

콜로이드 실리카 종류가 친수성 코팅 필름의 물성에 미치는 영향

양준호 · 송기창[†]

건양대학교 의료신소재학과
32992 충청남도 논산시 대학로 121
(2017년 9월 22일 접수, 2017년 10월 16일 채택)

Effect of Types of Colloidal Silica on Properties of Hydrophilic Coating Films

Jun Ho Yang and Ki Chang Song[†]

Department of Biomedical Materials, Konyang University, 121, Daehak-ro, Nonsan, Chungnam, 32992, Korea
(Received 22 September 2017; accepted 16 October 2017)

요 약

콜로이드 실리카를 실란커플링제인 GPTMS (3-glycidoxypropyl trimethoxysilane)와 반응시킴에 의해 친수성 코팅 용액을 제조하였다. 또한 이 친수성 코팅 용액을 폴리카보네이트 기재 위에 스핀코팅 시킨 후 120 °C에서 열경화 시킴에 의해 친수성 코팅 도막이 제조되었다. 이 과정 중 콜로이드 실리카의 평균 크기를 15 nm, 25 nm, 45 nm로 각각 변화시켜 코팅 도막의 물성에 미치는 영향을 살펴보았다. 그 결과 25 nm 크기의 콜로이드 실리카를 사용하여 제조된 코팅 도막은 20°의 낮은 접촉각과 H의 우수한 연필경도를 나타내었다. 반면에 15 nm와 45 nm 크기의 콜로이드 실리카로 제조된 코팅 도막은 각각 27°와 36°의 높은 접촉각과 H와 B의 연필경도를 나타내었다.

Abstract – Hydrophilic coating solutions were prepared by reacting a silane coupling agent, GPTMS (3-glycidoxypropyl trimethoxysilane) with colloidal silica. Hydrophilic coating films were also obtained by depositing the hydrophilic coating solutions on polycarbonate substrates by spin-coating and subsequently by thermal curing at 120 °C. During this process, the effect of average particle sizes of colloidal silica was studied on the properties of coating films. As a result, coating film, prepared from colloidal silica with average particle size of 25 nm, showed a low contact angle of 20° and a good pencil hardness of H. On the other hand, coating films, prepared from colloidal silica with average particle sizes of 15 nm and 45 nm, exhibited high contact angles of 27° and 36° and pencil hardness of H and B, respectively.

Key words: Hydrophilic coating solutions, Colloidal silica, 3-Glycidoxypropyl trimethoxysilane, Hydrophilic coating films, Pencil hardness, Average particle size

1. 서 론

일반적으로 대부분의 플라스틱 고체 표면은 공기 중의 친유성 분자를 흡착하여 표면이 친유성이 된다. 따라서 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]. 친수화 하기 위한 가장 보편적인 방법은 플라스틱 표면에 폴리비닐 알코올 같은 친수성 고분자 또는

계면활성제를 도포하여 친수성을 얻는 방법이나 이는 친수성은 우수하지만 도포된 친수성 고분자나 계면활성제가 플라스틱 표면으로부터 쉽게 방출되어 친수성이 오래 지속되지 못하다는 단점이 있다 [4]. 이러한 단점을 해결하기 위해 장기 친수성을 나타내는 친수성 코팅 필름의 개발이 필요하다.

지금까지 여러 연구자들이 졸-겔법과 같은 습식 화학공정을 이용해 장기 친수성을 나타내는 친수성 코팅 필름을 제조하였다. 그들은 표면이 OH기로 둘러 싸여 친수성을 나타내는 나노미터 크기의 구상 콜로이드 실리카 입자를 기재인 플라스틱 필름 위에 부착시켜 기재의 친수성을 향상시키고자 하였다. 그러나 친수성인 콜로이드 실리카 입자가 기재인 소수성의 플라스틱 필름 위에 부착되지 않으므로 이 콜로이드 실리카 입자를 기재 위에 강력히 부착시키기 위해, 바인더로서 실란커플링제를 사용하여 콜로이드 실리카 입자를 소수성으로 표면개질 하였다.

Park 등[4]은 콜로이드 실리카와 에폭시실란을 반응시켜 장기 친

[†]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.

수성을 보이는 유-무기 혼성 코팅용액을 합성하여 PET 필름 위에 코팅한 후 산성 조건으로 제조된 코팅 용액이 중성이나 염기성 조건으로 제조된 경우 보다 우수한 친수성을 보인다고 주장하였다. Lee 등[5]은 무기물 콜로이드 실리카 용액(Ludox)에 아미노계 실란커플링제인 3-aminopropyl triethoxysilane을 첨가하여 유-무기 혼성 코팅 용액 제조에 대한 연구를 진행하였다. 그들은 산성과 중성인 조건에서 제조된 경우에는 순간적으로 겔이 되어 고분자 필름 위에 코팅할 수 없었으나, 염기성 조건에서 만들어진 코팅용액은 코팅이 잘되며, 우수한 친수성을 보인다고 보고하였다. 또한 Lee 등[6]은 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. 최근에는 Ahn 등[7]이 아미노실란과 콜로이드 실리카를 반응시켜 친수성 코팅 용액을 제조하였으며 이 과정 중 아미노실란 종류 변화가 코팅 도막의 물성에 미치는 영향을 연구하였다. 그들은 3-aminopropyl triethoxysilane을 사용하여 제조된 코팅 도막은 25~44°의 접촉각과 B의 좋지 못한 연필경도를 나타낸 반면에 3-aminopropyl trimethoxysilane으로 제조된 코팅 도막은 26~37°의 접촉각과 2H의 우수한 연필경도를 나타내었다고 주장하였다.

이상에서 살펴 본 바와 같이 장기 친수성을 나타내는 친수성 코팅 용액은 콜로이드 실리카와 실란커플링제의 반응에 의해 제조된다. 지금까지 실란커플링제의 종류 변화가 친수성 코팅 용액의 물성에 미치는 연구는 많이 진행되어 왔으나, 친수성을 나타내는 무기입자인 콜로이드 실리카 종류가 친수성 코팅 필름의 물성에 미치는 영향은 거의 연구되지 못했다. 따라서 본 연구에서는 콜로이드 실리카의 종류를 다양하게 변화시켜 콜로이드 실리카 종류 변화가 얻어진 친수성 코팅 필름의 접촉각, 연필경도, 부착력 및 투과율과 같은 물성에 미치는 영향을 조사하였다.

2. 실험

2-1. 재료

본 연구에서는 친수성을 나타내기 위한 무기물 나노입자로서 상업용으로 제조된 Table 1의 다양한 크기의 콜로이드 실리카(SS-

Table 1. Particle sizes and pH of different colloidal silica solutions

Sample code	Particle size	pH of solution
SS-SOL 30	10~20 nm	8~10
SS-SOL 30F	20~30 nm	9~10
SS-SOL 100	40~50 nm	10~12

Table 2. Synthesis conditions of hydrophilic coating solutions

Sample code	Type of colloidal silica	Reaction temperature (°C)	Colloidal silica (g)	Ethanol (g)	H ₂ O (g)	GPTMS (g)
S1	SS-SOL 30	70	20	10	20	4.2
S2	SS-SOL 30	70	30	10	10	6.3
S3	SS-SOL 30	70	40	5	5	8.4
S4	SS-SOL 30	70	40	0	10	8.4
T30	SS-SOL 30	30	40	0	10	8.4
T50	SS-SOL 30	50	40	0	10	8.4
T70	SS-SOL 30	70	40	0	10	8.4
S5	SS-SOL 30F	70	40	0	10	8.4
S6	SS-SOL 100	70	40	0	10	8.4

SOL 30, SS-SOL 30F, SS-SOL 100, 30 wt%, S-CHEMTECH Co.)를 사용하였다. 또한 실란커플링제로는 GPTMS (3-glycidoxypropyl trimethoxysilane 99.9%, Sigma-Aldrich)를 사용하였다.

2-2. 코팅 용액과 코팅 도막의 제조

먼저 교반기와 냉각기, 온도계 등을 1 L 4구 반응기에 장착한 후 콜로이드 실리카, 에탄올(EtOH, 99.5%, Samchun Chemical) 및 증류수를 Table 2의 조성으로 혼합하고, 그 혼합액을 10 min 동안 교반하였다. 그 후 HCl (36.5%, Samchun Chemical)을 첨가하여 용액의 pH를 2로 조절한 후 여러 온도(30 °C, 50 °C, 70 °C)에서 30 min 동안 더 교반하였다. 이 용액에 일정량의 실란커플링제인 GPTMS를 첨가하고 여러 온도(30 °C, 50 °C, 70 °C)로 유지되는 항온조에서 각각 24 h 동안 반응하였다. 교반된 용액에 가교제인 ethylene diamine (EDA, 98%, Samchun Chemical) 일정량을 첨가하고 여러 온도 (30 °C, 50 °C, 70 °C)에서 각각 30 min 동안 교반하여 최종의 친수성 코팅 용액을 제조하였다. Fig. 1에 콜로이드 실리카를 사용한 친수성 코팅 용액의 제조절차를 나타내었다. 그 후 이 용액을 두께 1 mm인 polycarbonate (PC) 기재 위에 1,000 RPM으로 1 min 동안 스펀코팅

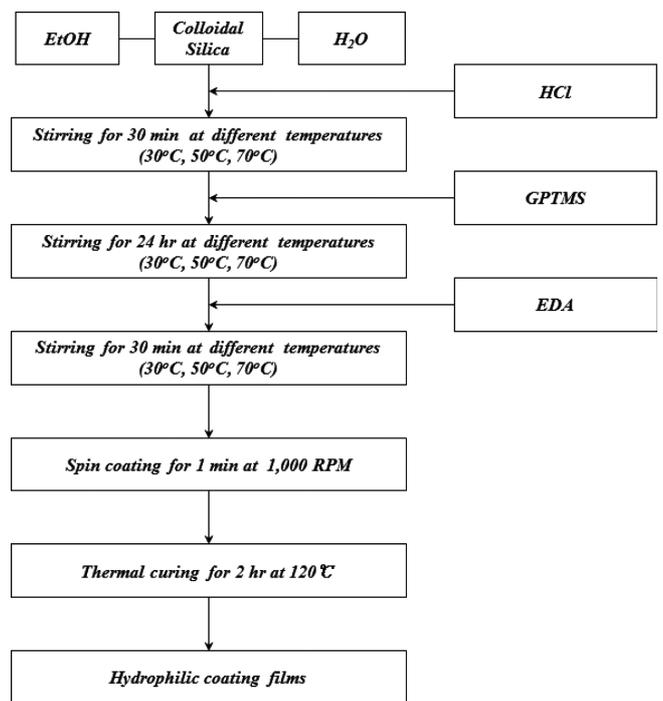


Fig. 1. Experimental procedure for preparation of hydrophilic coating solutions.

한 후 건조오븐에서 120 °C에서 2 hr 동안 열 경화시켜 코팅 도막을 제조하였다.

2-3. 분석방법

2-3-1. TEM분석

여러 조건으로 제조된 친수성 코팅 용액을 Transmission Electron Microscope (JEM-3011, JEOL Ltd., Japan)를 사용하여 용액 중의 입자 크기 및 형상을 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 측정하였다.

2-3-3. 접촉각

코팅 도막의 접촉각을 측정하기 위하여 접촉각 측정기(Phoenix-Mini, Surface Electro Optics)를 사용하여 관찰하였다. Zoom microscope를 이용하여 표면의 영상을 최적의 배율이 되도록 확대시키고 표면에 물방울을 떨어뜨린 후 모니터와 SurfaceWare 9 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.

2-3-4. 연필경도

연필경도는 연필경도 측정기(CT-PC1, Core Tech., Korea)에 연필 경도 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 사용하였다.

2-3-5. 부착력

코팅 도막의 부착력은 ASTM D 3359에 의하여[8] 열 경화된 코팅 도막 층에 cutter로 바둑판 모양의 홈을 낸 후 그 위에 3 M 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 눈 수의 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. 콜로이드 실리카, 에탄올과 물의 조성비가 친수성 코팅 도막의 물성에 미치는 영향

장기 친수성을 나타내는 코팅 용액을 제조한 이전의 연구[3-7]에서는 콜로이드 실리카, 에탄올과 물을 주성분으로 하여 코팅 용액을 제조하였다. 이때 콜로이드 실리카는 표면이 OH기로 둘러싸인 무기물 나노입자로 친수성을 나타내며, 물과 에탄올은 콜로이드 실리카를 용액 내에 균일하게 분산시키기 위한 용매로 작용한다. 본 절에서는 콜로이드 실리카로서 10~20 nm의 입도를 가지며 염기성 pH를 갖는



Fig. 2. Photographs of hydrophilic coating solutions prepared with different compositions in Table 2.

Table 1의 SS-SOL 30을 사용하였으며, 콜로이드 실리카, 에탄올과 물의 조성을 변화시켜 Table 2에서 나타난 바와 같이 S1, S2, S3, S4의 4종의 코팅 용액을 제조하여 조성 변화가 얻어진 친수성 필름의 물성에 미치는 영향을 살펴보았다.

Fig. 2는 콜로이드 실리카, 에탄올과 물의 질량비를 다양하게 조절하여 70 °C의 반응온도에서 제조된 Table 2의 S1, S2, S3, S4 시료의 친수성 코팅 용액의 사진이다. 그림에서 보는 것처럼 모든 용액이 반투명 상태인 것을 확인할 수 있었다. 에탄올이 첨가되지 않고 콜로이드 실리카와 물만을 사용하여 제조된 S4의 코팅 용액도 안정하며 침전물이 없는 것을 확인할 수 있었다.

Fig. 3은 콜로이드 실리카, 에탄올과 물의 질량비를 조절하여 제조한 친수성 코팅 용액을 PC 기재 위에 코팅하여 얻어진 코팅 도막의 물 접촉각 사진이다. S1, S2, S3, S4 시료의 접촉각은 각각 39°, 35°, 30°, 26°로 나타났으며 에탄올 첨가량이 적을수록 접촉각이 낮아졌으며, 에탄올이 전혀 첨가되지 않은 S4시료의 접촉각이 26°로 가장 친수성이 우수함을 알 수 있었다.

Fig. 4는 콜로이드 실리카, 에탄올과 물의 질량비를 조절하여 제조한 친수성 코팅 용액으로 PC 기재에 코팅한 도막의 투과율 분석 결과이다. PC 기재의 투과율은 가시광선 영역에서 90%로 높은 투과율을 나타내었다. 또한 85%의 투과율을 보인 S3 시료를 제외한 다른 코팅 도막들은 PC 기재와 비슷한 90%의 높은 투과율을 나타내었다. 그러나 S3 시료는 공기 중의 수분을 흡수하여 코팅 도막의 변색이 일어나 투과율이 상대적으로 좋지 않음을 알 수 있었다.

Table 3은 콜로이드 실리카, 에탄올과 물의 질량비를 조절하여 제조한 친수성 코팅 도막의 연필경도와 부착력을 측정된 결과이다. 코팅 되지 않은 PC 기재의 연필경도는 B인 반면 S1, S2, S3 시료의 연필경도는 F로 2단계 상승하였다. 또한 이 시료들의 부착력은 4B로 좋지 못함을 알 수 있었다. 반면에 에탄올 없이 콜로이드 실리카와 물만으로 제조된 S4 시료는 H와 5B를 나타내어 보다 우수한 연필경도와 부착력을 나타내었다. 이상의 연구를 통해 콜로이드 실리카, 에탄올과 물의 3성분이 아닌 콜로이드 실리카와 물만의 2성분만으로도 안정된 상태의 코팅 용액과 우수한 친수성, 연필경도 및 부착력을 보이는 코팅 필름을 제조할 수 있음을 알 수 있었다.

3-2. 반응 온도가 코팅 도막의 물성에 미치는 영향

본 연구에서는 이전의 절에서 진행된 콜로이드 실리카, 에탄올과 물의 조성 변화 실험에서 가장 우수한 물성을 나타내었던 콜로이드 실리카와 물만으로 제조된 Table 2의 S4 조성에 대해 Fig. 1의 친수

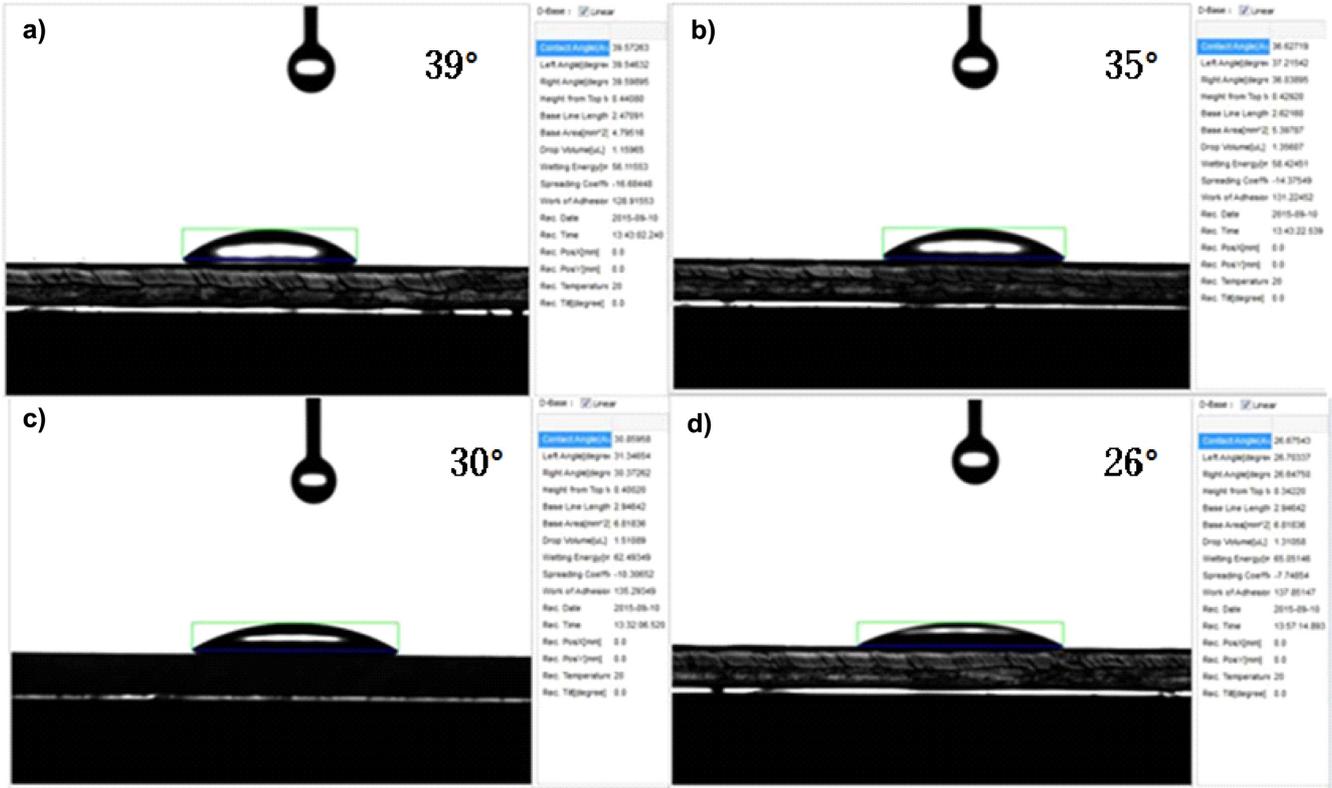


Fig. 3. Contact angles of hydrophilic coating films prepared with different compositions in Table 2. a) S1, b) S2, c) S3, d) S4.

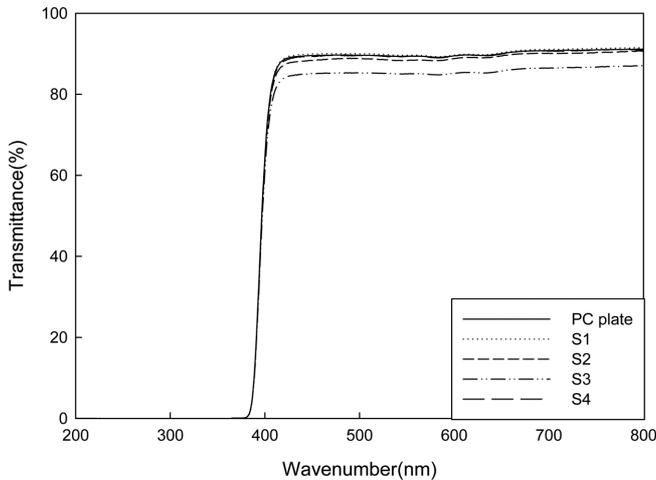


Fig. 4. UV-visible transmittance spectra of hydrophilic coating films prepared with different compositions in Table 2.

성 코팅 용액의 제조과정 중 반응 온도를 30 °C, 50 °C, 70 °C로 각각 변화시켜 반응 온도 변화가 코팅 도막의 물성에 미치는 영향을 살펴 보았다.

Fig. 5는 S4 조성에 대해 반응 온도를 30 °C, 50 °C, 70 °C로 각각 변화시켜 제조한 친수성 코팅 용액(Table 2의 T30, T50, T70)의 사진이다. 그림에서 보는 것처럼 모든 용액은 처음에는 침전이 없는 반투명한 용액이 제조되었으나 30 °C에서 제조된 T30 시료는 시간이 지난 후 침전이 생기고 겔화가 일어남으로 용액이 불안정한 상태를 보였다.

Fig. 6은 반응 온도를 변화시켜 제조한 친수성 코팅 용액(Table 2의



Fig. 5. Photographs of hydrophilic coating solutions prepared at different reaction temperatures in Table 2.

T30, T50, T70)으로 PC 기재 위에 코팅한 도막의 수접촉각 분석 결과이다. 30 °C, 50 °C, 70 °C에서 제조한 코팅 용액으로부터 얻어진 도막의 접촉각은 각각 28°, 26°, 26°로 반응온도 변화에 따라 큰 차이를 보이지 않았다.

Fig. 7은 반응 온도를 변화시켜 제조한 S4 친수성 코팅 용액으로 PC 기재 위에 코팅한 도막의 투과율 분석 결과이다. PC 기재의 투과율은 가시광선 영역에서 90%로 높은 투과율을 나타내었다. 또한 반응 온도를 변화시켜 제조한 모든 코팅 도막은 가시광선 영역에서 PC 기재와 비슷한 90%의 투과율을 나타내었다.

Table 3에서는 반응 온도를 변화시켜 제조한 친수성 코팅 용액으로 PC 기재 위에 코팅한 도막들(T30, T50, T70)의 물성 측정 결과를 나타내었다. 온도 변화에 따른 코팅 도막의 연필경도와 부착력은

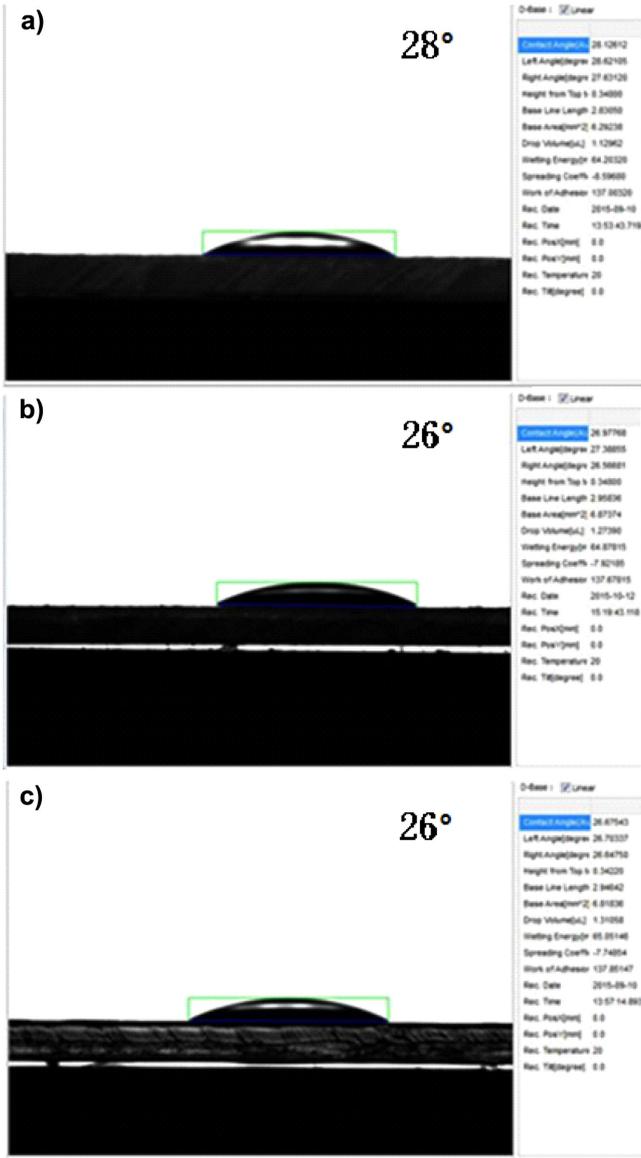


Fig. 6. Contact angles of hydrophilic coating films prepared at different reaction temperatures. a) 30 °C, b) 50 °C, c) 70 °C.

30 °C에서 제조된 시료에서는 B와 3B, 50 °C에서 제조된 시료는 F와 5B, 70 °C에서 제조된 시료는 H와 5B를 나타내어 반응 온도가 높을수록 연필경도와 부착력이 향상됨을 알 수 있었다.

이상의 결과로부터 50 °C 이상의 반응 온도로 제조된 코팅 용액이 시간 경과 후에도 안정하며, 반응 온도는 도막의 접착각에 큰 영향을 미치지 못하나 코팅 도막의 연필경도 및 부착력은 반응 온도가 높을수록 우수한 물성을 얻을 수 있음을 알 수 있었다.

3-3. 콜로이드 실리카 종류가 친수성 코팅 도막의 물성에 미치는 영향

본 연구에서는 앞서 진행된 콜로이드 실리카, 에탄올과 물의 조성 변화 실험에서 최적 비율인 4:0:1과 최적 반응 온도인 70 °C에서 콜로이드 실리카의 종류를 Table 1의 SS-SOL 30, SS-SOL 30F, SS-SOL 100으로 각각 변화시켜 Table 2에서 나타난 S4, S5, S6의 3종류의 친수성 코팅 용액을 제조하여 콜로이드 실리카 종류가 코팅 도

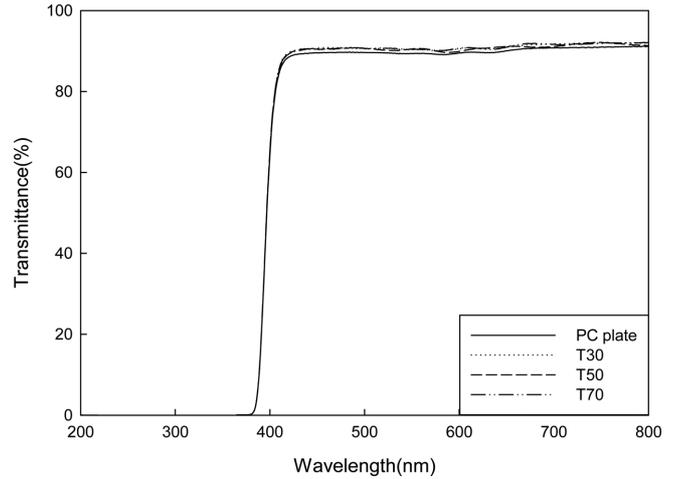


Fig. 7. UV-visible transmittance spectra of hydrophilic coating films prepared at different reaction temperatures.

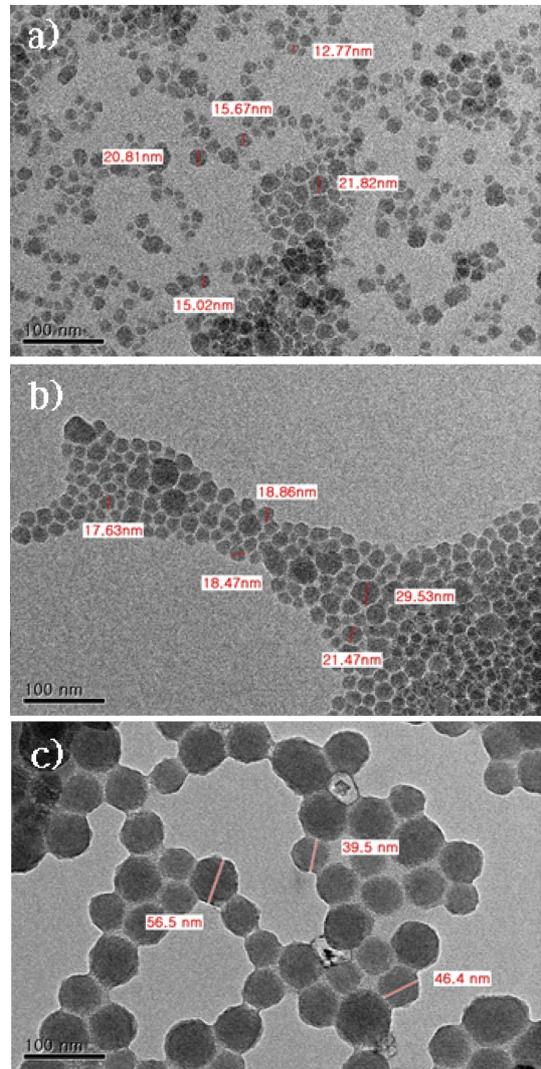


Fig. 8. TEM Photographs of hydrophilic coating solutions prepared with different types of colloidal silica. a) S4, b) S5, c) S6 in Table 2.

막의 물성에 미치는 영향을 조사하였다.

Fig. 8은 콜로이드 실리카의 종류 변화에 따라 제조된 친수성 코



Fig. 9. Photographs of hydrophilic coating solutions prepared with different types of colloidal silica in Table 2.

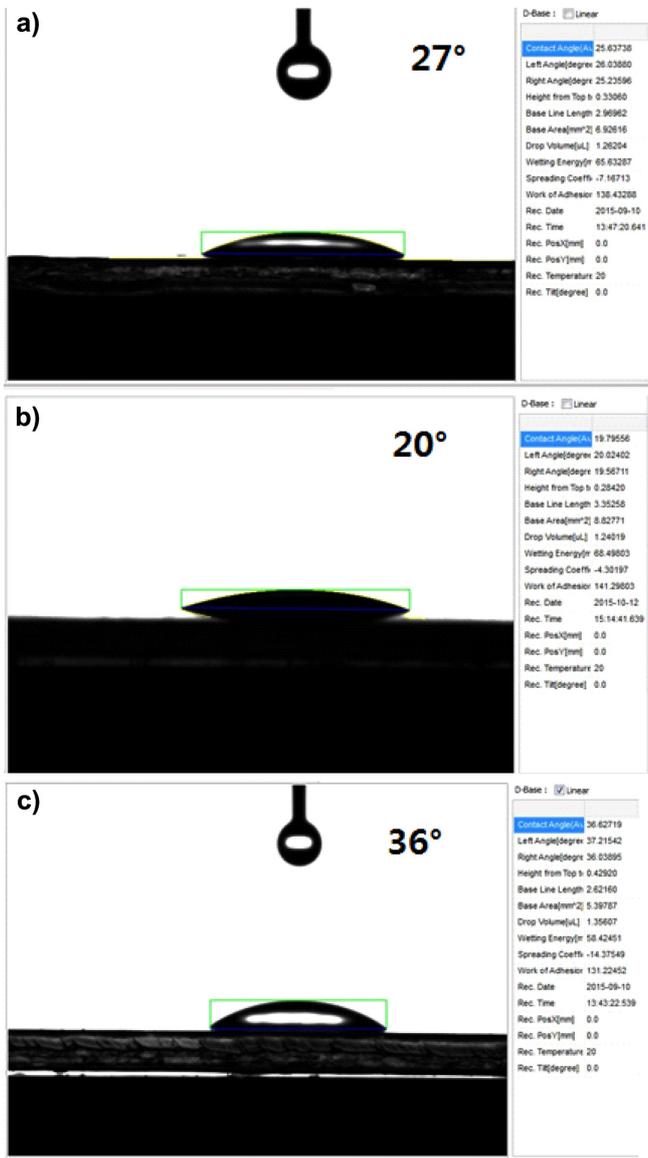


Fig. 10. Contact angles of hydrophilic coating films prepared with different types of colloidal silica. a) S4, b) S5, c) S6 in Table 2.

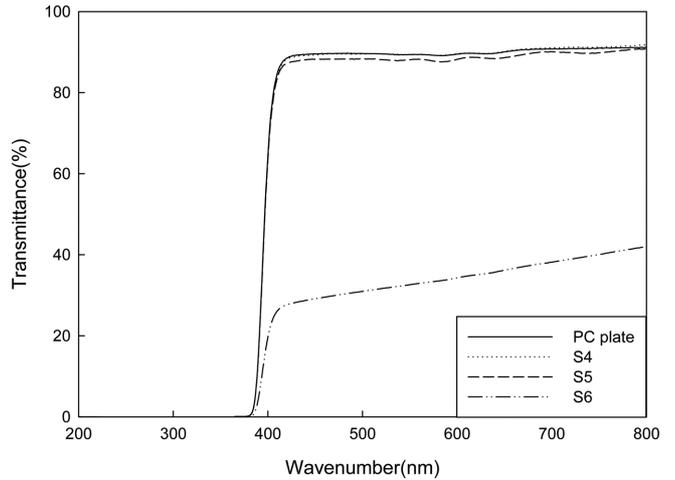


Fig. 11. UV-visible transmittance spectra of hydrophilic coating films prepared with different types of colloidal silica.

팅 용액의 TEM 분석 결과이다. 그림에서 알 수 있는 것처럼 코팅 용액 중의 실리카 입자는 구형 형상을 가지며 평균 입도는 S4가 15 nm, S5가 25 nm, S6이 45 nm를 보여 S4 시료의 입도가 가장 작은 결과를 보였다.

Fig. 9는 Table 2의 콜로이드 실리카 종류 변화에 따라 제조된 시료 S4, S5, S6 용액의 사진이다. 그림에서 보는 것처럼 평균 입도가 15 nm와 25 nm로 작은 S4와 S5 용액은 반투명하나 평균 입도가 45 nm로 큰 S6 용액은 불투명 상태인 것을 알 수 있었다.

Fig. 10은 콜로이드 실리카 종류를 달리하여 제조한 친수성 용액으로 PC 기재 위에 코팅한 필름의 물에 대한 접촉각 사진이다. 평균 입도를 달리하여 제조된 코팅용액 S4, S5, S6의 접촉각은 각각 27°, 20°, 36°로 나타났으며 25 nm의 평균 입도로 제조된 S5의 접촉각이 가장 낮아 친수성이 가장 우수하였다.

Fig. 11은 콜로이드 실리카의 종류를 변화시켜 제조한 친수성 용액으로 PC 기재 위에 코팅한 도막의 투과율 분석 결과이다. PC 기재의 투과율은 가시광선 영역에서 90%로 높은 투과율을 나타내었다. 또한 콜로이드 실리카의 평균 크기가 각각 15 nm와 25 nm인 S4와 S5 코팅 도막도 PC 기재와 비슷한 90%의 높은 투과율을 나타내는 것을 알 수 있었다. 그러나 평균 크기가 45 nm인 S5 시료는 평균 입도가 커 도막의 백탁 현상이 일어나 투과율이 40% 이하로 좋지 않음을 알 수 있었다.

콜로이드 실리카의 크기를 달리하여 제조한 코팅 도막의 물성을

Table 3. Pencil hardness and adhesion of coating films prepared with different coating solutions

Sample code	Pencil hardness	Adhesion
PC plate	B	-
S1	F	4B
S2	F	4B
S3	F	4B
S4	H	5B
T30	B	3B
T50	F	5B
T70	H	5B
S5	H	5B
S6	B	4B

Table 3에 나타내었다. 평균 입도가 각각 15 nm와 25 nm인 S4와 S5 시료의 연필경도와 부착력은 H와 5B의 우수한 물성을 나타내었으나 45 nm의 평균 입도를 가진 S6으로 제조된 시료는 B와 4B의 좋지 못한 연필경도와 부착력을 나타내었는데 이는 입자 크기가 적정 크기보다 커서 제대로 실란커플링제와 반응을 하지 못함에 의한 것으로 사료된다.

4. 결 론

콜로이드 실리카를 실란커플링제인 에폭시실란(GPTMS)과 반응시켜 친수성을 나타내는 코팅 용액을 제조하여 PC 기재 위에 코팅하여 친수성 코팅 필름을 제조하였다. 이 과정 중 여러 반응 변수가 코팅 필름의 물성에 미치는 영향을 조사하여 다음과 같은 결론을 얻었다.

(1) 콜로이드 실리카, 에탄올과 물의 질량비가 2:1:2, 3:1:1, 8:1:1, 4:0:1의 비율로 제조된 시료들의 접촉각은 각각 39°, 35°, 30°, 26°로 나타나 에탄올이 없이 콜로이드 실리카와 물만으로 제조된 시료의 접촉각이 가장 낮은 수치를 보여 친수성이 우수함을 알 수 있었다. 또한 시료들의 연필경도와 부착력도 콜로이드 실리카와 물만으로 제조된 시료가 H와 5B로 가장 우수한 결과를 나타내었다.

(2) 콜로이드 실리카, 에탄올과 물의 질량비를 4:0:1로 조절된 조건에서 반응온도를 30 °C, 50 °C, 70 °C로 각각 변화시켜 친수성 코팅 용액을 제조한 결과 코팅 도막의 접촉각은 26~28°로 반응온도 변화에 따라 큰 차이를 보이지 않았다. 그러나 30 °C에서 제조된 코팅 도막의 연필경도와 부착력은 B와 3B, 50 °C에서 제조된 시료는 F와 5B, 70 °C에서 제조된 시료는 H와 5B를 나타내어 70 °C에서 제조된 시료가 가장 우수한 연필경도와 부착력을 보였다.

(3) 콜로이드 실리카 입자의 평균 크기를 15 nm, 25 nm, 45 nm로 각각 달리하여 70 °C에서 제조된 친수성 코팅 용액들의 접촉각은 각각 27°, 20°, 36°를 보여 평균 크기가 25 nm인 경우가 가장 낮은 접촉각을 보였다. 또한 평균 크기가 15 nm와 25 nm인 시료의 연필경도와 부착력은 H와 5B의 우수한 물성을 나타내었으나 45 nm의 평균 크기를 가진 시료는 B와 4B의 좋지 못한 연필경도와 부착력을

나타내어 친수성을 나타내는 최적의 평균 입자 크기는 25 nm임을 알 수 있었다.

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 Glycidoxypolytriethoxysilane," *J. of Sol-Gel Sci. and Tech.*, **27**, 53-59(2003).
4. Park, J. K., Song, K. C., Kang, H. U. and Kim, S. H., "Preparation of Hydrophilic Coating Film Using GPS(Glycidoxypoly Trimethoxysilane)," *Korean Chem. Eng. Res.*, **40**(6), 735-740(2002).
5. 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).
6. 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 Films," *Korean Chem. Eng. Res.*, **54**(2), 163-170(2016).
7. Ahn, C. Y., Lee, B. H. and Song, K. C., "Preparation of Hydrophilic Coating Films by Using Aminosilane and Colloidal Silica," *Korean Chem. Eng. Res.*, **55**(2), 247-252(2017).
8. ASTM D 3359, "Standard Test Methods for Measuring Adhesion by Tape Test," ASTM International, 927-929(1997).