택에 대해 시험하였다. 각각의 유기 중합체에 대해 마이크론 단위의 필름 두께의 함수로서의 결과를 도 6a에 나타낸다. D90에 의해, 또는 입자의 90%가 D90 값 미만의 두께를 갖는 입자 직경에 의해 측정된 것으로서, 각각의 중합체의 입자 크기에 있어서 의존성은 도 6b에 나타낸다. 도 6a에 나타낸 바와 같이, 적용된 필름의 수득되는 광택은 필름의 무수 필름 두께와 직접 관련되어 있다. 도 6b에 나타낸 바와 같이, 수득되는 광택은 분쇄된 중합체의 입자 크기 분포와 반비례한다. 외관은 선택된 중합체의 화학 특성과는 독립적인 것으로 나타난다.

[0164] *경도*

[0165] 필름 두께의 함수로서, 각각의 필름의 내스크래치성을 도 7에 제공한다. 각각의 중합체의 평균 내스크래치성은 표 12에 나타낸다.

표 12

[0166] 상이한 중합체와의 졸-겔 하이브리드의 조성

유기 중합체	평균 내스크래치성(N)
PES(B1)	19.09
PAI(D1)	13.25
PPS(A1)	18.57
PEEK(C1)	16.50

[0167] 도 7에 나타낸 바와 같이, PAI는 다른 시험한 중합체보다 훨씬 더 취성을 지닌 방식으로 거동한다. PES는 최대의 평균 내스크래치성 및 보다 얇은 필름 두께에서 최대의 내스크래치성을 지닌 것으로 밝혀졌다.

[0168] *접착성*

[0169] 각각의 필름의 접착성을 ISO 표준 2409에 따라 교차-절단 시험을 사용하여 부드럽고 그릿블라스팅된 기판에서 측정하였다. 각각의 패널에 대해, 격자 패널을 필름에서 기재로 절단하였다. 시험 부위를 부드러운 솔로 브러싱한 후, 접착 시험 테이프를 격자 패턴으로 적용하고 제거하였다. 수득되는 접착 패널은 수득되는 패턴을 도 8a에 나타낸 바와 같이, ISO 2409 표준과 비교하여 순서를 매겼다. 시험 결과는 도 7b에 나타내고 표 13에 요약한다.

표 13

[0170] 상이한 중합체와의 졸-겔 하이브리드의 조성

유기 중합체	부드러운 표면 ISO 등급 접착성	그릿 블라스팅된 표면 ISO 등급 접착성
PES(B1)	2	1
PEEK(C1)	2	1
PPS(A1)	1	1
PAI(D1)	4	2
개질되지 않은 졸 겔	5	2

[0171] *내충격성*

[0172] 각각의 코팅을 20cm로 들어올려진 2kg 중량으로부터의 충격 시험에 이어, 6% 삼염화안티몬 용액 속에서 60 분에 적용시켰다. 충격 시험의 결과는 도 9에 제공한다. 도 9에 나타낸 바와 같이, 모든 코팅은 일반적으로 역 충격 시험을 통과하였다. 그러나, 일부 노출된 금속이 PAI 및 PEEK에 대한 직접적인 충격 시험에서 관찰되었다.

[0173] *내약품성*

[0174] 내약품성을 코팅의 표면에서 32% HCl(산성) 또는 10% NaOH(알칼리성) 용액의 점적(drop)을 코팅 표면에 놓고 이를 손목시계 유리뚜껑으로 덮어서 측정하였다. 손상은 24시간 후에 측정하였다. 내약품성 시험의 결과는 도 10에 제공한다. 도 10에 나타낸 바와 같이, PAI는 최대 산 내성을 가졌으며, PEEK는 최대 알칼리 내성을 가졌다.

[0175] *열 안전성*

[0176] 다양한 유기 중합체로 개질된 졸 겔 코팅의 열 안전성을 개질되지 않은 졸 겔 코팅의 것과 비교하였다. 샘플의 중량은 샘플 온도를 600℃로 증가시키면서 열 비중 분석기에서 기록하였다. 결과는 도 11에 나타낸다.

[0177] 도 11에 나타낸 바와 같이, PAI는 개질된 코팅의 가장 신속한 열 분해를 가진다. PAI의 열 분해는 약 350℃에서 시작하지만, 나머지 유기 중합체는 약 530 내지 550℃까지 열적으로 분해를 시작하지 않는다.

[0178] **실시예 6**

[0179] **내마모성 시험**

[0180] 무수 왕복 마모 시험(DRAT)을 실시예 5의 코팅에 대한 내마모성의 척도로서 사용하였다. 당해 시험은 주걱 및

다른 조리기구에 의한 스크래핑의 효과를 시뮬레이션한다. 2-인치 연마 패드(3M 스카치-브라이트 07447)를 3-kg 전기자에 올려놓고, 이를 1000회 주기 동안 반복한다. 연마 패드를 매 1000회 주기마다 새로운 패드로 대체하고, 시험을 마모된 부위의 10%가 나 금속에 노출될 때까지 지속하였다. 결과는 표 14 및 도 12에서 마이크론당 스트로크(stroke)로 하기에 나타낸다.

표 14

[0181] DRAT(주기/mil)

유기 중합체	RAT 스트로크/μm
PES	246
PEEK	574
PPS	358
PAI	365
개질되지 않은 졸-겔	313

[0182] PES를 제외한 유기 중합체 각각은 개질되지 않은 졸-겔 조성물과 비교하여 내마모성에 있어서 증진을 제공하였다. 특히, PEEK는 시험한 유기 중합체 중에서 최대의 내마모성을 제공하는 것으로 나타났다.

[0183] 다음에, 유기 중합체 및 예시적인 경질 충전제, 탄화규소를 포함하는 조성물을 시험하였다. 조성물은 표 15에 제공된 값에 따라 제조하였다.

표 15

[0184] 경질 충전제 조성물

	E	F	G	H
부분 설명	공유 중량(%)	공유 중량(%)	공유 중량(%)	공유 중량(%)
불활성 충전제	8.05	7.52	2.68	2.15
콜로이드성 실리카(45%)	30.78	30.78	30.78	30.78
첨가제: 침전억제제	0.11	0.11	0.11	0.11
첨가제: 습윤제	0.09	0.08	0.03	0.02
첨가제: 부동태화제	0.18	0.17	0.06	0.05
아세트산 BPC(CH3COOH)	0.22	0.22	0.22	0.22
포름산	0.14	0.14	0.14	0.14
안료: 스피넬 블랙	6.23	5.82	2.08	1.66
용매: 탈이온수	7.57	7.57	7.57	7.57
용매: 알코올	15.45	14.42	18.15	17.12
MTMS	31.19	31.19	31.19	31.19
유기 중합체: PPS	0.00	0.00	7.00	7.00
경질 충전제: 탄화규소 1200 메쉬(mesch)	0.00	2.00	0.00	2.00

[0185] DRAT 결과는 표 16 및 도 13에서 마이크론당 스트로크로 하기에 나타낸다.

표 16

[0186] DRAT(주기/mil)

개질제	DRAT 스트로크/μm
E(개질되지 않은 졸겔)	316
F(졸겔+SiC)	914
G(졸겔+PPS)	333
H(졸겔+SiC+PPS)	2128

[0187] 표 14에 나타낸 바와 같이, 유기 중합체 PPS를 첨가하는 경우 개질되지 않은 졸-겔보다 내마모성에 있어서 중간의 증가가 제공되었다. 경질 충전제 SiC를 첨가하는 경우 개질되지 않은 졸-겔보다 내마모성에 있어서의 증가가

제공되었다. 그러나, 예측되지 않은 상승 효과가 PPS 및 SiC 둘 다의 첨가로부터 관찰되었으며, 내마모성은 PPS의 첨가에 있어서 단독 기준으로 SiC 단독의 2배 이상이었다.

[0188] **실시예 7**

[0189] **유기 중합체 함량 시험**

[0190] 조성물을 표 17에 제공된 값에 따라서, 무수 기준으로 0 내지 28 중량%의 유기 중합체 PPS의 다양한 양으로 제조하였다.

표 17

[0191] 증가하는 PPS 함량의 조성물

부분 설명	I	J	K	L	M	N	O
콜로이드성 실리카(45%)	43.964	41.766	39.568	35.172	26.379	17.586	8.793
첨가제: 침전억제제	0.1566	0.1488	0.141	0.1253	0.094	0.0627	0.031
아세트산 BPC(CH3COOH)	0.315	0.2993	0.2835	0.252	0.189	0.126	0.063
포름산	0.2065	0.1962	0.1859	0.1652	0.1239	0.0826	0.041
용매: 탈이온수	10.808	10.267	9.7268	8.646	6.4845	4.323	1.262
용매: 알코올	0	3.25	6.5	13	26	39	52
MTMS	44.55	42.323	40.095	35.64	26.73	17.82	8.91
유기 중합체: PPS	0	1.75	3.5	7	14	21	28
유기 중합체의 중량%(무수 기준)	0.00	3.96	8.00	16.36	34.28	53.99	75.79

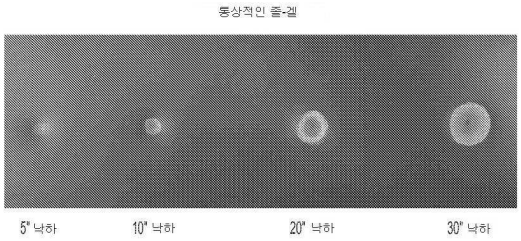
[0192] 표 17의 코팅 I 내지 O의 알칼리 내약품성 비율을 무수 기준 PPS 중량%의 함수로서 표 14에 제공한다. 동일한 코팅의 산 내약품성 비율은 도 15에 제공한다. 동일한 코팅의 스크래치 경도 값은 도 16에 제공한다.

[0193] 도 14 내지 도 16에 나타낸 바와 같이, 최대 내약품성의 범위는 무수 기준으로 약 2 내지 50중량%의 PPS, 바람직하게는 약 15 내지 35 중량%의 PPS, 및 보다 바람직하게는 약 20 내지 30 중량%의 PPS인 것으로 나타난다.

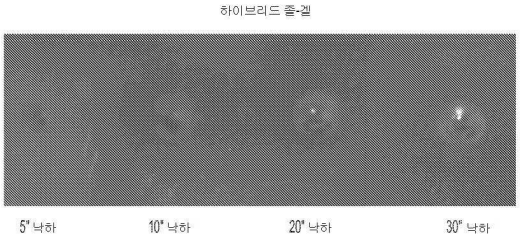
[0194] 본 발명은 바람직한 설계를 가지는 것으로 기술하였지만, 본 발명은 또한 본 개시내용의 취지 및 영역내에서 추가로 개질될 수 있다. 따라서, 본원은 이의 일반적인 원리를 사용하여 본 발명의 어떠한 변화, 용도, 또는 조정도 포함하는 것으로 의도된다. 또한, 본원은 본 발명의 개시내용으로부터의 이러한 일탈이 본 발명이 관련되고 첨부된 청구범위의 한계 내에 속하는 분야에 공지되거나 통상적인 실시내에 있음을 포함하는 것으로 의도된다.

도면

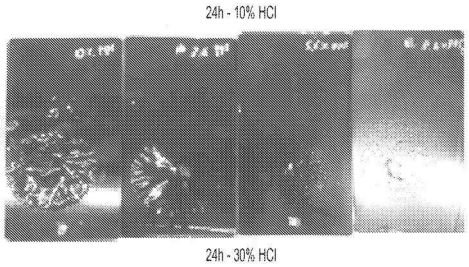
도면1a



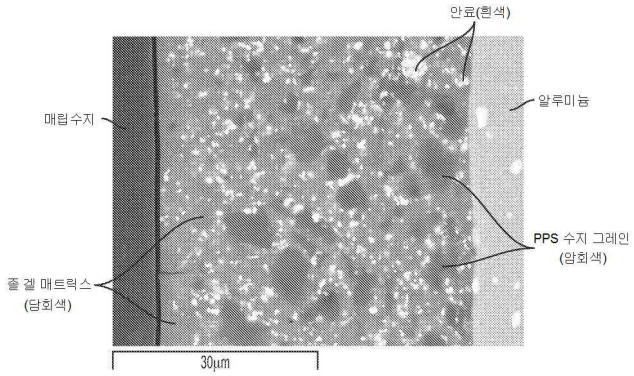
도면1b



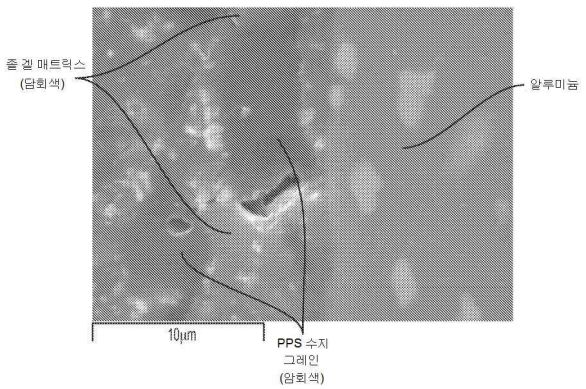
도면2



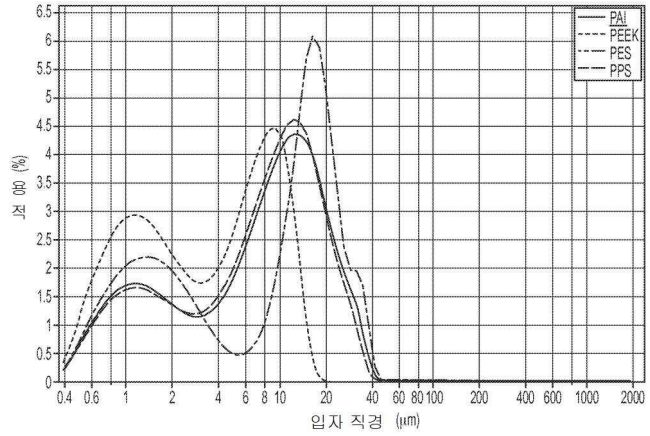
도면3



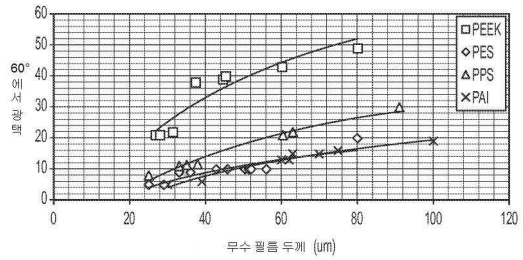
도면4



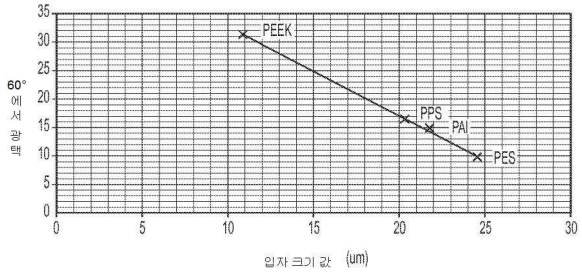
도면5



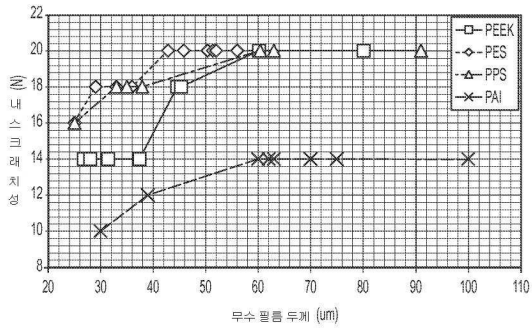
도면6a



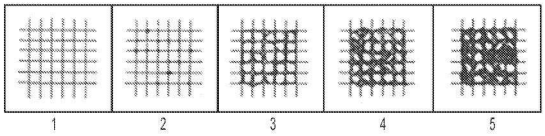
도면6b



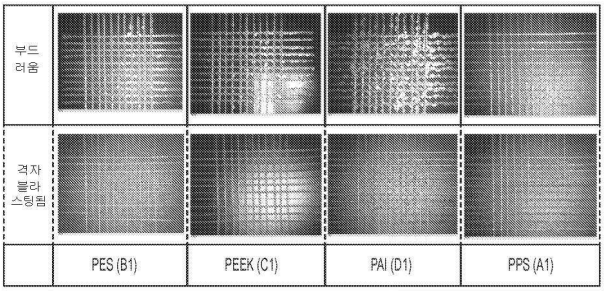
도면7



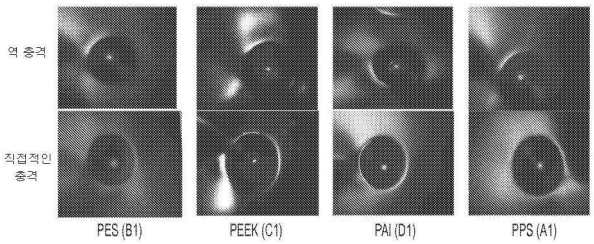
도면8a



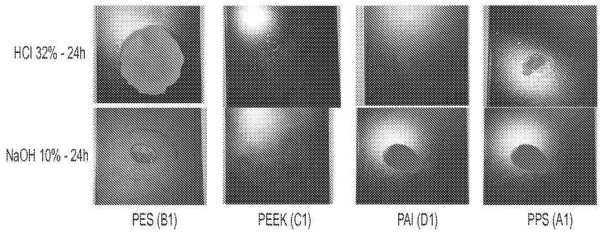
도면8b



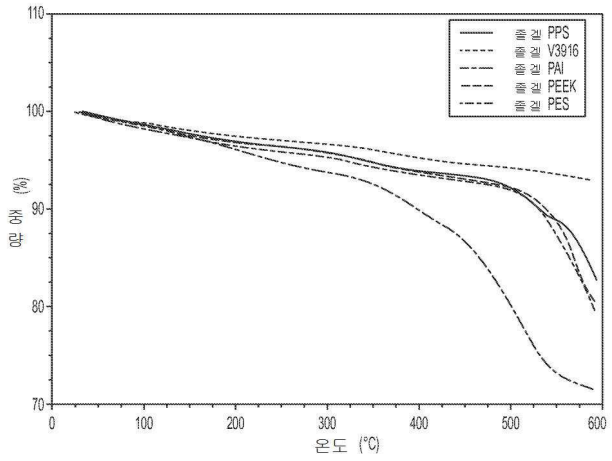
도면9



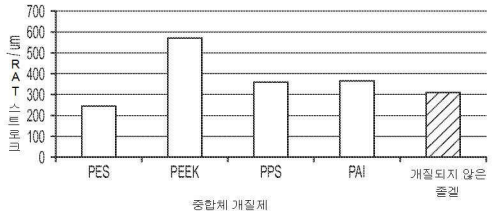
도면10



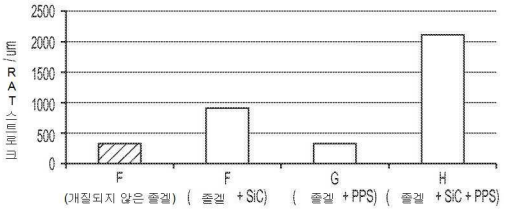
도면11



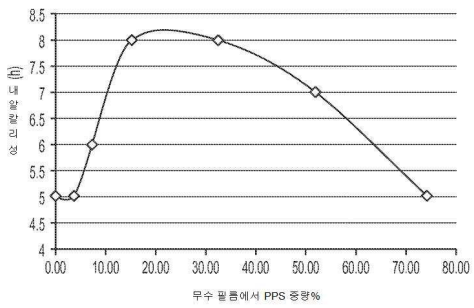
도면12



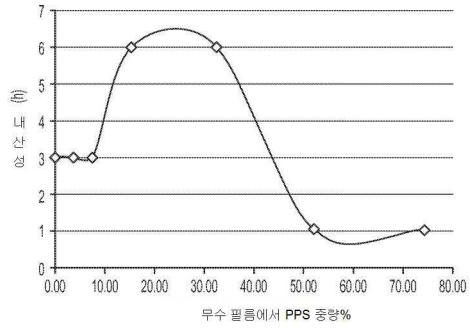
도면13



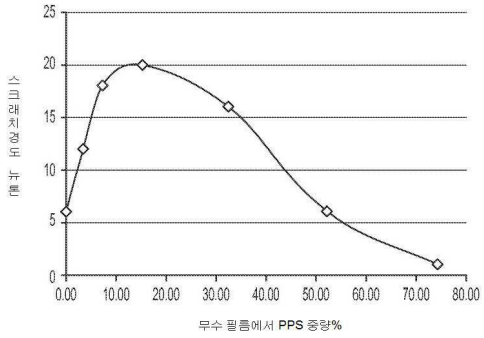
도면14



도면15


7
6
5
4
3
2
1
0
(in) 내 산 성
0.00
10.00
20.00
30.00
40.00
50.00
60.00
70.00
80.00
무수 필름에서 PPS 중량%

도면16


25
20
15
10
5
0
스크래치 경도 뉴톤
0.00
10.00
20.00
30.00
40.00
50.00
60.00
70.00
80.00
무수 필름에서 PPS 중량%