

아미노실란과 콜로이드 실리카를 이용한 친수성 코팅 도막의 제조

안치용 · 이병화* · 송기창†

건양대학교 화공생명학과
32992 충청남도 논산시 대학로 121
*대흥화학공업(주) 부설연구소
17746 경기도 평택시 산단로 64번길 68
(2017년 1월 9일 접수, 2017년 1월 17일 채택)

Preparation of Hydrophilic Coating Films by using of Aminosilane and Colloidal Silica

Chi-Yong Ah, Byoung-Hwa Lee* and Ki Chang Song†

Department of Chemical and Biochemical Engineering, 121, Daehak-ro, Nonsan-si, Chungnam, 32992, Korea
*Research Institute of Daehung Chemical Co., Ltd, 68, Sandan-ro 64beon-gil, Pyeongtaek-si, Gyeonggi, 17746, Korea
(Received 9 January 2017; accepted 17 January 2017)

요 약

실란커플링제인 아미노실란을 15~20 nm의 직경을 갖는 콜로이드 실리카와 반응시킴에 의해 친수성 코팅 용액을 제조하였다. 또한 친수성 코팅 용액을 폴리카보네이트 기재 위에 담금 코팅 시킨 후 120 °C에서 열경화 시킴에 의해 친수성 코팅 도막이 제조되었다. 이 과정 중 아미노실란의 종류 변화가 코팅 도막의 물성에 미치는 영향을 연구하였다. 그 결과 아미노실란으로서 3-aminopropyltriethoxysilane (APTES)을 사용하여 제조된 코팅 도막은 25~44°의 접촉각과 B의 좋지 못한 연필경도를 나타내었다. 반면에 아미노실란으로서 3-aminopropyltrimethoxysilane (APTMS)을 사용하여 제조된 코팅 도막은 26~37°의 접촉각과 2H의 우수한 연필경도를 나타내었다.

Abstract – Hydrophilic coating solutions were prepared by reacting a silane coupling agent, aminosilane with colloidal silica (15~20 nm in diameter). Hydrophilic coating films were also obtained by depositing the hydrophilic coating solutions on polycarbonate substrates by dip-coating and subsequently by thermal curing at 120 °C. During this process, the effect of types of aminosilane was studied on the properties of coating films. As a result, coating films, prepared with 3-aminopropyltriethoxysilane (APTES) as aminosilane, showed contact angles of 25~44° and a poor pencil hardness of B. On the other hand, coating films, prepared with 3-aminopropyltrimethoxysilane (APTMS) as aminosilane, exhibited contact angles of 26~37° and a good pencil hardness of 2H.

Key words: Hydrophilic coating solutions, Colloidal Silica, 3-Aminopropyltriethoxysilane, 3-Aminopropyltrimethoxysilane, Hydrophilic coating films, Pencil hardness

1. 서 론

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[1-2]. 이러한 김서림 현상을 방지하기 위해서는 플라스틱 표면을 친수화 함으로써 가능하다[3]. 친수화하기 위한 가장 보편적인 방법은 플라스틱 표면에 친수성 계면활성제를 도포하거나[4] 또는 플라스틱 제조 중에 친수성 계면활성제를

수지에 혼합하여 넣는 방법이[5] 실용화되어 있다. 그러나 이러한 방법들은 도포된 계면활성제가 물에 의해 쉽게 유출되거나, 혼합된 계면활성제가 플라스틱 표면으로부터 쉽게 방출되어 친수성이 오래 지속되지 못하다는 단점이 있다[6]. 이러한 단점을 해결하기 위해 장기 친수성을 나타내는 친수성 코팅 필름의 개발이 필요하다.

지금까지 여러 연구자들이 졸-겔법과 같은 습식 화학공정을 이용하여 장기 친수성을 나타내는 친수성 코팅 필름을 제조하였다. Park 등은[7] 콜로이드 실리카와 에폭시실란을 이용하여 친수성 코팅 용액을 제조하여 PET 기재 위에 코팅하여 친수성 필름을 제조하였다. 이 과정 중 코팅 용액의 pH 변화가 코팅 도막의 친수성에 미치는 영향을 조사하여 산성 조건에서 제조된 필름은 우수한 친수성을 보인 반면, 중성이나 염기성 조건으로 제조된 필름은 친수성이 좋지 못하다고 보고하였다. Lee 등은[6] 콜로이드 실리카와 아미노실란인 amino-

†To whom correspondence should be addressed.

E-mail: songkc@konyang.ac.kr

This is an Open-Access article distributed under the terms of the Creative Commons Attribution Non-Commercial License (<http://creativecommons.org/licenses/by-nc/3.0>) which permits unrestricted non-commercial use, distribution, and reproduction in any medium, provided the original work is properly cited.

propyltriethoxysilane을 사용하여 친수성 코팅 용액을 제조한 후 PET 기재 위에 담금 코팅하여 코팅 도막을 형성하였으며, 산성과 중성 조건에서 제조된 용액은 겔이 형성되어 코팅 도막을 제조할 수 없었으나 염기성 조건에서 얻어진 코팅 도막은 우수한 친수성을 나타낸다고 보고하였다. 최근에 Lee 등은[8] 콜로이드 실리카에 아미노실란, 에폭시실란과 아크릴실란을 각각 반응시켜 친수성 코팅 용액을 제조하여 에폭시실란이나 아크릴실란을 사용한 경우에는 친수성이 우수하나 아미노실란을 사용한 경우에는 겔화가 일어나 코팅 용액을 제조할 수 없었다고 보고하였다.

콜로이드 실리카와 아미노실란을 사용하여 친수성 코팅 용액을 제조 시에는 제조 조건이 까다로워 쉽게 겔이 형성되므로 친수성 코팅 용액을 제조하기가 쉽지 않다. 그러나 친수성 코팅 용액의 제조 시 보편적으로 많이 사용되는 에폭시실란의 경우에는 아민계의 가교제를 별도로 사용해야 하므로 코팅 용액이 2액형이 되어 현장에서 사용하기가 불편하다. 그러나 아미노실란을 사용 시에는 별도의 가교제가 필요 없으므로 코팅 용액이 1액형이 되어 사용이 편리한 장점이 있다.

본 연구에서는 현장에서의 작업의 편리성을 위해 친수성 코팅 용액의 제조 시 실란커플링제로 아미노실란을 사용하였다. 또한 아미노실란을 사용한 이전의 연구에서[6,8] 콜로이드 실리카 수용액의 pH를 염기성으로 조절한 후 아미노실란을 반응시켜 친수성 코팅 용액을 제조하는 방법과는 달리 아미노실란을 먼저 물로 가수분해시킨 후 가수분해된 아미노실란을 콜로이드 실리카와 반응시키는 새로운 친수성 코팅 용액의 제조방법을 개발하였다. 이 방법은 용액의 pH를 미리 염기성으로 조절하지 않아도 되는 장점이 있다. 또한 3-aminopropyltriethoxysilane과 3-aminopropyltrimethoxysilane의 두 종류의 아미노실란을 사용하여 친수성 코팅 용액을 제조하였으며, 이 친수성 코팅 용액을 polycarbonate (PC) 기재 위에 코팅하여 코팅 도막을 제조하였다. 이 과정 중 아미노실란의 종류 및 코팅 용액 제조 시의 반응온도가 얻어진 코팅 도막의 접촉각, 연필경도, 부착력 및 투과율에 미치는 영향을 연구하였다.

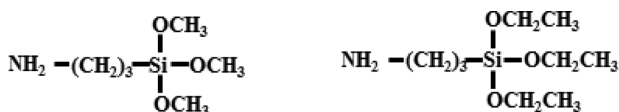
2. 실험

2-1. 재료

본 연구에서는 출발물질로 콜로이드 실리카(SS-Sol30, S-Chemtech Co.)를 사용하였는데 이 시약은 15~20 nm 크기의 입자를 가지며, 30 wt%의 실리카입자가 물에 분산된 형태이다. 또한 실란커플링제로는 Fig. 1로 나타낸 Aldrich Chemical사의 99% 순도의 3-aminopropyltrimethoxysilane (APTMS)과 3-aminopropyltriethoxysilane (APTES)을 각각 사용하였다.

2-2. 코팅 용액과 코팅 필름의 제조

먼저 교반기와 냉각기, 온도계 등을 1 L 4구 반응기에 장착한 후 아미노실란인 APTES 또는 APTMS를 반응기에 첨가하고 아미노



3-aminopropyltrimethoxysilane **3-aminopropyltriethoxysilane**
Fig. 1. Chemical structures of aminosilanes.

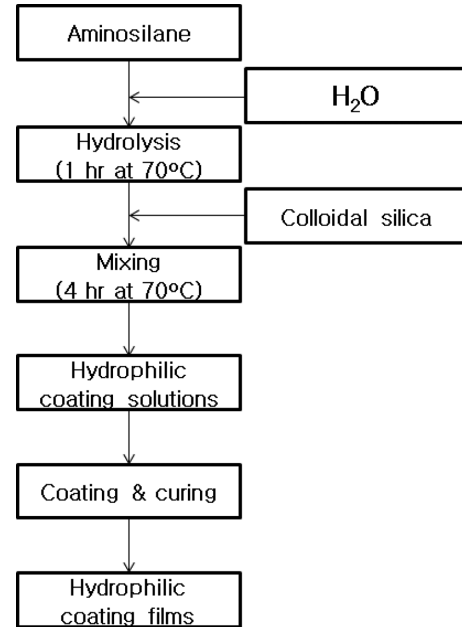


Fig. 2. Experimental procedure for preparation of hydrophilic coating solutions.

Table 1. Synthesis conditions of hydrophilic coating solutions

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

실란의 가수분해를 위해 일정량의 물을 가해 상온에서 10 min 동안 교반 한 후 70 °C로 승온하여 1 hr 동안 더 교반하였다. 이 용액에 콜로이드 실리카인 SS-Sol30을 첨가하고 4 hr 동안 70 °C에서 반응하여 최종의 친수성 코팅 용액을 제조하였다. Fig. 2에 아미노실란을 사용한 친수성 코팅 용액의 제조절차를 나타내었다. 그 후 이 용액을 두께 1 mm인 polycarbonate (PC) 기재 위에 1,000 RPM으로 1 min 동안 스핀코팅 한 후 건조오븐에서 120 °C에서 2 hr 동안 열 경화시켜 코팅 도막을 제조하였다. 본 연구에서는 아미노실란인 APTES 또는 APTMS와 콜로이드 실리카인 SS-Sol30의 질량비를 Table 1과 같이 각각 3:1, 1:1, 2:3, 1:2로 조절하여 친수성 코팅용액을 제조하였다.

2-3. 분석방법

2-3-1. 입도분석

여러 조건으로 제조된 친수성 코팅 용액의 입도를 dynamic light scattering을 이용한 입도분석기(Malvern, Nano-s 90, England)를 사용하여 측정하였다.

2-3-2. 투과율

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 200~800 nm 파장의 범위에서 투과율을 관찰하였다.

2-3-3. 접촉각

코팅 도막의 접촉각을 측정하기 위하여 접촉각 측정기(Phoenix-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.

2-3-4. 연필경도

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 확인 하면서 측정하였다. 연필은 Mitsubishi 연필을 사용하였는데, H~9H, F, HB, B~6B 등의 강도를 나타내는 연필을 사용 하였다.

2-3-5. 부착력

코팅 도막의 부착력은 ASTM D 3359에 의하여[9] 열 경화된 코팅막 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 11×11로 십자형으로 칼집을 내어 100개의 정방형을 만들고, 그 위에 테이프를 부착한 후 급격히 잡아 당겨 표면을 평가하였다. 남은 눈수의 개수가 100개면 5B, 95개 이상이면 4B, 85개 이상은 3B, 65개 이상은 2B, 35개 이상은 1B, 그 이하는 0B로 나타내었다.

3. 결과 및 토론

3-1. Aminopropyltriethoxysilane (APTES)이 친수성 코팅 도막의 물성에 미치는 영향

표면이 OH기로 둘러 싸여 친수성을 나타내는 직경 15~20 nm의 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.

Fig. 3은 APTES와 콜로이드 실리카의 질량비를 3:1, 1:1, 2:3, 1:2로 각각 조절하여 70°C의 반응온도에서 제조된 시료 A3S1E, A1S1E, A2S3E, A1S2E 용액의 사진이다. 그림에서 보는 것처럼 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.

Fig. 4는 APTES와 콜로이드 실리카의 질량비를 조절하여 합성한 친수성 코팅용액의 입도분석 결과이다. 아래 그림에서 보이는 것처럼 모든 용액은 10~100 nm와 100~1,000 nm의 입도분포를 갖는

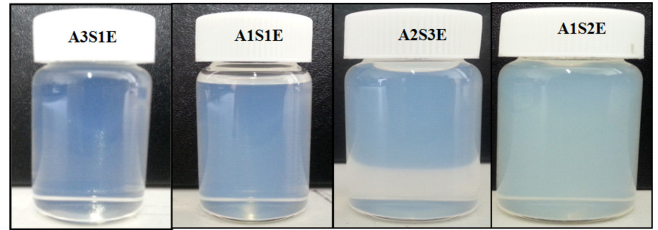


Fig. 3. Photographs of hydrophilic coating solutions prepared from APTES and colloidal silica.

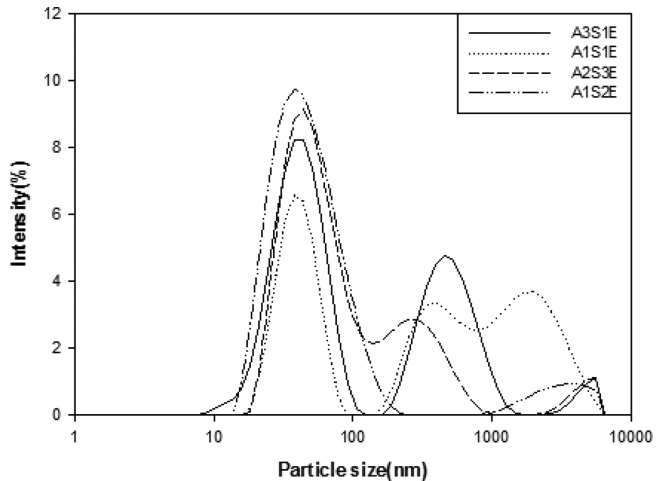


Fig. 4. Particle size distributions of hydrophilic coating solutions prepared from APTES and colloidal silica.

bimodal의 입도분포를 보였는데 이는 친수성 코팅용액 내의 콜로이드 실리카 입자 사이의 반발력이 불충분하므로 입자들의 응집에 의해 용액 내에 침전이 발생했기 때문이다. 용액들의 평균입도는 A3S1E가 59.6 nm, A1S1E가 95.2 nm, A2S3E가 62.0 nm, A1S2E가 43.7 nm의 입도를 보여 A1S2E 시료의 입도가 가장 작은 결과를 보였다.

Fig. 5는 APTES와 콜로이드 실리카의 질량비를 조절하여 제조한 친수성 용액으로 코팅한 필름의 물에 대한 접촉각 사진이다. APTES와 콜로이드 실리카의 질량비를 3:1, 1:1, 2:3, 1:2로 조절하여

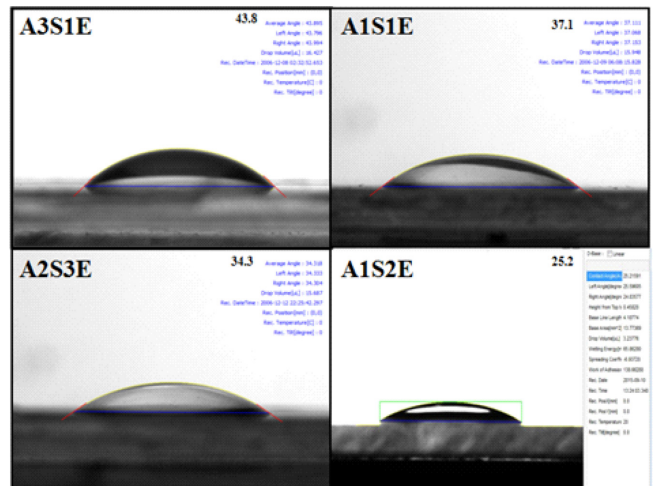


Fig. 5. Contact angles of hydrophilic coating films prepared from APTES and colloidal silica.

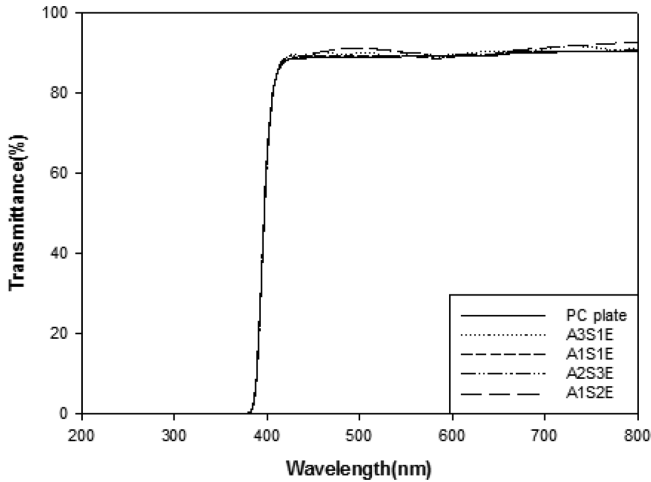


Fig. 6. UV-visible transmittance spectra of hydrophilic coating films prepared from APTES and colloidal silica.

Table 2. The state of coating films prepared with APTES and colloidal silica

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

여 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.

Fig. 6은 APTES와 콜로이드 실리카의 질량비를 다양하게 조절하여 제조한 친수성 용액으로 PC 기재 위에 코팅한 도막의 투과율 분석 결과이다. PC 기재의 투과율은 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.

Table 2는 APTES와 콜로이드 실리카의 질량비를 조절하여 제조한 코팅 도막의 물성을 측정된 결과이다. 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.

3-2. Aminopropyltrimethoxysilane (APTMS)이 친수성 코팅 도막의 물성에 미치는 영향

본 연구에서는 실란커플링제로서 이전 절의 ethoxy기를 갖는 APTES (aminopropyltriethoxysilane) 보다 methoxy기를 가져 적은 분자량을 갖는 APTMS (aminopropyltrimethoxysilane)를 사용하여 실험하였다.

Fig. 7은 APTMS와 콜로이드 실리카의 질량비를 조절하여 70°C의 반응온도에서 제조된 친수성 코팅 용액의 사진이다. 그림에서 보는 것처럼 반투명한 용액이 제조된 것을 확인할 수 있었다. 아미노실

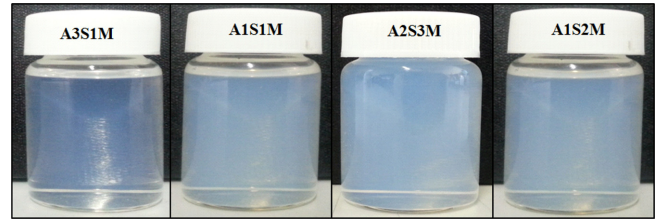


Fig. 7. Photographs of hydrophilic coating solutions prepared from APTMS and colloidal silica.

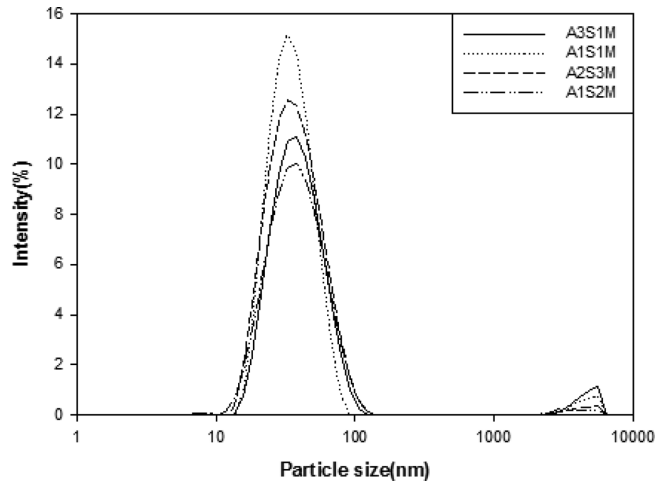


Fig. 8. Particle size distributions of hydrophilic coating solutions prepared from APTMS and colloidal silica.

란(APTES)에 비해 콜로이드 실리카(SS-Sol30) 양이 많아질수록 용액의 투명도가 점점 떨어지는 것을 알 수 있었다. 그러나 모든 시료에 있어 APTES를 사용한 결과(Fig. 3)와는 달리 침전물이 거의 발생하지 않음을 확인할 수 있었다.

Fig. 8은 APTMS와 콜로이드 실리카의 질량비를 조절하여 합성한 친수성 코팅용액의 입도분석 결과이다. 아래 그림에서 보이는 것처럼 Fig. 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 44.0 nm, A1S1M이 33.6 nm, A2S3M이 34.1 nm, A1S2M이 42.0 nm의 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.

Fig. 9는 APTMS와 콜로이드 실리카의 질량비를 조절하여 제조한 친수성 코팅용액으로 코팅된 도막의 물에 대한 접촉각 사진이다. 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.

Fig. 10은 APTMS와 콜로이드 실리카의 질량비를 조절하여 합성한 친수성 용액으로 PC 기재에 코팅한 도막의 투과율 분석 결과이다. PC 기재의 투과율은 가시광선 영역에서 90%로 높은 투과율을

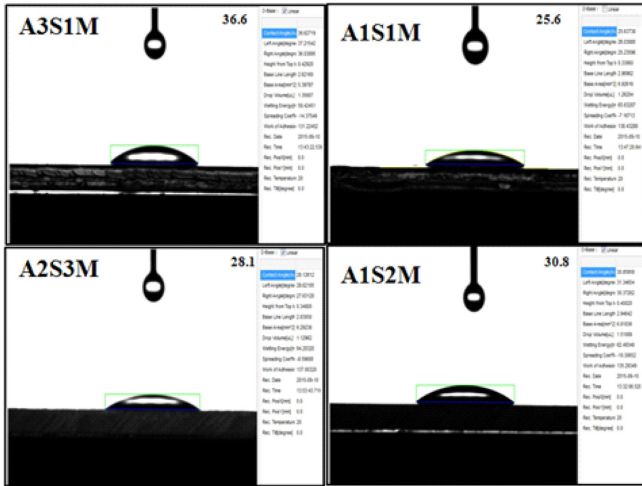


Fig. 9. Contact angles of hydrophilic coating films prepared from APTMS and colloidal silica.

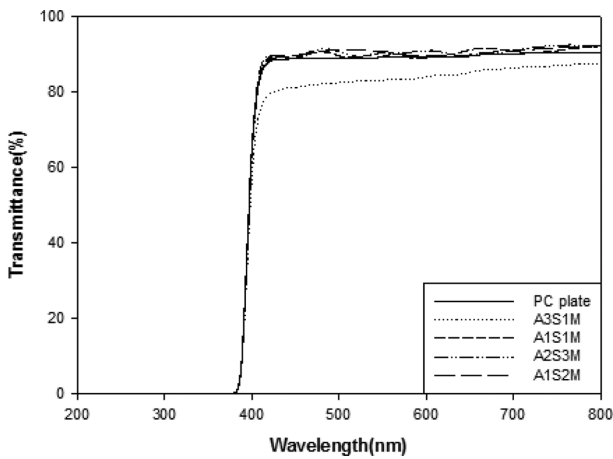


Fig. 10. UV-visible transmittance spectra of hydrophilic coating films prepared from APTMS and colloidal silica.

Table 3. The state of coating films prepared with APTMS and colloidal silica

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

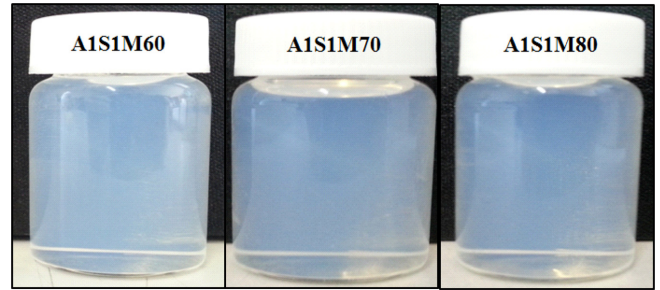


Fig. 11. Photographs of hydrophilic coating solutions prepared from APTMS and colloidal silica at different reaction temperatures.

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.

Table 3은 APTMS와 콜로이드 실리카의 질량비를 조절하여 제조한 코팅 도막의 물성을 측정 한 결과이다. 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.

3-3. 반응온도가 코팅 도막의 물성에 미치는 영향

본 연구에서는 지금까지의 연구에서 가장 좋은 물성을 보인 실란 커플링제로서 APTMS를 사용하고 APTMS와 콜로이드 실리카의 질량비를 1:1로 조절 한 Table 1의 A1S1M 조성에 대해 Fig. 2의 친수성 코팅 용액의 제조과정 중 가수분해와 혼합공정의 온도를 60 °C, 70 °C, 80 °C로 각각 변화시켜 반응온도 변화가 코팅 도막의 물성에 미치는 영향을 살펴보았다.

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

Fig. 12는 반응온도를 변화시켜 제조한 A1S1M 친수성 코팅 용액으로 PC 기재 위에 코팅 한 도막의 수접촉각 분석 결과이다.

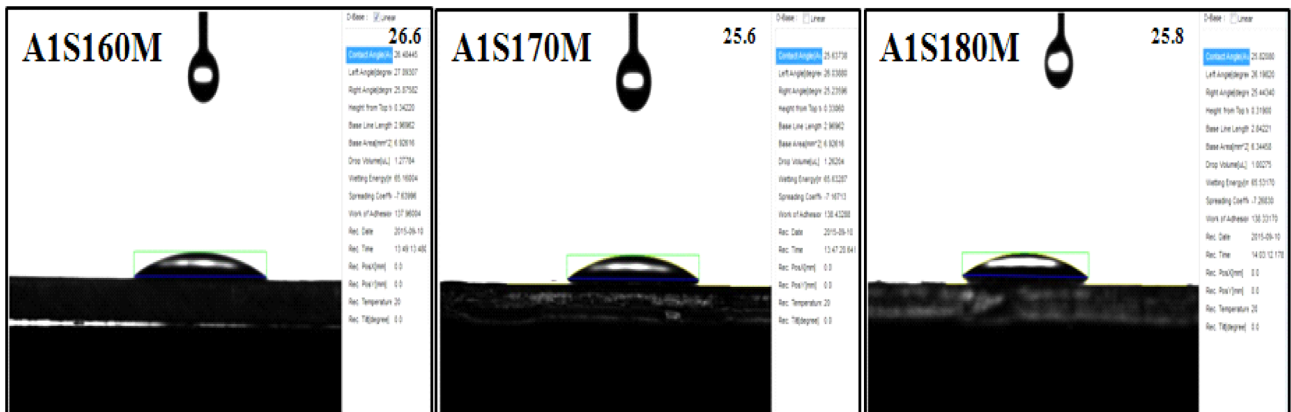


Fig. 12. Contact angles of hydrophilic coating films prepared from APTMS and colloidal silica at different reaction temperatures.

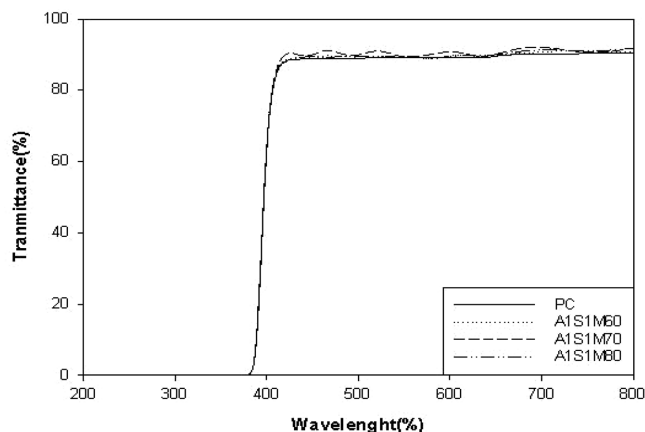


Fig. 13. UV-visible transmittance spectra of hydrophilic coating films prepared from APTMS and colloidal silica at different reaction temperatures.

Table 4. The state of coating films prepared with APTMS and colloidal silica at different reaction temperatures

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

60 °C, 70 °C, 80 °C에서 제조한 코팅 용액으로부터 얻어진 도막의 접촉각은 각각 26.6°, 25.6°, 25.8°로 반응온도 변화에 따라 큰 차이를 보이지 않았다.

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

Table 4는 반응온도를 변화시켜 제조한 A1S1M 친수성 코팅용액으로 PC 기재 위에 코팅한 도막의 물성 측정 결과이다. 온도 변화에 따른 코팅 도막의 연필경도와 부착력은 각각 2H와 5B로 같은 물성을 나타내었으며 온도 변화에 따른 물성의 차이는 없었다.

4. 결 론

(1) 실란커플링제로서 APTES를 사용하여 70 °C에서 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.

(2) 실란커플링제로서 APTMS를 사용하여 70 °C에서 제조된 코팅용액들은 monomodal의 입도분포를 보였는데 이는 친수성 코팅 용액 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.

(3) APTMS와 콜로이드 실리카의 질량비를 1:1로 조절한 조건에서 반응온도를 60 °C, 70 °C, 80 °C로 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.

감 사

본 연구는 중소기업청 기술혁신개발사업(과제번호 : S2219716)의 연구지원으로 수행되었으며, 이에 감사드립니다.

References

1. Cha, J. K., MS. Dissertation, KAIST, Daejeon, Korea(2000).
2. Chen, G. E., Sun, L., Xu, Z. L., Yang, H., Hunag, H. H. and Liu, Y. J., "Surface Modification of poly(vinylidene fluoride) Membrane with Hydrophilic and Anti-Fouling Performance via a Two-Step Polymerization," *Korean J. Chem. Eng.*, **32**(12), 2492-2500(2015).
3. Song, K. C., Park, J. K., Kang, H. U. and Kim S. H., "Synthesis of Hydrophilic Coating Solution for Polymer Substrate using Glycidoxypropyltriethoxysilane," *J. of Sol-Gel Sci. and Tech.*, **27**, 53-59(2003).
4. Lim, J. U., "Coating Method and the Equipment of Anti-Fogging Agent for Agricultural Polymeric Film," Korea Patent No. 25056(1995).
5. Lee, H. S., "Preparation Method of Functional Additives for Agricultural Polymeric Film," Korea Patent No. 65086(1998).
6. Lee, D. I., Jang, S. H. and Song, K. C., "Preparation of Hydrophilic Inorganic-Organic Hybrid Coating Solutions by Sol-Gel Method," *Korean Chem. Eng. Res.*, **41**(6), 768-772(2003).
7. Park, J. K., Song, K. C., Kang, H. U. and Kim, S. H., "Preparation of Hydrophilic Coating Film using GPS(Glycidoxypropyl Trimethoxysilane)," *Korean Chem. Eng. Res.*, **40**(6), 735-740(2002).
8. Lee, B. H., Kim, E. K., Lee, S., Lim, H. J. and Lee, I. P., "Effect of the Types of Silane Coupling Agents on the Properties of the Hydrophilic Coating Film," *Korean Chem. Eng. Res.*, **54**(2), 163-170(2016).
9. ASTM D 3359, "Standard Test Methods for Measuring Adhesion by Tape Test," ASTM International, 927-929(1997).