



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2019-0059075
(43) 공개일자 2019년05월30일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
B05D 3/06 (2006.01) B05D 1/00 (2006.01)
B05D 7/02 (2006.01) B05D 7/24 (2006.01)
(52) CPC특허분류
B05D 3/067 (2013.01)
B05D 1/005 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2017-0156650
(22) 출원일자 2017년11월22일
심사청구일자 2017년11월22일

(71) 출원인
건양대학교산학협력단
충청남도 논산시 대학로 121 (내동)
(72) 발명자
송기창
대전광역시 유성구 전민로 18 (전민동)
양준호
대전광역시 유성구 구즉로 16 한마을아파트 109동 1201호
(74) 대리인
특허법인도담, 김대영

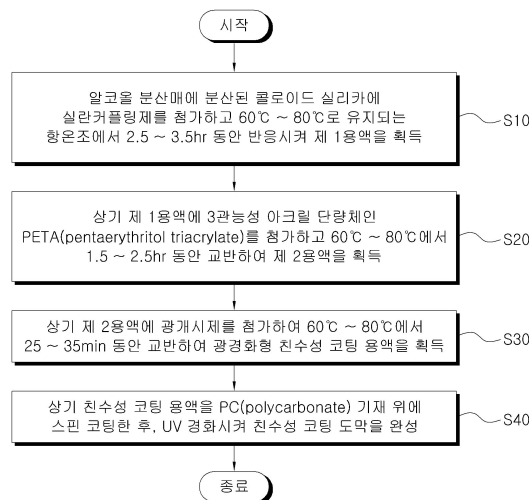
전체 청구항 수 : 총 6 항

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

(57) 요약

본 발명은 스핀 코팅된 코팅 도막을 기존의 건조오븐에 열경화시키는 방법과는 달리, UV 경화법을 통해 빠르게 경화시켜 생산성 향상과 더불어 에너지가 절감되는 콜로이드 실리카를 이용한 UV 경화형 친수성 코팅 도막 및 이의 제조방법에 관한 것으로, 메탄올에 분산된 콜로이드 실리카를 실란커플링제(MPTMS: 3-methacryloxypropyltrimethoxysilane)와 반응시켜 무기물인 제 1용액을 제조하고, 상기 제 1용액에 유기물인 3관능성 아크릴 단량체인 PETA(pentaerythritol triacrylate)를 혼합하여 유-무기 혼성된 제 2용액을 제조한 후 이를 PC(polycarbonate) 기재 위에 스핀코팅 후 UV 경화를 실시하여 제조되는 것을 특징으로 한다.

대표도 - 도1



(52) CPC특허분류

B05D 7/02 (2013.01)

B05D 7/24 (2013.01)

C09D 1/00 (2013.01)

C09D 7/63 (2018.01)

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 S2219716

부처명 산업통상자원부

연구관리전문기관 중소기업기술정보진흥원

연구사업명 중소기업기술혁신개발사업(혁신기업기술개발)

연구과제명 TCO물질을 이용한 에너지 절감형 자기세정형 코팅제

기 여 율 1/1

주관기관 건양대학교산학협력단

연구기간 2014.11.19 ~ 2016.11.18

명세서

청구범위

청구항 1

알코올 분산매에 분산된 콜로이드 실리카에 실란커플링제를 첨가하고 60℃ ~ 80℃로 유지되는 항온조에서 2.5 ~ 3.5hr 동안 반응시켜 제 1용액을 획득하는 S10단계;

상기 제 1용액에 3관능성 아크릴 단량체인 PETA(pentaerythritol triacrylate)를 첨가하고 60℃ ~ 80℃에서 1.5 ~ 2.5hr 동안 교반하여 제 2용액을 획득하는 S20단계;

상기 제 2용액에 광개시제를 첨가하여 60℃ ~ 80℃에서 25 ~ 35min 동안 교반하여 광경화형 친수성 코팅 용액을 획득하는 S30단계;

상기 친수성 코팅 용액을 PC(polycarbonate) 기재 위에 스핀 코팅한 후, UV 경화시켜 친수성 코팅 도막을 완성하는 S40단계;를 포함하되,

상기 UV경화는 UV-A 영역을 사용하여 8 ~ 12min 동안 경화시키는 것을 특징으로 하는 콜로이드 실리카를 이용한 UV 경화형 친수성 코팅 도막 제조방법.

청구항 2

제 1항에 있어서,

상기 콜로이드 실리카는 분산매가 메탄올인 SS-SOL 300MAC인 것을 특징으로 하는 콜로이드 실리카를 이용한 UV 경화형 친수성 코팅 도막 제조방법.

청구항 3

제 1항에 있어서,

상기 실란커플링제는 MPTMS(3-methacryloxypropyltrimethoxysilane, 99.9%, Sigma-Aldrich)인 것을 특징으로 하는 콜로이드 실리카를 이용한 UV 경화형 친수성 코팅 도막 제조방법.

청구항 4

제 1항에 있어서,

상기 친수성 코팅 용액은 콜로이드실리카 40 ~ 77중량%와, 실란커플링제 15 ~ 40중량%와, 아크릴단량체 8 ~ 20중량%와, 광개시제 0.2 ~ 0.4중량%로 이루어지는 것을 특징으로 하는 콜로이드 실리카를 이용한 UV 경화형 친수성 코팅 도막 제조방법.

청구항 5

제 4항에 있어서,

상기 콜로이드실리카는 70중량%의 메탄올과, 30중량%의 나노실리카로 구성되는 것을 특징으로 하는 콜로이드 실리카를 이용한 UV 경화형 친수성 코팅 도막 제조방법.

청구항 6

제 1항 내지 제 5항 중 어느 한 항의 제조방법을 통해 제조된 것을 특징으로 하는 콜로이드 실리카를 이용한 UV 경화형 친수성 코팅 도막.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 스핀 코팅된 코팅 도막을 기존의 건조오븐에 열경화시키는 방법과는 달리, UV 경화법을 통해 빠르게 경화시켜 생산성 향상과 더불어 에너지가 절감되는 콜로이드 실리카를 이용한 UV 경화형 친수성 코팅 도막 및 이의 제조방법에 관한 것으로, 보다 상세하게는 알코올에 분산된 콜로이드 실리카를 실란커플링제(MPTMS: 3-methacryloxypropyltrimethoxysilane)와 반응시켜 무기물인 제 1용액을 제조하고, 상기 제 1용액에 유기물인 3 관능성 아크릴 단량체인(pentaerythritol triacrylate)를 혼합하여 유-무기 혼성된 제 2용액을 제조한 후 이를 PC(polycarbonate) 기재 위에 스핀코팅 후 UV 경화를 실시한 콜로이드 실리카를 이용한 UV 경화형 친수성 코팅 도막 및 이의 제조방법에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 저온의 환경 상태에서 고온 다습한 곳으로 이동할 때 고체의 표면 온도가 대기의 이슬점 보다 낮은 경우에는 공기 중에 있는 수증기가 고체의 표면에 응축되는 현상이 발생되는데 이를 김서림이라 한다.

[0003] 이러한 김서림 현상이 PMMA, PET나 PC와 같은 투명 플라스틱의 표면에 발생하면 응축된 수증기로 인한 빛의 산란으로 투명성이 저하되어 사용 시에 큰 장애를 일으키게 된다.

[0004] 이러한 문제를 해결하기 위해서 두 가지 방법이 사용되는데 한 방법은 수증기가 응축되지 않도록 고체의 표면을 가열하는 것이며, 다른 방법은 투명 플라스틱의 표면을 친수성 물질로 코팅하는 것이다. 전자의 방법이 효율적이나 에너지 비용이 많이 들어 사용에 제한이 있다.

[0005] 친수성 코팅이란 계면활성제나 친수성 고분자를 플라스틱 표면에 도포하여 물방울이 표면에 맺히지 않고 퍼지도록 하여 제거하는 방법을 말한다.

[0006] 그러나 이 물질 자체만으로는 플라스틱 표면에 고정되어 지속적으로 코팅을 유지하지 못하므로 지속성이 떨어진다.

[0007] 이를 보완하기 위해 지금까지 여러 연구자들이 졸-겔법과 같은 습식 화학공정을 이용해 유-무기 혼성물질을 제조해 장기 지속성을 나타내는 친수성 코팅 필름을 제조하였다.

[0008] 한편 친수성 코팅용액의 경화 방식으로는 열에너지를 이용해 경화시키는 열경화법이 있다.

[0009] 하지만 기존의 열경화법은 건조 오븐 내에서 고온, 장시간의 경화 조건을 필요로 하는게 되므로 생산성이 낮고, 에너지가 많이 소모되는 문제점이 있었다.

선행기술문헌

특허문헌

[0010] (특허문헌 0001) 대한민국 특허등록 제0913371호

발명의 내용

해결하려는 과제

[0011] 본 발명은 상기와 같은 문제점을 감안하여 안출된 것으로, 본 발명의 제 1목적은, 스핀 코팅된 코팅 도막을 기존의 건조오븐에 열경화시키는 방법과는 달리, UV 경화법을 통해 빠르게 경화시켜 생산성 향상과 더불어 에너지가 절감되는 콜로이드 실리카를 이용한 UV 경화형 친수성 코팅 도막 및 이의 제조방법을 제공하는데 있다.

[0013] 본 발명의 제 2목적은, 광개시제를 첨가하여 광경화형 친수성 코팅 용액을 제조함으로써, UV 경화법을 통해 코

팅 도막을 빠르게 경화시킬 수 있도록 한 콜로이드 실리카를 이용한 UV 경화형 친수성 코팅 도막 및 이의 제조 방법을 제공하는데 있다.

과제의 해결 수단

- [0014] 상기한 바와 같은 목적을 달성하기 위한 특징에 따르면, 제 1발명은, 콜로이드 실리카를 이용한 UV 경화형 친수성 코팅 도막의 제조방법에 관한 것으로, 이를 위해 알코올 분산매에 분산된 콜로이드 실리카에 실란커플링제를 첨가하고 60℃ ~ 80℃로 유지되는 항온조에서 2.5 ~ 3.5hr 동안 반응시켜 제 1용액을 획득하는 S10단계;와, 상기 제 1용액에 3관능성 아크릴 단량체인 PETA(pentaerythritol triacrylate)를 첨가하고 60℃ ~ 80℃에서 1.5 ~ 2.5hr 동안 교반하여 제 2용액을 획득하는 S20단계;와, 상기 제 2용액에 광개시제를 첨가하여 60℃ ~ 80℃에서 25 ~ 35min 동안 교반하여 광경화형 친수성 코팅 용액을 획득하는 S30단계;와, 상기 친수성 코팅 용액을 PC(polycarbonate) 기재 위에 스핀 코팅한 후, UV 경화시켜 친수성 코팅 도막을 완성하는 S40단계;를 포함하되, 상기 UV경화는 UV-A 영역을 사용하여 8 ~ 12min 동안 경화시키는 것을 특징으로 한다.
- [0016] 제 2발명은 제 1발명에서, 상기 콜로이드 실리카는 분산매가 메탄올인 SS-SOL 300MAC인 것을 특징으로 한다.
- [0018] 제 3발명은, 제 1발명에서, 상기 실란커플링제는 MPTMS(3-methacryloxypropyltrimethoxysilane, 99.9%, Sigma-Aldrich)인 것을 특징으로 한다.
- [0019] 제 4발명은, 제 1발명에서, 상기 친수성 코팅 용액은 콜로이드실리카 40 ~ 77중량%와, 실란커플링제 15 ~ 40중량%와, 아크릴단량체 8 ~ 20중량%와, 광개시제 0.2 ~ 0.4중량%로 이루어지는 것을 특징으로 한다.
- [0021] 제 5발명은, 제 4발명에서, 상기 콜로이드실리카는 70중량%의 메탄올과, 30중량%의 나노실리카로 구성되는 것을 특징으로 한다.
- [0023] 제 6발명은, 콜로이드 실리카를 이용한 UV 경화형 친수성 코팅 도막에 관한 것으로, 제 1발명 내지 제 5발명 중 어느 한항의 제조방법을 통해 제조된 것을 특징으로 한다.

발명의 효과

- [0024] 본 발명에 따른 콜로이드 실리카를 이용한 UV 경화형 친수성 코팅 도막 및 이의 제조방법에 따르면, 핀 코팅된 코팅 도막을 기존의 건조오븐에 열경화시키는 방법과는 달리, UV 경화법을 통해 도막을 빠르게 경화시켜 생산성 향상과 더불어 에너지가 절감되는 효과가 있다.
- [0025] 또한 분산매의 종류를 메탄올로 사용하고, 실란커플링제를 MPTMS로 사용하여 UV 경화 시에 친수성이 우수한 도막을 제조할 수 있는 효과가 있다.

도면의 간단한 설명

- [0026] 도 1은 본 발명에 따른 콜로이드 실리카를 이용한 UV 경화형 친수성 코팅 도막의 제조방법의 순서도,
 도 2는 콜로이드 실리카 양을 변화하여 제조된 [표 1]의 S1, S2, S3, S4, S5 시료의 사진,
 도 3은 콜로이드 실리카 양을 조절하여 제조한 친수성 코팅 용액으로 PC 기재위에 코팅한 도막의 투과율 분석 그래프,
 도 4는 콜로이드 실리카 양을 조절하여 제조된 친수성 코팅 용액을 PC 기재 위에 코팅하여 얻어진 코팅 도막을 광학 현미경을 이용하여 100배로 관찰한 표면 사진,
 도 5는 콜로이드 실리카 양을 조절하여 제조한 친수성 코팅 용액을 PC 기재 위에 코팅하여 얻어진 코팅 도막의 물 접촉각 사진,
 도 6은 콜로이드 실리카 양을 조절하여 제조한 친수성 코팅 용액을 FT-IR을 사용해 분석한 그래프,

도 7은 콜로이드 실리카의 분산매 종류를 메탄올, 에탄올과 이소프로판올로 각각 변화시켜 제조한 친수성 코팅 용액의 사진,

도 8은 콜로이드 실리카의 분산매 종류를 변화시켜 제조한 코팅 용액으로 PC 기재 위에 코팅한 UV 경화 도막의 투과율 분석 그래프,

도 9는 콜로이드 실리카의 분산매 종류를 변화시켜 제조한 UV 경화 도막을 광학 현미경을 이용하여 관찰한 표면 사진,

도 10은 콜로이드 실리카의 분산매 종류를 변화시켜 얻어진 UV 경화 도막의 수접촉각 분석 그래프,

도 11은 실란커플링제 종류 변화에 따라 제조된 친수성 코팅 용액의 사진,

도 12는 실란커플링제 종류를 변화시켜 제조한 코팅 도막의 투과율 분석 결과,

도 13은 실란커플링제 종류를 달리하여 제조한 친수성 용액으로 PC 기재 위에 코팅한 도막의 물에 대한 접촉각 사진이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0027] 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.
- [0028] 오히려, 여기서 소개되는 실시예들은 개시된 내용이 철저하고 완전해질 수 있도록 그리고 당업자에게 본 발명의 사상이 충분히 전달될 수 있도록 하기 위해 제공되는 것이다.
- [0029] 여기에 설명되고 예시되는 실시예들은 그것의 상보적인 실시예들도 포함한다.
- [0030] 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.
- [0032] 이하 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.
- [0034] 이하에서는 본 발명에 따른 콜로이드 실리카를 이용한 UV 경화형 친수성 코팅 도막 및 이의 제조방법에 관하여 구체적으로 설명하기로 한다.
- [0035] 도 1은 본 발명에 따른 콜로이드 실리카를 이용한 UV 경화형 친수성 코팅 도막의 제조방법의 순서도이다.
- [0036] S10단계에서는 알코올 분산매에 분산된 콜로이드 실리카에 실란커플링제를 첨가하고 60℃ ~ 80℃로 유지되는 항온조에서 2.5 ~ 3.5hr 동안 반응시켜 무기물인 제 1용액을 획득한다.
- [0037] 여기서 콜로이드 실리카를 개질하는 실란커플링제는 MPTMS(3-methacryloxypropyltrimethoxysilane, 99.9%, Sigma-Aldrich)인 것이 바람직하다.
- [0038] 또한 콜로이드 실리카는 분산매가 메탄올인 SS-SOL 300MAC인 것이 바람직하다.
- [0039] S20단계에서는 분산매인 메탄올과 잘 혼합되는 상기 제 1용액에 3관능성 아크릴 단량체인 PETA(pentaerythritol triacrylate)를 첨가하고 60℃ ~ 80℃에서 1.5 ~ 2.5hr 동안 교반하여 유기물인 제 2용액을 획득한다.
- [0040] S30단계에서는 상기 제 2용액에 광개시제를 첨가하여 60℃ ~ 80℃에서 25 ~ 35min 동안 교반하여 광경화형 친수성 코팅 용액을 획득한다.

- [0041] 여기서 광개시제는 X-CURE[®] PI-981(CHEMPIA)인 것이 바람직하다.
- [0042] 한편 상기 친수성 코팅 용액은 콜로이드실리카 40 ~ 77중량%와, 실란커플링제 15 ~ 40중량%와, 아크릴단량체 8 ~ 20중량%와, 광개시제 0.2 ~ 0.4중량%로 이루어진다.
- [0043] 이 때 상기 콜로이드실리카는 70중량%의 메탄올과, 30중량%의 나노실리카로 이루어진다.
- [0044] S40단계에서는 상기 친수성 코팅 용액을 PC(polycarbonate) 기재 위에 스핀 코팅한 후, UV 경화시켜 친수성 코팅 도막을 완성한다.
- [0045] 이 때 상기 UV경화는 UV-A 영역인 300 ~ 400nm 파장을 사용하여 8 ~ 12min 동안 경화시켜서 친수성 코팅 도막을 완성할 수 있다.

[0047] [실험예]

표 1

[0048] UV경화 UV 경화형 친수성 코팅 합성 조건이다.

Sample code	Type of dispersion medium of colloidal silica	Colloidal silica (g)	MPTMS (g)	GPTMS (g)	MTMS (g)	VTES (g)	PETA (g)
S1	Methanol	10	10	0	0	0	5
S2	Methanol	20	10	0	0	0	5
S3	Methanol	30	10	0	0	0	5
S4	Methanol	40	10	0	0	0	5
S5	Methanol	50	10	0	0	0	5
S6	Methanol	30	10	0	0	0	5
S7	Ethanol	30	10	0	0	0	5
S8	Isopropanol	30	10	0	0	0	5
S9	Methanol	30	10	0	0	0	5
S10	Methanol	30	0	10	0	0	5
S11	Methanol	30	0	0	10	0	5
S12	Methanol	30	0	0	0	10	5

[0050] 1. 분석방법

[0051] (1) 투과율

[0052] [표 1]로 제조된 시료를 가시광선 영역에서의 투과율 변화를 측정하기 위해 코팅 용액들을 PC 기재 위에 코팅하고 UV 경화시켜 코팅 도막으로 제조한 뒤, UV-Visible Spectrometer(UV-2450, Shimadzu)를 사용하여 200~800 nm 파장의 범위에서 투과율을 측정하였다.

[0053] (2) 접촉각

[0054] 코팅 도막의 접촉각을 측정하기 위하여 접촉각 측정기(Pheonix-Mini, Surface Electro Optics)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 PC 화면에서 관찰하여 접촉각을 측정하였다.

[0055] (3) 연필경도

[0056] 연필경도는 연필경도 측정기(CT-PC1, Core Tech., Korea)에 연필경도 측정용 연필을 45° 각도로 끼우고, 일정 하중 (500 g)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.

- [0057] (4) 부착력
- [0058] 코팅 도막의 부착력은 ASTM D 3359에 의하여 UV 경화된 코팅 도막 층에 cutter로 바둑판 모양의 홈을 낸 후 그 위에 3M 테이프를 잘 밀착시켜 일정한 힘으로 여러 번 떼어내어 코팅 층과 기재와의 부착정도를 관찰하였다. 코팅된 지지체 표면에 1 mm 간격으로 11×11 로 십자형으로 칼집을 내어 100개의 정방형을 만들고, 그 위에 테이프를 부착한 후 급격히 잡아 당겨 표면을 평가하였다. 남은 눈 수의 개수가 100개면 5B, 95개 이상이면 4B, 85개 이상은 3B, 65개 이상은 2B, 35개 이상은 1B, 그 이하는 0B로 나타내었다.
- [0059] (5) 미세구조
- [0060] 코팅 도막의 표면 형상을 광학현미경(CX31, OLYMPUS)을 사용하여 100배로 관찰하였다.
- [0061] (6) FT-IR 분석
- [0062] FT-IR(Cary 630, Agilent Technologies)을 사용하여 콜로이드 실리카 중의 나노입자의 표면이 실란커플링제로 표면개질 되었는지의 여부를 확인하였다.
- [0064] 2. 첨부된 도면에 따른 분석결과
- [0065] (1) 콜로이드 실리카 첨가량이 코팅 도막의 물성에 미치는 영향
- [0066] 먼저 도 2와 같이, [표 1]의 S1, S2, S3, S4, S5 시료는 투명한 상태임을 확인할 수 있으며 실리카 양이 많아질수록 용액의 부피가 커짐을 알 수 있었다.
- [0067] 도 3과 같이, PC 기재의 투과율은 가시광선 영역에서 90%로 높은 투과율을 나타내었다. 그러나 실리카 양이 10g과 20g으로 적게 첨가된 S1과 S2 시료의 경우 평균 투과율이 각각 55%와 80%의 낮은 투과율을 나타내었다. 그러나 실리카 양이 30g이상으로 첨가된 S3, S4, S5 시료는 PC 기재와 같이 90%의 높은 평균 투과율을 나타내었다. 이를 통해 실리카 양이 30g 이상 첨가되어야만 코팅 도막의 투과율이 향상된다는 것을 알 수 있었다.
- [0068] 도 4와 같이, 콜로이드 실리카 첨가량이 적은 S1과 S2 시료의 표면에는 콜로이드 입자들이 응집되어 있는 구조를 보였으나 콜로이드 실리카가 일정량 이상 첨가된 S3, S4, S5 시료는 콜로이드 실리카의 응집 현상이 없는 매끈한 표면 구조를 보였다. 이런 콜로이드 실리카 입자들의 응집현상으로 인해 도 3에서 S1과 S2 시료의 투과율이 낮게 됨을 알 수 있었다.
- [0069] 도 5와 같이, S1, S2, S3, S4, S5 시료의 접촉각은 각각 60° , 56° , 37° , 41° , 56° 로 나타났으며 S3 시료의 접촉각이 37° 로 가장 적어, 친수성이 가장 우수함을 알 수 있었다. 실리카 첨가량이 10g에서 30g으로 증가할수록 도막의 접촉각은 감소하였으나 40g 이상으로 과량 첨가 시에는 오히려 접촉각이 증가하여 실리카 첨가량에는 최적치가 있음을 알 수 있었다. 이는 친수성을 나타내는 무기물인 콜로이드 실리카를 유기물인 PC 기재 위에 고정시키기 위해 실란커플링제인 MPTMS 일정량(10g)으로 실리카 입자를 표면개질 하였는데 MPTMS 10g으로 표면개질 가능한 콜로이드 실리카의 최적량이 30g임을 의미한다.
- [0070] 도 6과 같이, 콜로이드 실리카 첨가량이 많아질수록 $3,400\text{ cm}^{-1}$ 영역의 OH기의 피크 세기가 증가하였다. 또한 모든 시료에서 $2,982\text{ cm}^{-1}$ 와 $1,703\text{ cm}^{-1}$ 에서 흡수 피크를 발견할 수 있는데 이는 실란커플링제인 MPTMS의 $-\text{CH}_3$ 기와 $-\text{C}=\text{O}$ 결합을 각각 나타낸다. 이 결과로부터 모든 시료에 있어 콜로이드 실리카 표면이 MPTMS로 표면개질이 이루어졌음을 알 수 있다.
- [0071] 도 7과 같이, 분산매 종류를 메탄올, 에탄올과 이소프로판올로 각각 변화시켜 제조한 친수성 코팅 용액 침전이 없는 반투명한 용액이 제조되었다.
- [0072] 도 8과 같이, PC 기재의 투과율은 가시광선 영역에서 90%로 높은 평균 투과율을 나타내었다. 그러나 콜로이드 실리카 분산매를 에탄올을 사용한 S7 시료는 가시광선 영역에서 80%의 낮은 평균 투과율을 보였으나, 메탄올이나 이소프로판올을 사용한 코팅 도막들(S6, S8)은 PC 기재와 비슷한 90%의 우수한 평균 투과율을 나타내었다.
- [0073] 도 9와 같이, S6과 S8 시료의 표면은 실리카 입자들의 응집이 없는 매끈한 구조를 보였으나, 에탄올로 분산된 S7 시료의 표면은 콜로이드 입자들의 응집 현상이 발견되었으며, 이로 인해 도 8에서 S7 시료의 평균 투과율이 80%로 낮게 관찰되었다.

[0074] 도 10과 같이, 분산매의 종류를 메탄올, 에탄올, 이소프로판올로 변화시켜 제조한 도막의 접촉각은 각각 37° , 51° , 56° 로 메탄올인 경우가 가장 친수성이 우수하였다. 이 결과로부터 콜로이드 실리카 분산매의 분자량이 증가할수록 UV 경화 도막의 접촉각이 상승함을 알 수 있었다.

표 2

[0075] 콜로이드 실리카 양을 조절하여 제조한 UV 경화형 코팅 도막의 연필경도와 부착력을 측정한 결과이다.

Sample code	Pencil hardness	Adhesion
PC plate	B	-
S1	H	5B
S2	H	5B
S3	H	5B
S4	H	5B
S5	H	4B
S6	H	5B
S7	H	5B
S8	H	5B
S9	H	5B
S10	F	5B
S11	H	5B
S12	H	4B

[0076] [표 2]에서는 콜로이드 실리카의 분산매 종류를 변화시켜 제조한 친수성 코팅 용액으로 PC 기재 위에 코팅한 도막들(S6, S7, S8)의 물성 측정 결과를 나타내었는데 세 경우 모두 H의 연필경도와 5B의 부착력을 나타내었다. 이상의 결과로부터 콜로이드 실리카의 분산매 종류가 코팅 도막의 친수성과 투과도에는 영향을 미치나, 코팅 도막의 연필경도 및 부착력에는 영향을 미치지 못함을 알 수 있었다.

[0077] 또한 실란커플링제의 종류를 달리하여 제조한 코팅 도막의 물성은 [표 2]에 기재된 바와 같이, MPTMS와 MTMS(methyltrimethoxysilane)를 사용하여 제조된 S9와 S11 시료의 연필경도와 부착력은 H와 5B로 우수한 물성을 나타내었으나 GPTMS(3-glycidoxypropyltrimethoxysilane)를 사용한 S10 시료는 연필경도가 F로 좋지 못했으며 또한 VTES를 사용한 S12 시료의 부착력도 4B로 좋지 못하였는데 이는 실란커플링제 종류가 UV 경화 시에 코팅 도막의 물성에 큰 영향을 미침을 의미한다.

[0079] (2) 실란커플링제 종류가 코팅 도막의 물성에 미치는 영향

[0080] 앞서 진행된 콜로이드 실리카 첨가량과 분산매 종류 실험에서 최적치인 30g과 메탄올 용매 조건에서 콜로이드 실리카를 표면 개질하는 실란커플링제의 종류를 MPTMS, GPTMS, MTMS, VTES(vinyltrimethoxysilane)로 각각 변화시켜 [표 1]의 S9, S10, S11, S12의 4종류의 코팅 용액을 제조하여 실란커플링제 종류가 코팅 도막의 물성에 미치는 영향을 조사하였다.

[0081] 도 11과 같이, MPTMS, GPTMS와 MTMS를 사용하여 제조된 용액들은 반투명하고 침전이 없는 안정된 상태를 보여주나 VTES로 만들어진 S12 시료는 침전물이 부유하는 불안정한 상태를 보였다.

[0082] 도 12와 같이, 실란커플링제를 변화시켜 얻어진 S9, S10, S11, S12 시료는 모두 평균 투과율이 가시광선 영역에서 90%로 PC 기재와 같이 높은 투과율을 보였으며, 실란커플링제 종류에 따른 영향은 없었다.

[0083] 도 13과 같이, MPTMS, GPTMS, MTMS, VTES로 제조된 시료들의 접촉각은 각각 37° , 40° , 49° , 69° 로 실란커플링제 종류에 따라 큰 차이를 보였으며, MPTMS를 사용하여 제조된 S9 시료의 접촉각이 37° 로 가장 낮아 친수성이 가장 우수하였다.

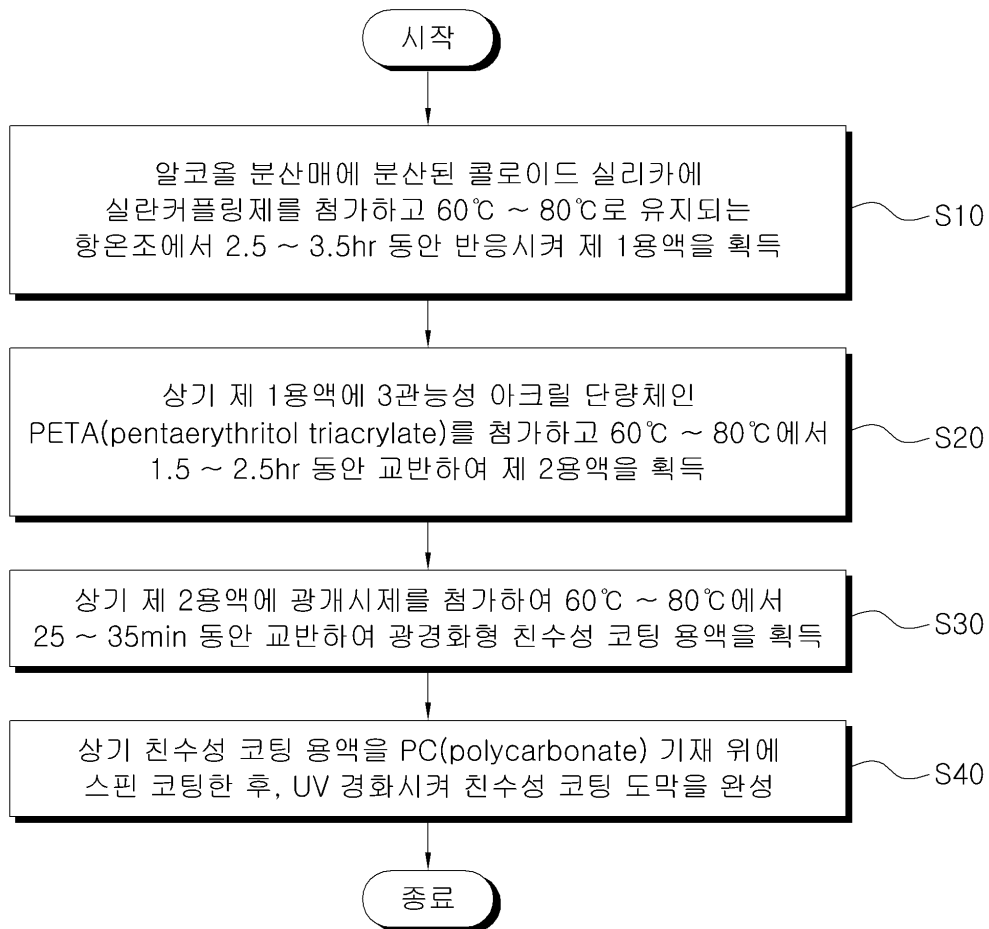
[0084] 이는 아크릴실란인 MPTMS가 에폭시실란(GPTMS), 메틸실란(MTMS)나 비닐실란(VTES)에 비해 UV 경화 시에 우수한 친수성을 나타냄을 알 수 있다.

[0086] 3. 결론

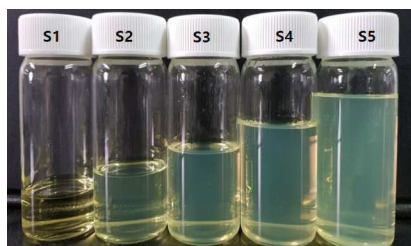
- [0087] 알코올에 분산된 콜로이드 실리카를 아크릴 단량체인 PETA와 반응시켜 유-무기 혼성 용액을 제조하여 PC 기재 위에 코팅한 후 UV 경화시켜 친수성 코팅 도막을 제조하였다. 이 과정 중 반응 변수가 코팅 도막의 물성에 미치는 영향을 조사하여 다음과 같은 결론을 얻었다.
- [0088] (1) 콜로이드 실리카 양을 10 ~ 50g으로 변화시켜 제조된 시료들의 접촉각은 각각 60° , 56° , 37° , 41° , 56° 로 콜로이드 실리카 양이 30g으로 제조된 시료의 접촉각이 가장 낮아 친수성이 가장 우수함을 알 수 있었다.
- [0089] 콜로이드 실리카 양을 조절하여 제조한 친수성 코팅 용액을 FT-IR을 사용해 분석한 결과 모든 시료에 있어 콜로이드 실리카 표면이 MPTMS로 표면개질이 이루어졌음을 알 수 있었다.
- [0090] (2) 콜로이드 실리카 양을 30g으로 고정한 조건에서 실리카 나노입자가 분산된 분산매의 종류를 메탄올, 에탄올, 이소프로판올로 각각 변화시켜 제조된 코팅 도막의 접촉각은 각각 37° , 51° , 56° 로 메탄올에 분산된 경우가 가장 친수성이 우수하였다.
- [0091] 그러나 코팅 도막의 연필경도와 부착력은 콜로이드 실리카 분산매의 종류에 따라 큰 차이를 보이지 않았다.
- [0092] (3) 실란커플링제 종류를 MPTMS, GPTMS, MTMS, VTES로 각각 달리하여 제조된 코팅 도막의 접촉각은 각각 37° , 40° , 49° , 69° 를 보여 아크릴실란인 MPTMS로 제조된 경우가 가장 낮은 접촉각을 보여 친수성이 가장 우수하였다.
- [0094] 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

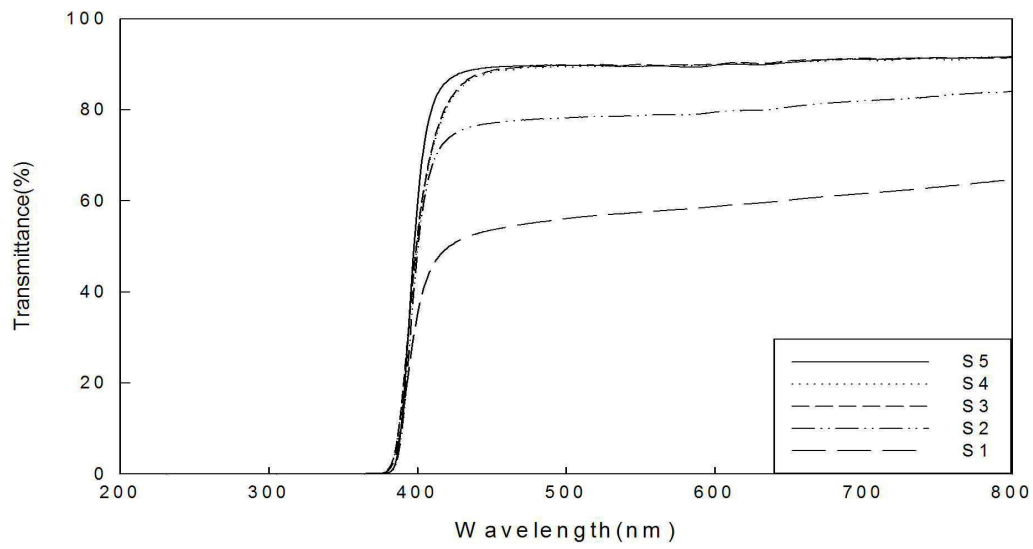
도면1



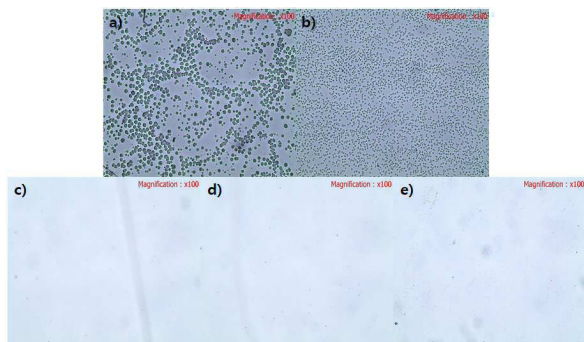
도면2



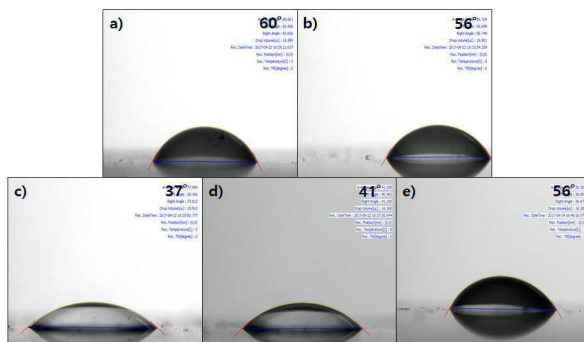
도면3



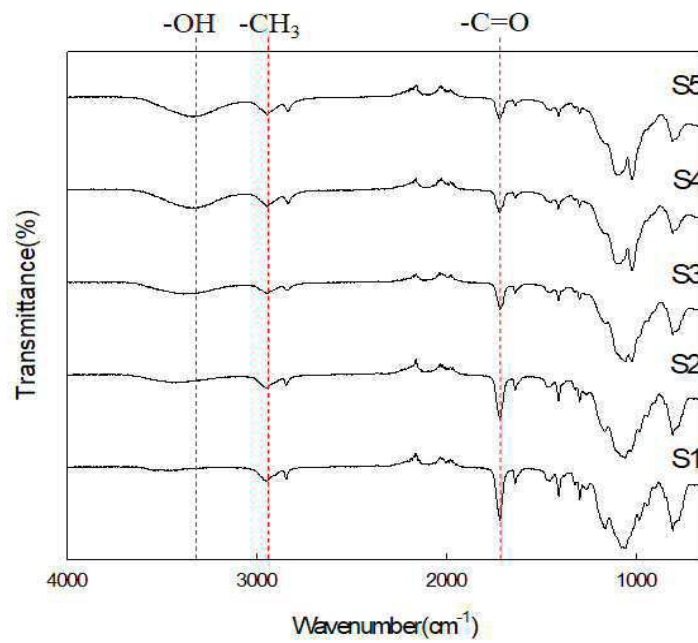
도면4



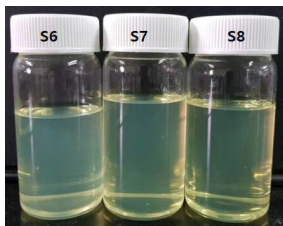
도면5



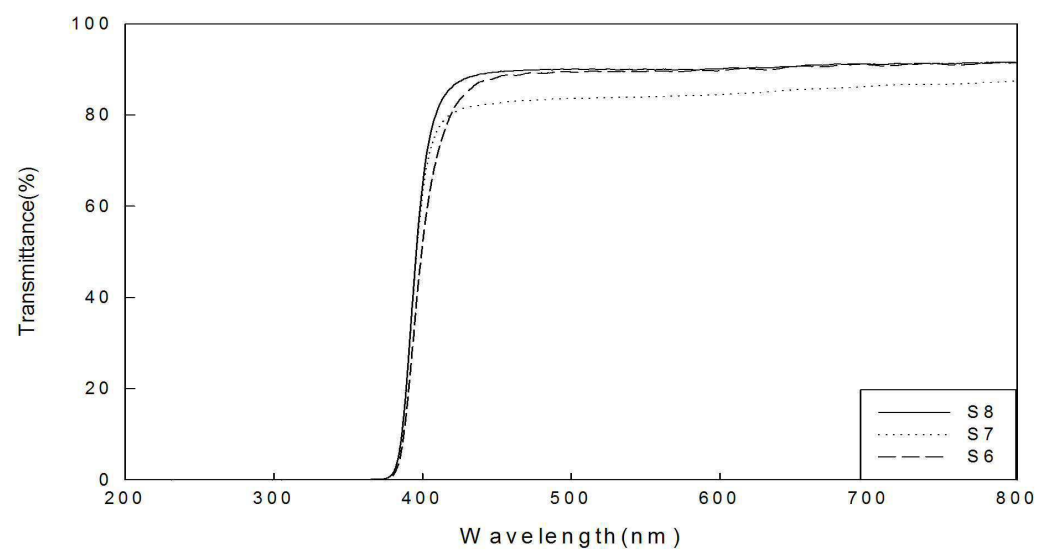
도면6



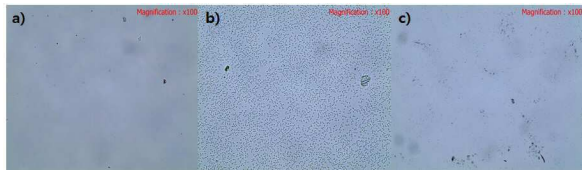
도면7



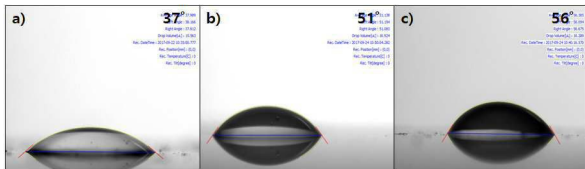
도면8



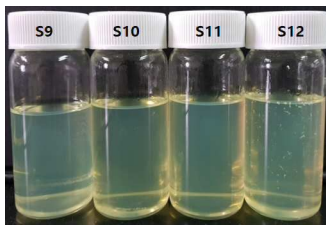
도면9



도면10



도면11



도면12

