(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2020-0009181
(43) 공개일자 2020년01월30일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C23C 16/02 (2006.01) *C08J 7/06* (2006.01)
(52) CPC특허분류
C23C 16/02 (2013.01)
C08J 7/06 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2018-0083217
(22) 출원일자 2018년07월18일
심사청구일자 2018년07월18일

(71) 출원인
한발대학교 산학협력단
대전광역시 유성구 동서대로 125 (덕명동)
(72) 발명자
이화성
대전광역시 유성구 동서대로 125
나광준
대전광역시 대덕구 방두말3길 20, D동 1층(평촌동)
(74) 대리인
특허법인오암

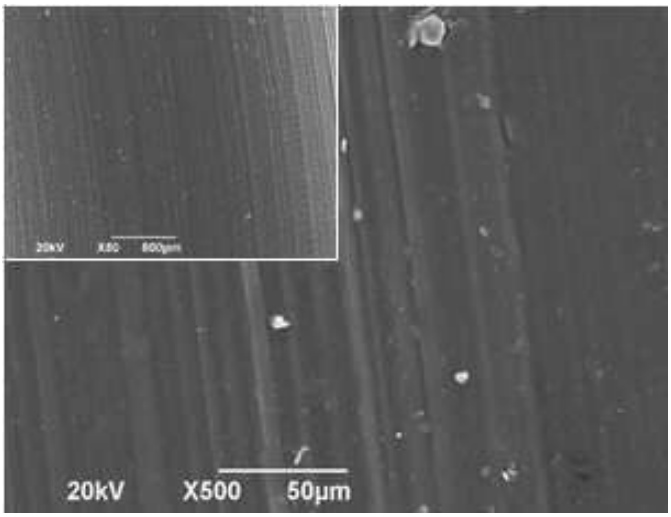
전체 청구항 수 : 총 7 항

(54) 발명의 명칭 **오링용 고무패킹 표면을 개질하는 방법**

(57) 요 약

본 발명은 오링용 고무패킹 표면을 개질하는 방법에 관한 것으로, 좀 더 자세하게는 고무와 패럴린 간의 접착성을 향상시켜 오링용 고무패킹 표면에 패럴린 박막을 코팅하는 방법에 관한 것이다. 본 발명의 표면 개질 방법을 통해 내화학성, 내마모성, 내식성, 내열성 및 내수성이 뛰어난 오링을 얻을 수 있다.

대 표 도 - 도2



(52) CPC특허분류
C08J 7/123 (2013.01)

이 발명을 지원한 국가연구개발사업
과제고유번호 1345268757
부처명 교육부
연구관리전문기관 한국연구재단
연구사업명 개인기초연구(교육부)
연구과제명 인공전자피부 적용을 위한 방향선택적 신호감지 특성을 가지는 압력/변형/화학 복합센서 개발
기 여 율 1/1
주관기관 한밭대학교
연구기간 2017.11.01 ~ 2018.08.31

명 세 서

청구범위

청구항 1

(1단계) 용매로 오링용 고무패킹 표면을 세척 건조한 후 플라즈마 처리하여 1차 표면처리하는 단계;

(2단계) 1차 표면처리된 오링용 고무패킹을 알킬트리알콕시실란 용액에 침지하여 2차 표면처리하는 단계; 및

(3단계) 2차 표면처리된 오링용 고무패킹을 용매로 세척 건조한 후 패럴린 박막을 형성시키는 단계;를 포함하는 것을 특징으로 하는 오링용 고무패킹 표면을 개질하는 방법.

청구항 2

제1항에 있어서,

상기 1단계에서 플라즈마 처리는 공기, 수소, 질소, 산소, 아르곤 및 암모니아로 이루어진 군에서 선택되는 1종 이상의 가스 존재하에서 이루어지는 것을 특징으로 하는 의료용 금속 표면에 패럴린 박막을 코팅하는 방법.

청구항 3

제1항에 있어서,

상기 2단계에서 알킬트리알콕시실란 용액 내 알킬트리알콕시실란의 농도는 0.05 ~ 10 부피%인 것을 특징으로 하는 오링용 고무패킹 표면을 개질하는 방법.

청구항 4

제3항에 있어서,

상기 알킬트리알콕시실란은 메틸트리메톡시실란, 메틸트리에톡시실란, 메틸트리프로폭시실란, 메틸트리이소프로폭시실란, 에틸트리메톡시실란, 에틸트리에톡시실란, 프로필트리메톡시실란, 프로필트리에톡시실란, 부틸트리메톡시실란, 페닐트리메톡시실란, 페닐트리에톡시실란, 비닐트리메톡시실란, 비닐트리에톡시실란, γ-글리시톡시프로필트리메톡시실란, γ-아크릴로일옥시프로필트리메톡시실란, γ-메타아크릴옥시프로필트리메톡시실란, 디메틸디메톡시실란 및 메틸페닐디메톡시실란으로 이루어진 군에서 선택되는 1종 이상인 것을 특징으로 하는 오링용 고무패킹 표면을 개질하는 방법.

청구항 5

제1항에 있어서,

상기 2단계에서 알킬트리알콕시실란 용액 내 오링용 고무패킹의 침지시간은 10 ~ 60분인 것을 특징으로 하는 오링용 고무패킹 표면을 개질하는 방법.

청구항 6

제1항에 있어서,

상기 1단계 또는 3단계에서 용매는 메탄올, 에탄올, 프로판올, 이소프로판올, 부탄올, 이소부탄올 또는 이의 수용액으로 이루어진 군에서 선택되는 1종인 것을 특징으로 하는 오링용 고무패킹 표면을 개질하는 방법.

청구항 7

제1항에 있어서,

상기 3단계에서 패럴린 박막은 증착 시 조성압력은 5 ~ 20 mTorr인 것을 특징으로 하는 오링용 고무패킹 표면을 개질하는 방법.

발명의 설명

기 술 분 야

[0001] 본 발명은 오링용 고무패킹 표면을 개질하는 방법에 관한 것으로, 좀 더 자세하게는 고무와 패럴린 간의 접착성을 향상시켜 오링용 고무패킹 표면에 패럴린 박막을 코팅하는 방법에 관한 것이다.

배 경 기 술

[0002] 오링(O-ring)은 서로 분리된 두 개의 접촉면 사이에서 액체나 기체 등 각종 유체가 새는 것을 방지하기 위하여 사용하는 고리형 소재로서, 주로 고무나 실리콘 또는 연질 합성수지 재질로 제조된다. 이러한 오링은 기밀이 요구되는 각종 기계부품이나 도어 작동부 등에 형성된 설치홈, 즉 그루브(Groove)에 삽입 설치되며, 그 설치부위의 작동 여부에 따라 고정형(Static seal)과 운동형(Dynamic seal)으로 구분할 수 있다.

[0003] 최근 첨단산업의 급격한 발전에 따라 반도체 제조설비에서도 미세소자에 의한 각종 오염을 방지하기 위하여 오링이 많이 사용되고 있다. 그러나 합성고무 또는 천연고무는 내화성에 취약한 면이 있어, 소정의 화학물질에 노출된 상태에서 장기간 사용하게 되면 크랙이 발생하거나 부식되며 경화되는 문제가 있다. 또한 오링은 표면 마찰저항이 심하므로 체결 시 비틀어지건 표면에 흠이 생기기 쉽다. 즉 체결된 상태에서 비정상적인 응력을 가지게 되므로 내성이 약하다.

[0004] 이에 최근 오링에 저마찰성, 비점착성, 내마모성을 부여하기 위하여 고무 표면에 고분자를 코팅하는 기술이 개발되고 있으며, 이러한 고분자로 대한민국 공개특허 제10-2012-0088243호 및 제10-2009-0015009호에 제시된 바와 같이 내수성, 내열성, 내식성 및 내화학성이 우수한 패럴린(parylene)이 주목받고 있다. 패럴린(poly(p-xylylene)polymer)은 1970년대 미국에서 개발된 고분자로 다른 고분자막에 비해 습기 투과율이 낮아 내부식성이 우수하고 화학적으로 매우 안정하여 산이나 염기에 강하여 보호막으로 널리 사용되어져 왔다. 또한, 패럴린은 요철면을 따라 균일하고 핀홀이 없는 코팅막을 형성할 수 있어 MEMS(Micro electro mechanical system) 분야에서 폭넓게 활용되고 있으며, 저유전체 특성으로 인하여 반도체 공정에서도 절연체로 연구개발이 진행되어지고 있다. 더불어 패럴린은 인체에 무해하기 때문에 최근 바이오 관련 제품의 코팅에 관한 연구가 매우 활발하게 이루어지고 있으며 바이오칩, 바이오센서, 의료장비 및 부품 등에 적용이 활발히 이루어지고 있다.

[0005] 그러나 패럴린은 고무 소재와의 접착성이 좋지 않아 강한 충격을 받을 시 패럴린 코팅 박막이 고무에서 쉽게 박리되거나 마모되는 등 변형이 발생하는 문제점이 있다. 이에 본 발명자들은 패럴린 박막과 오링용 고무패킹 간의 밀착력을 높여 패럴린 박막을 안정적으로 코팅하는 방법을 개발하게 되었다.

선행기술문헌

특허문헌

[0006] (특허문헌 0001) 대한민국 공개특허 제10-2012-0088243호 (발명의 명칭 : 페릴렌 코팅층을 이용하는 PDMS 기반의 유연성 전극 및 그 제조 방법, 출원인 : 광주과학기술원, 공개일 : 2012년08월08일)

(특허문헌 0002) 대한민국 공개특허 제10-2009-0015009호 (발명의 명칭 : 치열 교정용 와이어 제조 방법, 출원인 : 김인재, 공개인 : 2009년02월11일)

발명의 내용

해결하려는 과제

[0007] 본 발명의 목적은 오리용 고무패킹과 패럴린 박막 간의 밀착력을 높이기 위한 오링용 고무패킹 표면의 개질방법을 제공하는 데에 있다.

[0008] 본 발명의 다른 목적은 상기 개질 방법을 통해 패럴린 박막의 박리 현상을 방지할 수 있는 코팅방법을 제공하는 데에 있다.

[0009] 또한, 본 발명의 다른 목적은 상기 코팅방법을 통해 내마모성 및 내화학성이 우수한 오링용 고무패킹을 제공하는 데에 있다.

과제의 해결 수단

[0010] 상기의 목적을 달성하기 위하여 본 발명은 (1단계) 용매로 오링용 고무패킹 표면을 세척 건조한 후 플라즈마 처리하여 1차 표면처리하는 단계;

[0011] (2단계) 1차 표면처리된 오링용 고무패킹을 알킬트리알콕시실란 용액에 침지하여 2차 표면처리하는 단계; 및

[0012] (3단계) 2차 표면처리된 오링용 고무패킹을 용매로 세척 건조한 후 패럴린 박막을 형성시키는 단계;를 포함하는 것을 특징으로 하는 오링용 고무패킹 표면을 개질하는 방법을 제공한다.

[0013] 이때, 오리용 고무패킹에 적용되는 고무재질은 아크릴로니트릴부타디엔고무(acrylonitrile-butadiene rubber; NBR), 아크릴고무(acrylic rubber; ACM), 실리콘고무(silicone rubber; VMQ), 불소고무(fluoro rubber; FKM) 및 우레탄고무(AU) 등일 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.

[0014] 상기 1단계에서 플라즈마 처리는 공기, 수소, 질소, 산소, 아르곤 및 암모니아로 이루어진 군에서 선택되는 1종 이상의 가스 존재하에서 이루어지는 것이 바람직하다.

[0015] 상기 2단계에서 알킬트리알콕시실란 용액 내 알킬트리알콕시실란의 농도는 0.05 ~ 10 부피%인 것이 바람직하다.

[0016] 이때, 상기 알킬트리알콕시실란은 메틸트리메톡시실란, 메틸트리에톡시실란, 메틸트리프로폭시실란, 메틸트리이소프로폭시실란, 에틸트리메톡시실란, 에틸트리에톡시실란, 프로필트리메톡시실란, 프로필트리에톡시실란, 부틸트리메톡시실란, 페닐트리메톡시실란, 페닐트리에톡시실란, 비닐트리메톡시실란, 비닐트리에톡시실란, γ-글리시톡시프로필트리메톡시실란, γ-아크릴로일옥시프로필트리메톡시실란, γ-메타아크릴옥시프로필트리메톡시실란, 디메틸디메톡시실란 및 메틸페닐디메톡시실란으로 이루어진 군에서 선택되는 1종 이상일 수 있다.

[0017] 또한, 상기 2단계에서 알킬트리알콕시실란 용액 내 오링용 고무패킹의 침지시간은 10 ~ 60분인 것이 더욱 바람직하다.

[0018] 상기 1단계 또는 3단계에서 용매는 메탄올, 에탄올, 프로판올, 이소프로판올, 부탄올, 이소부탄올 또는 이의 수용액으로 이루어진 군에서 선택되는 1종인 것이 바람직하다.

[0019] 상기 3단계에서 패럴린 박막은 증착 시 조성압력은 5 ~ 20 mTorr인 것이 바람직하다.

[0020] 이하, 본 발명을 상세하게 설명한다.

[0021] 본 발명은 오링용 고무패킹 표면의 전처리 공정을 수행하여 패럴린 박막과 고무패킹 표면과의 접착력을 높여 패럴린 박막을 안정적으로 코팅할 수 있는 오링용 고무패킹 표면을 개질하는 방법에 관한 것이다. 상기 방법은, (1단계) 금속 표면의 이물질을 제거하기 위해 용매로 오링용 고무패킹 표면을 세척하고 건조한 후 플라즈마 처리하여 1차 표면처리하는 단계;

[0022] (2단계) 1차 표면처리된 오링용 고무패킹을 알킬트리알콕시실란 용액에 침지하여 2차 표면처리하는 단계; 및

[0023] (3단계) 2차 표면처리 후 미반응물을 용매로 세척하고 건조한 후 오링용 고무패킹 표면에 패럴린 박막을 형성시키는 단계;를 포함하는 것을 특징으로 한다.

[0024] 상기 1단계 또는 3단계에서 용매로 사용될 수 있는 것들은 특별히 제한되지는 않으나, C_1 ~ C_4 알코올 또는 이의 수용액인 것이 바람직하며, 상기 C_1 ~ C_4 알코올은 예를 들어 메탄올, 에탄올, 프로판올, 이소프로판올, 부탄올 및 이소부탄올로 이루어진 군에서 선택되는 1종일 수 있다. 또한 상기 1단계 및 3단계의 용매는 동일하거나 또는 서로 다른 종류일 수 있다.

[0025] 본 발명은 오링용 고무패킹과 패럴린 박막 간의 접착력을 향상시키기 위하여 알킬트리알콕시실란 용액에 오링용 고무패킹을 침지하여 표면처리 하는 것을 특징으로 한다. 알킬트리알콕시실란은 친수성기 및 소수성기를 모두 포함하고 있으며 패럴린 박막은 소수성 성질을 가지고 있기에, 패럴린 박막은 알킬트리알콕시실란의 소수성기와 매우 우수한 결합력을 보여준다. 즉 오링용 고무패킹 표면을 알킬트리알콕시실란 용액으로 표면처리한다면 오링용 고무패킹 표면과 패럴린 박막간의 접착력을 향상시킬 수 있다. 그러나 알킬트리알콕시실란이 포함하고 있는 친수성기로 인해 알킬트리알콕시실란과 오링용 고무패킹의 반응성이 좋지 않아 충분한 표면개질 효과를 얻을 수 없다는 문제점이 있다. 이에 본 발명은 알킬트리알콕시실란을 이용한 표면처리 단계 전 오링용 고무패킹 표면을 친수성으로 변환시키기 위해 플라즈마 처리하는 단계를 더 포함하는 것을 특징으로 한다.

[0026] 상기 1단계에서 플라즈마 표면처리는 공기, 수소, 질소, 산소, 아르곤 및 암모니아로 이루어진 군에서 선택된 1종 이상의 가스 존재하에서 이루어지는 것일 수 있다.

[0027] 이때, 상기 가스는 0.1 ~ 20L/min의 유속으로 플라즈마 장치에 주입되는 것이 바람직하다. 가스의 주입 유속이 0.1L/min 미만일 경우 표면처리가 충분히 이루어지지 않으며, 20L/min을 초과하는 경우 경제적이지 못해 바람직하지 않다.

[0028] 또한, 플라즈마 발생 시의 인가전압은 5 ~ 400W인 것이 바람직하다. 인가전압이 높을수록 플라즈마 방전 밀도가 높아져 오링용 고무패킹 표면에 활성 관능기의 발달이 증가됨에 따라 접착력을 향상시킬 수 있으나, 상기 범위를 만족하기만 하여도 충분한 접착력을 만족할 수 있다.

[0029] 또한, 상기 플라즈마 장치에는 12 ~ 14MHz의 RF 주파수(radio frequency)가 적용되고, 플라즈마 공급원인 반응가스와 오링용 고무패킹 표면과의 거리는 1 ~ 20mm이며, 플라즈마 처리는 1 ~ 60mm/min의 속도로서 상온에서 1회 수행되는 것이 더욱 바람직하다.

[0030] 이와 같이 구성된 플라즈마 처리를 통한 1차 표면처리 단계는 오링용 고무패킹 표면에 알킬트리알콕시실란을 균일하게 결합시키기 위한 것으로써, 궁극적으로 향후 패럴린 박막과의 접착성 및 내마모성 등을 현저히 향상시키는 유용한 효과를 발휘한다.

[0031] 상기 2단계에서 알킬트리알콕시실란 용액은 용매에 알킬트리알콕시실란을 첨가하여 제조되는 것일 수 있으며, 용액 내 알킬트리알콕시실란의 농도는 0.05 ~ 10 부피%인 것이 바람직하다. 알킬트리알콕시실란의 농도가 0.05 부피% 미만일 경우에는 오링용 고무패킹의 표면처리가 충분히 일어나지 않아 오링용 고무패킹 표면에 패럴린 박막을 코팅할 시 패럴린 박막의 박리 현상이 일어날 수 있으며, 10 부피%를 초과하는 경우에는 고무패킹 표면에서 패럴린 박막이 뭉치는 현상이 발생하여 바람직하지 않다.

[0032] 이때, 상기 알킬트리알콕시실란은 하나의 탄소-규소 결합과 세 개의 산소-규소 결합을 가지는 유도체로써, 메틸트리메톡시실란, 메틸트리에톡시실란, 메틸트리프로폭시실란, 메틸트리이소프로폭시실란, 에틸트리메톡시실란, 에틸트리에톡시실란, 프로필트리메톡시실란, 프로필트리에톡시실란, 부틸트리메톡시실란, 페닐트리메톡시실란, 페닐트리에톡시실란, 비닐트리메톡시실란, 비닐트리에톡시실란, γ-글리시톡시프로필트리메톡시실란, γ-아크릴로일옥시프로필트리메톡시실란, γ-메타아크릴옥시프로필트리메톡시실란, 디메틸디메톡시실란 및 메틸페닐디메톡시실란으로 이루어진 군에서 선택되는 1종 이상일 수 있다.

[0033] 또한, 상기 용매로 사용될 수 있는 것들은 특별히 제한되지는 않으나, C_1 ~ C_4 알코올 또는 이의 수용액인 것이 바람직하며, 상기 C_1 ~ C_4 알코올은 예를 들어 메탄올, 에탄올, 프로판올, 이소프로판올, 부탄올 및 이소부탄올로 이루어진 군에서 선택되는 1종일 수 있다.

[0034] 또한, 패럴린 박막의 접착성 향상을 위한 표면처리방법은 알킬트리알콕시실란 용액의 농도뿐만 아니라, 알킬트리알콕시실란을 혼합하는 공정제어가 보다 중요하다. 접착력을 향상시키기 위해서 알킬트리알콕시실란을 용매에 첨가하고 10 ~ 60초 동안 교반 후, 5 ~ 30분 휴지시켜 알킬트리알콕시실란 용액을 제조하는 것을 특징으로 한다. 상기 휴지 시간이 5분 미만일 경우 패럴린 박막의 접착성 향상 효과가 충분하지 않으며, 휴지 시간이 30분을 초과하는 경우 알킬트리알콕시실란의 부가반응이 일어나므로 바람직하지 않다.

[0035] 상기 2단계에서 알킬트리알콕시실란 용액 내 오링용 고무패킹의 침지 시간은 10 ~ 60분인 것이 바람직하다. 상기 침지 시간이 10분 미만일 경우에는 고무패킹의 표면처리가 충분히 일어나지 않아 고무패킹 표면에 패럴린 박막을 코팅할 시 패럴린 박막의 박리 현상이 일어날 수 있으며, 60분을 초과하는 경우에는 용액 내 알킬트리알콕시실란의 부가반응으로 고무패킹 표면에서 패럴린 박막이 뭉치는 현상이 발생할 수 있어 바람직하지 않다.

[0036] 상기 3단계에서 패럴린 박막은 화학기상증착방법(CVD)를 통해 코팅될 수 있으며, 예를 들어 패럴린 다이머(dimer)가 증발기에 분말형태로 삽입되어 120 ~ 180℃에서 가스상으로 증발된다. 증발된 다이머는 650 ~ 700℃로 가열된 열분해기를 통해 단량체로 변환된다. 열분해된 모노머는 증착 챔버 내에서 오링용 고무패킹 표면과 충돌하면서 고분자 중합반응을 하게 되어 오링용 고무패킹 표면에 패럴린 박막을 형성하게 된다. 이때 사용되는 패럴린 다이머는 패럴린-C, 패럴린-N 및 패럴린-D로 이루어진 군에서 선택된 1종일 수 있으며, 바람직하게는 패럴린-C를 사용하는 것이 좋다. 또한 패럴린 박막 증착 시 조성 압력은 5 ~ 20mTorr이며, 증착 속도는 1.0 ~ 2.0 ㎛/hr인 것이 더욱 바람직하다. 조성 압력 및 증착 속도가 상기 범위 미만일 경우 패럴린 박막이 충분히 코팅되지 않으며, 초과하는 경우 패럴린 박막이 뭉치는 현상이 발생할 수 있어 바람직하다. 그러나 오링용 고무패킹 표면에 패럴린 박막을 코팅하는 방법은 이에 제한되는 것이 아니다.

발명의 효과

[0037] 본 발명에서 제공하는 오링용 고무패킹 표면을 개질하는 방법을 통해 패럴린 고분자의 내수, 내화성에 영향을 주지 않으면서 고무와 패럴린 간의 접착력을 극대화할 수 있다.

[0038] 또한, 접착력의 향상을 통해 오링용 고무패킹 표면에 코팅된 패럴린 박막의 박리 현상을 방지하여 고수명, 내화학성, 내마모성, 내식성, 내열성 및 내수성이 뛰어난 오링을 얻을 수 있다.

도면의 간단한 설명

[0039] 도 1은 다양한 패럴린의 분자 구조를 보여주는 사진이다.

도 2는 본 발명의 실시예에 따라 오링용 고무패킹 표면에 패럴린 박막이 증착된 모습을 나타내는 주사전자현미경(SEM) 사진이다.

도 3은 실시예 1, 비교예 1 및 비교예 2의 오링용 고무패킹 표면을 산처리한 후의 모습을 나타내는 주사전자현미경 사진이다.

도 4는 실시예 1, 비교예 1 및 비교예 2의 오링용 고무패킹 표면을 염기처리한 후의 모습을 나타내는 주사전자현미경 사진이다.

도 5는 실시예 1, 비교예 1 및 비교예 2의 오링용 고무패킹을 아닐링한 후 변형시킨 후의 모습을 나타내는 주사전자현미경 사진이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0040] 이하 본 발명의 바람직한 실시예를 상세히 설명하기로 한다. 그러나, 본 발명은 여기서 설명되는 실시예에 한정되지 않고 다른 형태로 구체화될 수도 있다. 오히려, 여기서 소개되는 내용이 철저하고 완전해지도록, 당업자에게 본 발명의 사상을 충분히 전달하기 위해 제공하는 것이다.

[0041] **실시예 1 및 비교예 1 내지 7. 오링용 고무패킹에 패럴린 박막 증착**

[0042] 실시예 1. 본 발명에 따른 패럴린 박막 증착

[0043] 에탄올로 세척한 오링용 고무패킹을 RF 13.6MHz의 축전 결합형 플라즈마(capacitively coupled plasma; CCP) 타입의 장비(Plasmart Inc. Korea)를 사용하여 1차 표면처리하였다. 이때 325mm 직경 및 175mm 높이의 진공 챔버는 로타리 펌프로 최대 10^{-3}Torr 진공도를 유지하였으며, 시료대는 상부 전극으로부터 15mm 떨어진 곳에 위치하였다. 또한 플라즈마 표면처리에 사용된 가스는 고순도 산소(99.99%) 가스였으며, 상기 가스는 10L/min의 유속으로 흘려주어 챔버 압력을 50mTorr로 유지한 후, 입력파워 100W를 인가하여 180초 동안 수행하였다. 다음으로 γ-메타아크릴옥시프로필트리메톡시실란(MAPS)에 이소프로판올과 증류수를 1 : 1의 부피비로 혼합하여 제조한 용매를 가하여 γ-메타아크릴옥시프로필트리메톡시실란을 0.5부피%로 희석하고, 이어서 30초 동안 교반 후 15분 휴지시켜 알킬트리알콕시실란 용액을 제조하였다. 이후 상기 제조된 알킬트리알콕시실란 용액에 1차 표면처리된 오링용 고무패킹을 20분간 완전히 침지시킨 후 꺼내어 20분간 대기 중에서 건조시켰다. 이어서 건조된 오링용 고무패킹을 이소프로판올로 세척한 후 질소로 건조하여 2차 표면처리를 완료하였다. 이후 패럴린 전용 증착기(parylene deposition system, PDS-2060PC, SCS, USA)를 사용하여 표면처리가 완료된 오링용 고무패킹 위에 패럴린을 약 5㎛ 두께로 증착하였다. 이때 조성압력은 10mTorr, 증착속도는 1.5㎛/hr이었다.

[0044] 비교예 1. 1차 표면처리 단계 미실시

[0045] 실시예 1과 동일한 방법으로 오링용 고무패킹에 패럴린을 증착하되, 1차 표면처리 단계를 거치지 않고 진행하였다.

[0046] 비교예 2. 2차 표면처리 단계 미실시

[0047] 실시예 1과 동일한 방법으로 오링용 고무패킹에 패럴린을 증착하되, 2차 표면처리 단계를 거치지 않고 진행하였다.

[0048] 비교예 3 내지 7. 알킬트리알콕시실란 용액의 제조 조건 또는 침지시간 변경

[0049] 실시예 1과 동일한 방법으로 오링용 고무패킹에 패럴린을 증착하되, 알킬트리알콕시실란 용액의 제조 조건은 하기 표 1을 참고하였다.

표 1

[0050]

조건	플라즈마 처리	실란의 농도 (부피%)	교반 시간 (초)	휴지 시간 (분)	침지 시간 (분)
실시예 1	실시	0.5	30	15	20
비교예 1	미실시	0.5	30	15	20
비교예 2	실시	-	-	-	-
비교예 3	실시	15	30	15	20
비교예 4	실시	0.5	30	15	5
비교예 5	실시	0.5	30	15	120
비교예 6	실시	0.5	30	1	20
비교예 7	실시	0.5	30	45	20

[0051] **평가예 1. 오링용 고무패킹과 패럴린 박막 간의 접착력 확인**

[0052] 평가예 1-1. 화학적 처리를 통한 접착력 비교

[0053] 상기 실시예 1 및 비교예 1 내지 7을 통해 패럴린이 증착된 오링용 고무패킹을 95%(w/v) H_2SO_4 수용액 및 90%(w/v) KOH 수용액으로 24시간 동안 각각 산처리 또는 염기처리한 후 상태를 비교하였으며 그 결과를 하기 표 2에 나타내었다.

표 2

[0054]

접착력 비교	실시예 1	비교예 1	비교예 2	비교예 3	비교예 4	비교예 5	비교예 6	비교예 7
산처리	○	X	X	○	X	○	△	X
염기 처리	○	X	X	○	△	○	△	X
비고	-	-	-	뭉침현상 발생	-	뭉침현상 발생	-	뭉침현상 발생
접착력 평가 기준; ○ : 박막의 떨어짐이 거의 없음 △ : 박막의 떨어짐이 부분적으로 발생 X : 박막이 거의 떨어짐								

[0055] 도 3, 도 4 및 상기 표 2를 참고하여, 실시예 1의 경우 비교예 1, 2 및 4와 대비하여 패럴린 박막의 손상 정도가 거의 없음을 확인할 수 있었으며, 이를 통해 패럴린 박막의 접착력이 우수하며, 내화학성이 향상되었음을 알 수 있었다. 이에 본 발명의 2단계의 표면처리단계를 모두 포함하여야만 오링용 고무패킹과 패럴린박막 간의 접착력을 향상시킬 수 있다.

[0056] 한편 비교예 3 및 5의 경우 알킬트리알콕시실란의 농도가 증가하거나 고무패킹의 침지시간이 길수록 접착력이 증가하는 결과를 보였으나, 패럴린 박막이 뭉치는 현상이 발생하여 사용에 적합하지 않았다.

[0057] 또한, 비교예 6 및 7을 통해 알킬트리알콕시실란 용액을 제조할 시 제조 조건이 본 발명의 조건 범위를 벗어나는 경우 충분한 접착력 향상 효과를 가져오지 못하는 것을 볼 수 있으며, 특히 알킬트리알콕시 용액 제조 시 휴지 시간이 30분을 초과하는 경우 알킬트리알콕시실란간 부가반응이 발생하여 뭉침현상이 발생하는 등의 문제가 있었다. 이에 오링용 고무패킹 표면에서의 패럴린 박막의 접착력을 극대화할 수 있는 알킬트리알콕시실란 용액의 제조 조건이 제한됨을 확인할 수 있었다.

[0058] 평가예 1-2. 물리적 처리를 통한 접착력 비교

[0059] 상기 실시예 1, 비교예 1 및 비교예 2를 통해 패럴린이 증착된 오링용 고무패킹을 3시간동안 800kPa의 압력을 가하면서 150℃로 가열한 다음 서서히 상온으로 냉각시켜 어닐링하였다. 이후 열과 압력 없이 20% 변형시켜보았으며, 그 결과를 하기 표 3 및 도 5에 나타내었다.

표 3

[0060]

접착력 비교	실시예 1	비교예 1	비교예 2
어닐링 후 변형	○	X	X

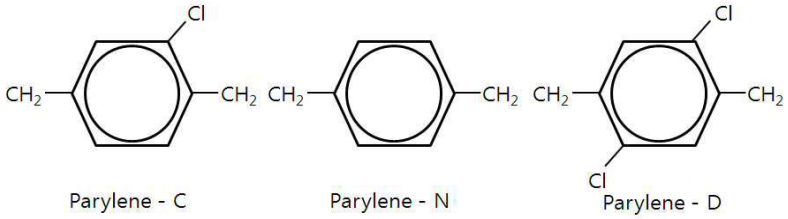
접착력 평가 기준;	○ : 박막의 떨어짐이 거의 없음 △ : 박막의 떨어짐이 부분적으로 발생 X : 박막이 거의 떨어짐

[0061] 상기 표 3 및 도 5를 참고하여, 실시예 1의 경우 비교예 1 및 2와 대비하여 패럴린 박막의 손상 정도가 거의 없음을 확인할 수 있었으며, 이를 통해 패럴린 박막의 접착력이 우수하며, 내마모성이 향상되었음을 알 수 있었다.

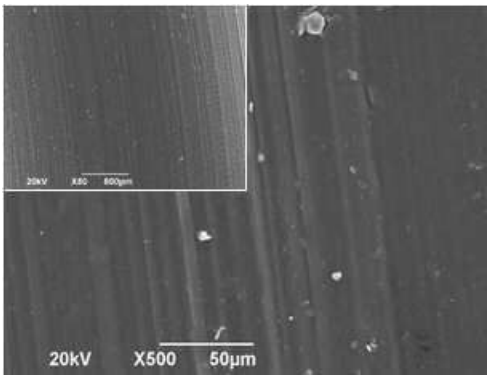
[0062]

도면

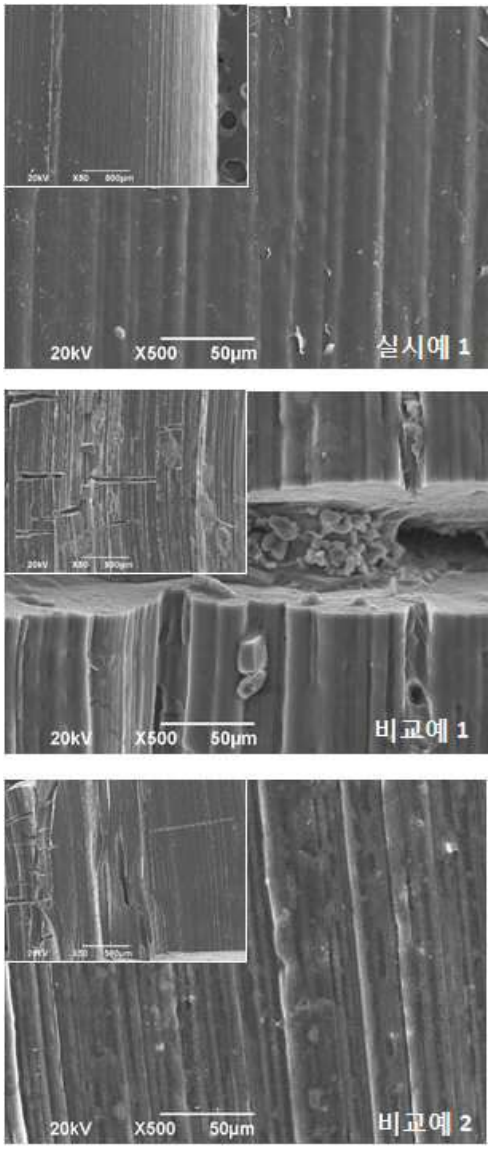
도면1



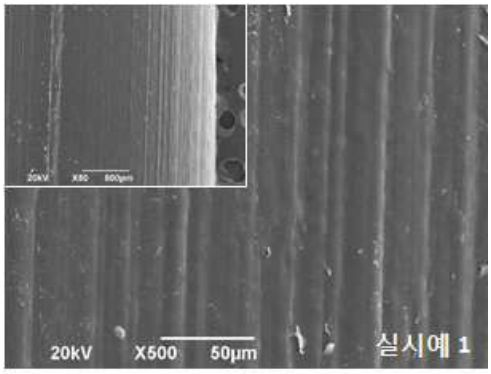
도면2

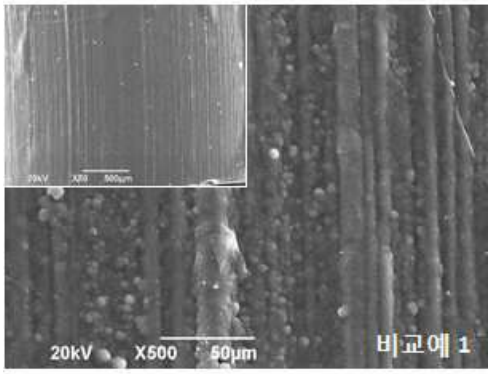


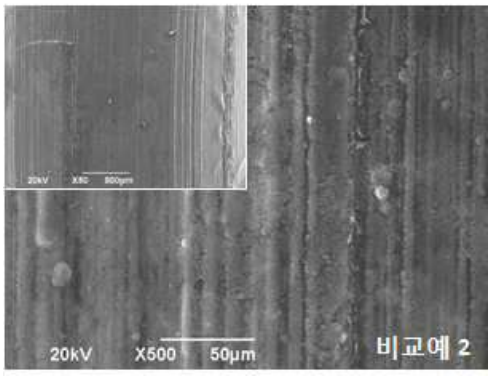
도면3



도면4







도면5

