



**(19) 대한민국특허청(KR)**  
**(12) 등록특허공보(B1)**

(45) 공고일자 2021년01월12일  
(11) 등록번호 10-2201593  
(24) 등록일자 2021년01월06일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)  
C08G 77/24 (2006.01) C08G 77/04 (2006.01)  
C08G 77/442 (2006.01) C08K 3/36 (2006.01)  
C08K 5/00 (2006.01) C08K 5/37 (2006.01)  
C08K 9/04 (2006.01)  
(52) CPC특허분류  
C08G 77/24 (2013.01)  
C08G 77/04 (2013.01)  
(21) 출원번호 10-2019-0059078  
(22) 출원일자 2019년05월20일  
심사청구일자 2019년05월20일  
(65) 공개번호 10-2020-0133891  
(43) 공개일자 2020년12월01일  
(56) 선행기술조사문헌  
Macromolecular Research, Vol. 21, No. 6, pp 669-680 (2013) 1부.\*  
Polym. Bull., Vol. 70, pp 1037-1048(2013) 1부.\*  
Reactive & Functional Polymers, Vol. 69, 719-723 (2009) 1부.\*  
\*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자  
부산대학교 산학협력단  
부산광역시 금정구 부산대학로63번길 2 (장전동, 부산대학교)  
(72) 발명자  
하창식  
부산광역시 동래구 사직로 80, 128동 1202호  
정극민  
경상남도 진주시 사들로 157, 107동 904호  
(뒷면에 계속)  
(74) 대리인  
김성현

전체 청구항 수 : 총 8 항

심사관 : 이명선

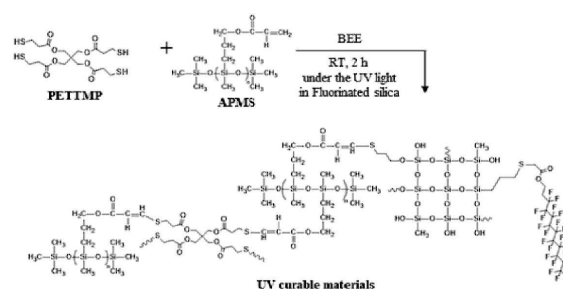
(54) 발명의 명칭 **지문 방지 및 방오 특성을 가지는 UV경화성 고 투명성, 양친매성 플루오르화 실리카 하이브리드 소재**

**(57) 요약**

본 발명은 지문 방지 및 방오 특성을 갖는 양친매성 플루오르화 실리카 하이브리드 소재에 관한 것으로, 상세하게는 플루오르화 실리카 입자, 티올계 화합물, 폴리실록산 단량체, 광개시제 및 용매를 포함하는 양친매성 플루오르화 실리카 하이브리드 소재 및 그 제조방법에 관한 것이다.

다양한 산업에서 응용될 수 있으며, 투명성, 지문 방지, 소수성, 유연성, 오일 방수성 및 방오 특성을 지닌 양친매성 플루오르화 실리카 하이브리드 소재를 제공한다.

**대표도** - 도2



(52) CPC특허분류

*C08G 77/442* (2013.01)

*C08K 3/36* (2013.01)

*C08K 5/0025* (2013.01)

*C08K 5/37* (2013.01)

*C08K 9/04* (2013.01)

(72) 발명자

**박성수**

부산광역시 동래구 쇠미로 72, 106동 2302호

**쿠민밍**

중국, 201206 상해시 진수로드 200, 빌딩 F, 5층

**장용수**

중국, 201206 상해시 진수로드 200, 빌딩 F, 5층

**민구오관**

중국, 201206 상해시 진수로드 200, 빌딩 F, 5층

**리양롱난**

중국, 201206 상해시 진수로드 200, 빌딩 F, 5층

명세서

청구범위

청구항 1

가수분해 및 축합 반응에 의해 생성된 실리카 입자;

하기 화학식 4로 표시되는 플루오르화 실리카 입자;

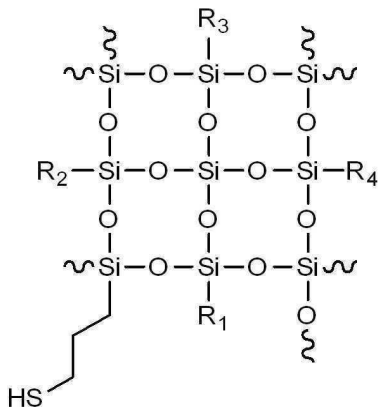
트리메틸올프로판 트리스(3-메르캅토프로피오네이트)(TMPTMP) 또는 펜타에리트리톨 테트라키스(3-메르캅토프로피오네이트)(PETTMP)인 티올계 화합물;

(아크릴옥시프로필)메틸실록산 호모폴리머((acryloxypropyl)methylsiloxane homopolymer, APMS) 또는 [4-6%(메타크릴옥시프로필)메틸실록산]디메틸실록산 코폴리머([4-6%(Methacryloxypropyl)methylsiloxane]dimethylsiloxane, MAPMS)인 폴리실록산 단량체;

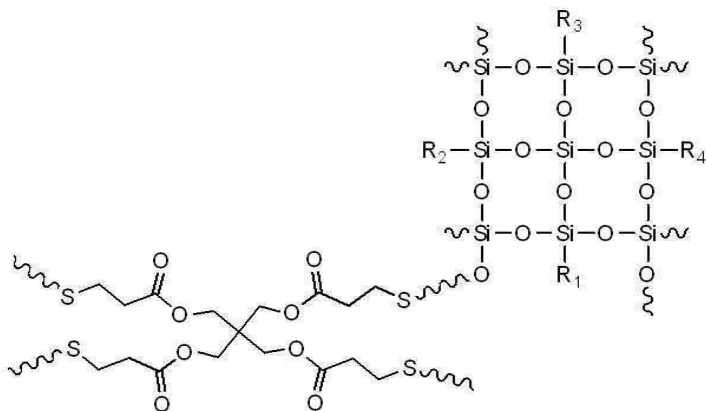
광개시제; 및

용매;를 포함하는, 하기 화학식 5 또는 화학식 6으로 표시되는 양친매성 플루오르화 실리카 하이브리드 소재:

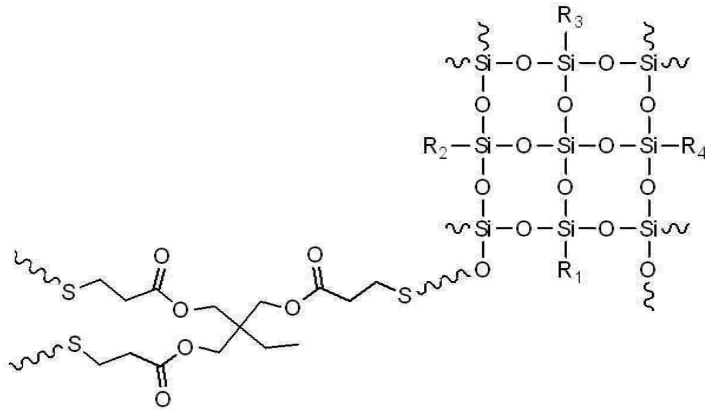
[화학식 4]



[화학식 5]



[화학식 6]



상기 화학식 4 내지 화학식 6에서,

상기 R<sub>1</sub> 내지 R<sub>3</sub>는 각각 독립적으로 탄소수 1 내지 20의 알킬기 또는 탄소수 6 내지 14의 아릴기이고,

상기 R<sub>4</sub>는 플루오르기를 가지는 화합물이다.

### 청구항 2

제 1 항에 있어서,

상기 광개시제는 상기 플루오르화 실리카 입자, 티올계 화합물 및 폴리실록산 단량체 혼합물의 총 중량 대비 0.1 내지 2.0 중량% 포함되는 것을 특징으로 하는, 양친매성 플루오르화 실리카 하이브리드 소재.

### 청구항 3

제 1 항에 있어서,

상기 용매는 톨루엔(Toluene), 아세톤(Acetone), 아세토나이트릴(Acetonitrile), 에틸 아세테이트(Ethyl acetate), 디메틸아세트아미드(Dimethylacetamide) 및 이들의 혼합물로 이루어진 군으로부터 선택되는 어느 하나인 것을 특징으로 하는, 양친매성 플루오르화 실리카 하이브리드 소재.

### 청구항 4

용매에 실리카 전구체 및 실리카 단량체를 혼합하여 실리카 입자를 제조하는 제1단계;

상기 혼합물에 플루오르 단량체 및 광개시제를 첨가하여 교반하는 제2단계;

상기 교반된 결과물에 자외선을 조사하여 실리카 입자 및 플루오르 단량체를 가교하여 플루오르화 실리카 입자를 제조하는 제3단계;

상기 플루오르화 실리카 입자에 티올계 화합물 및 폴리실록산 단량체를 첨가하는 제4단계; 및

상기 첨가물에 광개시제를 첨가하여 교반하는 제5단계;를 포함하는, 양친매성 플루오르화 실리카 하이브리드 소재의 제조방법.

### 청구항 5

제 4 항에 있어서,

상기 용매는 톨루엔(Toluene), 아세톤(Acetone), 아세토나이트릴(Acetonitrile), 에틸 아세테이트(Ethyl

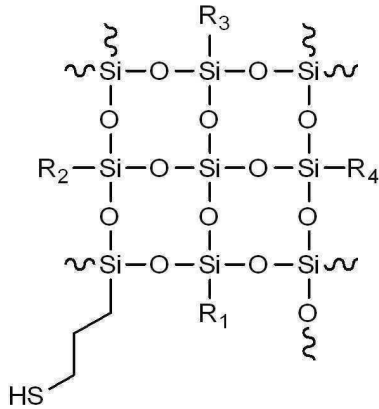
acetate), 디메틸아세트아미드(Dimethylacetamide) 및 이들의 혼합물로 이루어진 균으로부터 선택되는 어느 하나인 것을 특징으로 하는, 양친매성 플루오르화 실리카 하이브리드 소재의 제조방법.

**청구항 6**

제 4 항에 있어서,

상기 플루오르화 실리카 입자는 하기 화학식 4로 표시되는 것을 특징으로 하는, 양친매성 플루오르화 실리카 하이브리드 소재의 제조방법:

[화학식 4]



상기 화학식 4에서,

상기 R<sub>1</sub> 내지 R<sub>3</sub>는 각각 독립적으로 탄소수 1 내지 20의 알킬기 또는 탄소수 6 내지 14의 아릴기이고,

상기 R<sub>4</sub>는 플루오르기를 갖는 화합물이다.

**청구항 7**

제 4 항에 있어서,

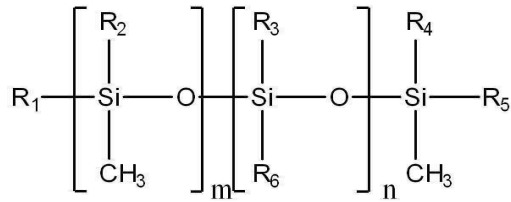
상기 티올계 화합물은 2,2'-(에틸렌디옥시)디에탄티올(2,2'-(Ethylenedioxy)diethanethiol), 1,6-헥산디티올(1,6-Hexanedithiol), 2,5-헥산디티올(2,5-Hexanedithiol), 벤젠-1,4-디티올(Benzene-1,4-dithiol), 1,3-프로판디티올(1,3-Propanedithiol), 1,2-에탄디티올(1,2-Ethanedithiol), 트리메틸올프로판 트리스(3-메르캅토프로피오네이트)(Trimethylolpropane tris(3-mercaptopropionate), TMPTMP), 펜타에리트리톨 테트라키스(3-메르캅토프로피오네이트)(Pentaerythritol tetrakis(3-mercaptopropionate, PETTMP)) 및 이들의 혼합물로 이루어진 균으로부터 선택되는 어느 하나인 것을 특징으로 하는, 양친매성 플루오르화 실리카 하이브리드 소재의 제조방법.

**청구항 8**

제 4 항에 있어서,

상기 폴리실록산 단량체는 하기 화학식 2로 표시되는 것을 특징으로 하는, 양친매성 플루오르화 실리카 하이브리드 소재의 제조방법:

[화학식 2]



상기 화학식 2에서,

상기 R<sub>1</sub>은 탄소수 1 내지 3의 알킬기, -O-(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>Si, -O-(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>Si-CH=CH<sub>2</sub>, -O-Si(C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>)(CH<sub>3</sub>)-CH=CH<sub>2</sub> 또는 -C-Si(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>-O-Si(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>-CH=CH<sub>2</sub> 이고,

상기 R<sub>2</sub>는 비닐기, 탄소수 1 내지 3의 알킬기, 탄소수 6 내지 12의 아릴기 또는 -(CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>-O-CO-C(CH<sub>3</sub>)=CH<sub>2</sub> 이고,

상기 R<sub>3</sub>는 비닐기, 탄소수 1 내지 3의 알킬기, 탄소수 6 내지 12의 아릴기 또는 -(CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>-O-CO-CH=CH<sub>2</sub> 이고,

상기 R<sub>4</sub>는 탄소수 1 내지 3의 알킬기 또는 탄소수 6 내지 12의 아릴기이고,

상기 R<sub>5</sub> 및 R<sub>6</sub>은 각각 독립적으로 비닐기 또는 탄소수 1 내지 3의 알킬기이고,

n은 1 내지 200,000의 정수이며, m은 1 내지 20,000의 정수이다.

**청구항 9**

삭제

**청구항 10**

삭제

**청구항 11**

삭제

**청구항 12**

삭제

**발명의 설명**

**기술 분야**

[0001] 본 발명은 지문 방지 및 방오 특성을 갖는 양친매성 플루오르화 실리카 하이브리드 소재에 관한 것으로, 상세하게는 플루오르화 실리카 입자, 티올계 화합물, 폴리실록산 단량체, 광개시제 및 용매를 포함하는 양친매성 플루오르화 실리카 하이브리드 소재 및 그 제조방법에 관한 것이다.

**배경 기술**

[0002] 지문 방지, 소수성, 오일 방수성 및 방오 특성을 지닌 하이브리드 소재는 섬유, 건설, 자동차, 전자 제품 등과 같은 다양한 산업에서의 잠재적인 응용 가능성이 높아 최근 활발히 연구되고 있다.

[0003] 이러한 얼룩 방지 성질은 표면 에너지 및 표면 특성의 두 가지 중요한 요소로서 조절될 수 있다. 이러한 본질적인 특성을 이용해 종래에는 원자 반경이 작고 모든 물질 중에서 가장 강한 전기 음성도를 가지는 불소 원자를 포함시켜 표면 에너지가 낮은 소재를 제조하는데 많이 활용 되었으며 효과적으로 얼룩을 방지할 수 있었다. 이러한 불소 함유 고분자는 낮은 표면 에너지 및 화학적 불활성과 같은 우수한 내열성 특성을 가지므로 코팅 재료로 널리 연구되어 왔다. 또 다르게는 탄소와의 공유결합을 형성하여 소재의 표면 에너지를 낮추기도 하였다.

- [0004] 표면의 특성을 조절 하는 방법으로는 표면의 화학적 처리와 표면 구조를 제어함으로써 조절 가능하다고 알려져 있다. 표면에 마이크로나 나노 패턴을 형성하여 표면 조도가 증가하는 경우 접촉각이 150° ~ 170° 까지 도달하여 표면 오염을 방지하는 소재로 응용이 가능하다.
- [0005] 최근에는 디스플레이 터치스크린에 이를 응용하기 위해 다양한 시도가 이루어지고 있다. 터치스크린에 기존의 표면 코팅 기술을 응용할 경우 외부의 빛에 의한 표면반사로 시인성이 저하되거나 내부에서 나오는 빛을 난반사함으로 화면의 정확히 구현하지 못하거나 밝기를 감소시키는 문제가 발생할 수 있다.
- [0006] 이러한 문제는 나노 구조물을 이용한 반사 방지 기술을 도입하거나 터치스크린의 표면상의 지문, 얼룩과 같은 문제를 해결하기 위해 코팅 표면을 소수성 및 소유성, 두 가지 특성을 모두 갖는 양친매성[amphiphobic (water and oil repellent)] 성질의 소재 개발을 통해 해결 가능 할 것으로 기대되고 있다.
- [0007] 양친매성 성질은 소재 표면의 화학 조성과 표면 구조의 제어를 통해 해결 가능하다. 대표적으로 소수성 특성을 가지는 알킬기, 페닐기, 할로젠화 알킬기, 긴 사슬 형태를 가지는 탄화수소기와 친수성(소유성) 특성을 가지는 히드록시기, 카르복시기, 아미노기 등과 같은 소수성기와 친수성기(소유성기)를 소재에 적절히 도입하여 양친매성 성질을 가지는 표면을 구현할 수 있고, 더불어 플루오르기를 포함하는 알킬 화합물 등을 통해 표면 에너지를 낮추어 양친매성 특성을 향상 시킬 수 있으며, 유기 실록산과 같은 실록산(Si-O-Si) 결합의 형성을 통해 유리과 같은 무기물의 특성을 가지므로 소재의 내구성을 향상 시킬 수 있다.
- [0008] 이러한 하이브리드를 통한 유기 광학 수지를 포함하는 UV 경화성 중합체는 광학 응용을 위해 광범위하게 연구되어왔다. 이에 따라, '대한민국 등록 특허 제 10-1129258'는 UV 경화형 코팅 조성물 및 코팅 필름에 관한 것으로, 지문 흔적과 같은 오염 부착을 방지할 수 있고, 용이하게 제거할 수 있으며, 내오염성과 내마모성을 동시에 부여하여 그 특성이 지속적으로 유지할 수 있는 동시에 발수성, 발유성 및 방오성이 우수하고 기재와의 밀착성이 우수하여 다양한 기재에 적용할 수 있음을 개시하고 있으나, 필름의 유연성, 충격 강도 및 투명성에 대한 내용이 기재되어 있지 않아 실제 응용 분야에 적용되기에는 여러 문제점이 발견된다.

**선행기술문헌**

**특허문헌**

- [0009] (특허문헌 0001) KR 10-1129258  
(특허문헌 0002) KR 10-1143720

**발명의 내용**

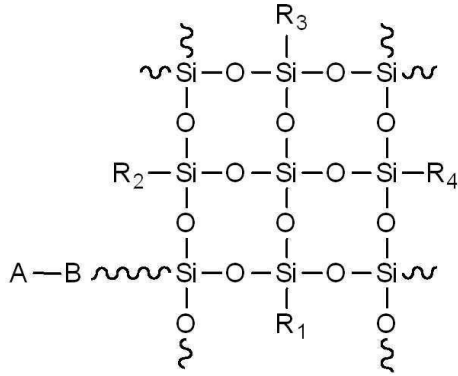
**해결하려는 과제**

- [0010] 상기 문제점을 해결하기 위하여, 본 발명은 투명성, 지문 방지, 소수성, 오일 방수성 및 방오 특성에 우수한 효과가 있는 양친매성 플루오르화 실리카 하이브리드 소재를 제공하는 것을 목적으로 한다.
- [0011] 또한, 상기 우수한 효과를 지니는 양친매성 플루오르화 실리카 하이브리드 소재의 제조방법을 제공하는 것을 목적으로 한다.

**과제의 해결 수단**

- [0012] 상기 목적을 해결하기 위하여 본 발명은,
- [0013] 가수분해 및 축합 반응에 의해 생성된 실리카 입자;
- [0014] 상기 실리카 입자에 플루오르 단량체를 연결한 플루오르화 실리카 입자;
- [0015] 1 내지 4개의 티올(Thiol)기를 가지는 티올계 화합물;
- [0016] 폴리실록산 단량체;
- [0017] 광개시제; 및
- [0018] 용매;를 포함하고, 하기 화학식 1로 표시되는 양친매성 플루오르화 실리카 하이브리드 소재를 제공한다:

[0019] [화학식 1]



[0020]

[0021]

상기 화학식 1에서,

[0022]

상기 A는 티올(Thiol)기를 1 내지 4개 가지는 티올계 화합물이고,

[0023]

상기 B는 하기 화학식 2로 표시되는 폴리실록산 단량체이고,

[0024]

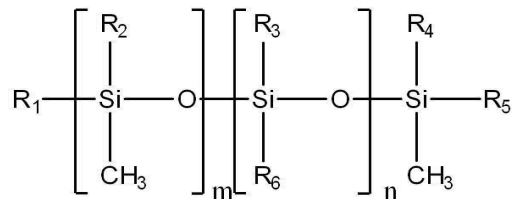
상기 R<sub>1</sub> 내지 R<sub>3</sub>는 각각 독립적으로 탄소수 1 내지 20의 알킬기 또는 탄소수 6 내지 14의 아릴기이고,

[0025]

상기 R<sub>4</sub>는 플루오르기를 갖는 화합물이다:

[0026]

[화학식 2]



[0027]

[0028]

상기 화학식 2에서,

[0029]

상기 R<sub>1</sub>은 탄소수 1 내지 3의 알킬기, -O-(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>Si, -O-(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>Si-CH=CH<sub>2</sub>, -O-Si(C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>)<sub>2</sub>(CH<sub>3</sub>)-CH=CH<sub>2</sub> 또는 -C-Si(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>-O-Si(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>-CH=CH<sub>2</sub> 이고,

[0030]

상기 R<sub>2</sub> 는 비닐기, 탄소수 1 내지 3의 알킬기, 탄소수 6 내지 12의 아릴기 또는 -(CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>-O-CO-C(CH<sub>3</sub>)=CH<sub>2</sub> 이고,

[0031]

상기 R<sub>3</sub>는 비닐기, 탄소수 1 내지 3의 알킬기, 탄소수 6 내지 12의 아릴기 또는 -(CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>-O-CO-CH=CH<sub>2</sub> 이고,

[0032]

상기 R<sub>4</sub> 는 탄소수 1 내지 3의 알킬기 또는 탄소수 6 내지 12의 아릴기이고,

[0033]

상기 R<sub>5</sub> 및 R<sub>6</sub> 은 각각 독립적으로 비닐기 또는 탄소수 1 내지 3의 알킬기이고,

[0034]

n은 1 내지 200,000의 정수이며, m은 1 내지 20,000의 정수이다.

[0035]

상기 다른 목적을 해결하기 위하여 본 발명은,

[0036]

가수분해 및 축합 반응에 의해 생성된 실리카 입자;

[0037]

상기 실리카 입자에 플루오르 단량체를 연결한 플루오르화 실리카 입자;

[0038]

트리메틸올프로판 트리스(3-메르캅토프로피오네이트)(TMPTMP) 또는 펜타에리트리톨 테트라키스(3-메르캅토프로피오네이트)(PETTMP)인 티올계 화합물;

[0039]

(아크릴옥시프로필)메틸실록산 호모폴리머((acryloxypropyl)methylsiloxane homopolymer, APMS) 또는 [4-6%(메타크릴옥시프로필)메틸실록산]디메틸실록산 코폴리머([4-

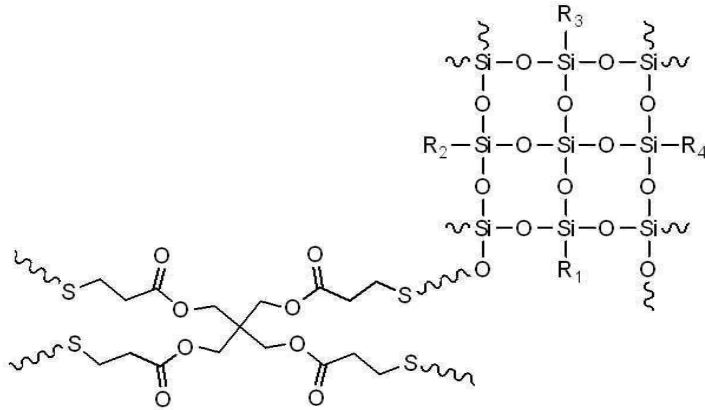


6%(Methacryloxypropyl)methylsioxane]dimethylsiloxane, MAPMS)인 폴리실록산 단량체;

[0040] 광개시제; 및

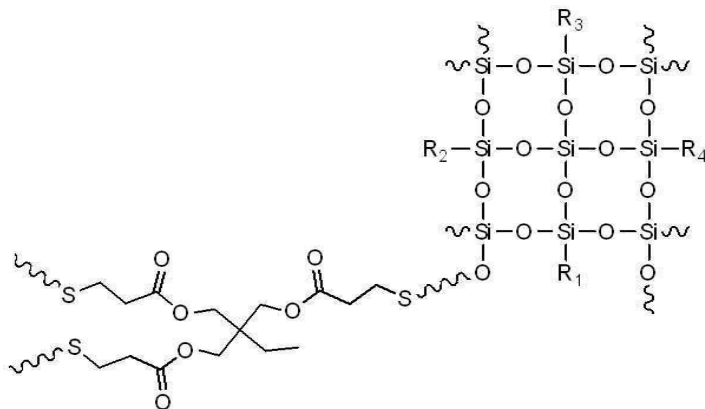
[0041] 용매;를 포함하고, 하기 화학식 5 또는 화학식 6으로 표시되는 양친매성 플루오르화 실리카 하이브리드 소재를 제공한다:

[0042] [화학식 5]



[0043]

[0044] [화학식 6]



[0045]

[0046] 상기 화학식 5 내지 화학식 6에서,

[0047] 상기 R<sub>1</sub> 내지 R<sub>3</sub>는 각각 독립적으로 탄소수 1 내지 20의 알킬기 또는 탄소수 6 내지 14의 아릴기이고,

[0048] 상기 R<sub>4</sub>는 플루오르기를 가지는 화합물이다.

[0049] 상기 또 다른 목적을 해결하기 위하여 본 발명은,

[0050] 용매에 실리카 전구체 및 실리카 단량체를 혼합하여 실리카 입자를 제조하는 제1단계;

[0051] 상기 혼합물에 플루오르 단량체 및 광개시제를 첨가하여 교반하는 제2단계;

[0052] 상기 교반된 결과물에 자외선을 조사하여 실리카 입자 및 플루오르 단량체를 가교하여 플루오르화 실리카 입자를 제조하는 제3단계;

[0053] 상기 플루오르화 실리카 입자에 티올계 화합물 및 폴리실록산 단량체를 첨가하는 제4단계; 및

[0054] 상기 첨가물에 광개시제를 첨가하여 교반하는 제5단계;를 포함하는, 양친매성 플루오르화 실리카 하이브리드 소재의 제조방법을 제공한다.

### 발명의 효과

[0055] 본 발명은 플루오르화 실리카 입자, 티올계 화합물, 폴리실록산 단량체, 광개시제 및 용매를 포함하는 양친매성 플루오르화 실리카 하이브리드 소재를 제공함으로써, 다양한 산업에서 응용되는 코팅 소재의 투명성, 지문

방지, 소수성, 유연성, 오일 방수성 및 방오 특성에 우수한 효과가 있다.

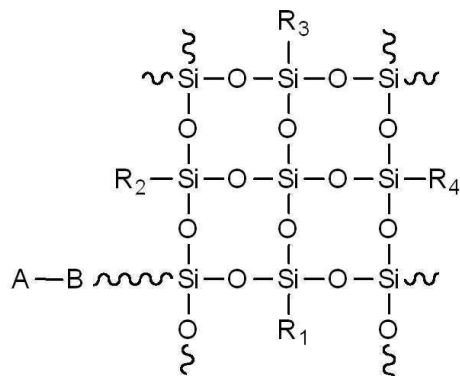
**도면의 간단한 설명**

- [0056] 도 1은 본 발명의 일 실시예에 따른 플루오르화 실리카 제조 화학반응 과정을 나타내었다.
- 도 2는 본 발명의 일 실시예에 따른 양친매성 플루오르화 실리카 하이브리드 소재 제조 화학반응 과정을 나타내었다.
- 도 3은 본 발명의 일 실시예에 따른 실리카 하이브리드 소재 샘플의 투명도를 UV-vis 스펙트럼을 통해 나타낸 그래프이다.
- 도 4는 본 발명의 일 실시예에 따른 코팅 표면의 수분, 유분 및 인조지문 접촉각 결과를 나타낸 사진이다.
- 도 5는 본 발명의 일 실시예 및 비교예에 따른 코팅 표면의 수분, 유분 및 인조지문 접촉각 결과를 나타낸 사진이다.
- 도 6은 본 발명의 일 실시예 및 비교예에 따른 코팅 표면의 지문 제거 테스트 결과를 나타낸 사진이다.
- 도 7은 본 발명의 일 실시예에 따른 코팅된 PET 필름의 유연성 테스트 결과를 나타낸 사진이다.
- 도 8은 본 발명의 일 실시예에 따른 코팅된 유리 표면의 방오 특성을 나타낸 사진이다.

**발명을 실시하기 위한 구체적인 내용**

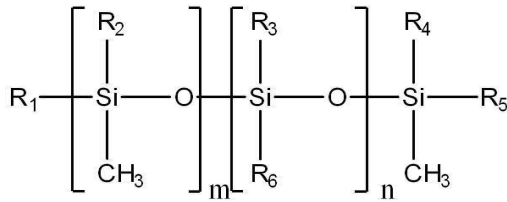
- [0057] 본 명세서에 있어서, 어떤 부분이 어떤 구성요소를 "포함" 한다고 할 때, 이는 특별히 반대되는 기재가 없는 한 다른 구성요소를 제외하는 것이 아니라 다른 구성 요소를 더 포함할 수 있는 것을 의미한다. 그리고 본 명세서에서 사용된 용어는 실시예들을 설명하기 위한 것이며, 본 발명을 제한하고자 하는 것이 아니다. 본 명세서에서 단수형은 문구에서 특별히 언급하지 않는한 복수형도 포함한다.
- [0058] 이하 본 발명에 대하여 보다 상세히 설명한다.
- [0059] 본 발명의 일 측면에 따르면, 가수분해 및 축합 반응에 의해 생성된 실리카 입자; 상기 실리카 입자에 플루오르 단량체를 연결한 플루오르화 실리카 입자; 1 내지 4개의 티올(Thiol)기를 가지는 티올계 화합물; 폴리실록산 단량체; 광개시제; 및 용매;를 포함하고, 하기 화학식 1로 표시되는 양친매성 플루오르화 실리카 하이브리드 소재를 제공한다:

[0060] [화학식 1]



- [0061]
- [0062] 상기 화학식 1에서, A는 티올(Thiol)기를 1 내지 4개 가지는 티올계 화합물이고, B는 하기 화학식 2로 표시되는 폴리실록산 단량체이고, R<sub>1</sub> 내지 R<sub>3</sub>는 각각 독립적으로 탄소수 1 내지 20의 알킬기 또는 탄소수 6 내지 14의 아릴기이고, R<sub>4</sub>는 플루오르기를 갖는 화합물이다:

[0063] [화학식 2]



[0064]

[0065] 상기 화학식 2에서, R<sub>1</sub>은 탄소수 1 내지 3의 알킬기, -O-(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub> Si, -O-(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>Si-CH=CH<sub>2</sub>, -O-Si(C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>) (CH<sub>3</sub>)-CH=CH<sub>2</sub> 또는 -C-Si(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>-O-Si(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>-CH=CH<sub>2</sub> 이고, R<sub>2</sub> 는 비닐기, 탄소수 1 내지 3의 알킬기, 탄소수 6 내지 12의 아릴기 또는 -(CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub> -O-CO-C(CH<sub>3</sub>)=CH<sub>2</sub> 이고, R<sub>3</sub>는 비닐기, 탄소수 1 내지 3의 알킬기, 탄소수 6 내지 12의 아릴기 또는 -(CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>-O-CO-CH=CH<sub>2</sub> 이고, R<sub>4</sub> 는 탄소수 1 내지 3의 알킬기 또는 탄소수 6 내지 12의 아릴기이고, R<sub>5</sub> 및 R<sub>6</sub> 은 각각 독립적으로 비닐기 또는 탄소수 1 내지 3의 알킬기이고, n은 1 내지 200,000의 정수이며, m은 1 내지 20,000의 정수이다.

[0066] 알킬기(alkyl group)는 사슬모양 또는 지방족 포화 탄화수소로부터 수소원자가 하나 제거되어 C<sub>n</sub>H<sub>2n+1</sub>의 일반식으로 표시되는 원자단이다. 메틸(CH<sub>3</sub>-), 에틸(C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>-), 프로필(C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>-), 부틸(C<sub>4</sub>H<sub>9</sub>-), 펜틸(C<sub>5</sub>H<sub>11</sub>-), 헥실(C<sub>6</sub>H<sub>13</sub>-), 헵틸(C<sub>7</sub>H<sub>15</sub>-), 옥틸(C<sub>8</sub>H<sub>17</sub>-), 노닐(C<sub>9</sub>H<sub>19</sub>-), 데실(C<sub>10</sub>H<sub>21</sub>-), 운데실(C<sub>11</sub>H<sub>23</sub>-), 도데실(C<sub>12</sub>H<sub>25</sub>-), 트리데실(C<sub>13</sub>H<sub>27</sub>-), 테트라데실(C<sub>14</sub>H<sub>29</sub>-), 펜타데실(C<sub>15</sub>H<sub>31</sub>-), 헥사데실(C<sub>16</sub>H<sub>33</sub>-), 헵타데실(C<sub>17</sub>H<sub>35</sub>-), 옥타데실(C<sub>18</sub>H<sub>37</sub>-), 노나데실(C<sub>19</sub>H<sub>39</sub>-), 에이코실(C<sub>21</sub>H<sub>41</sub>-) 등이 있다.

[0067] 아릴기(aryl group)는 방향족 탄화수소로부터 수소원자가 하나 제거된 것으로 지방족 탄화수소에서 수소 원자 하나가 제거된 알킬기와 대응된다. 벤젠에서 유도되는 페닐기(C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>-), 축합고리 방향족 화합물인 안트라센과 페난트렌에서 유도되는 안트릴기(C<sub>14</sub>H<sub>9</sub>-)과 페난트릴기(C<sub>14</sub>H<sub>9</sub>-)가 있으며, 벤젠핵이 2개 직접 결합된 화합물인 비페닐에서 유도되는 비페닐기(C<sub>12</sub>H<sub>9</sub>-), 톨루엔에서 유도되는 토릴기(CH<sub>3</sub>C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>-), 나프탈렌에서 유도되는 나프틸(C<sub>10</sub>H<sub>7</sub>-), 크실렌에서 유도되는 크실렌기((CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>C<sub>6</sub>H<sub>3</sub>-)등이 있다.

[0068] 티올계 화합물은 2,2' -(에틸렌디옥시)디에탄티올(2,2' -(Ethylenedioxy)diethanethiol), 1,6-헥산디티올(1,6-Hexanedithiol), 2,5-헥산디티올(2,5-Hexanedithiol), 벤젠-1,4-디티올(Benzene-1,4-dithiol), 1,3-프로판디티올(1,3-Propanedithiol), 1,2-에탄디티올(1,2-Ethanedithiol), 트리메틸올프로판 트리스(3-메르캅토프로피오네이트)(Trimethylolpropane tris(3-mercaptopropionate), TMPMP), 펜타에리트리톨 테트라키스(3-메르캅토프로피오네이트)(Pentaerythritol tetrakis(3-mercaptopropionate), PETTMP) 및 이들의 혼합물로 이루어진 군으로부터 선택되는 어느 하나인 것이 바람직하다.

[0069] 티올계 화합물은 SH기 즉, 티올기를 갖는 화합물로 환원력이 있으며, 스스로는 산화되어 이황화결합(S-S 결합)을 갖는 화합물이 되는 특성이 있다. 티올기를 많이 가지는 화합물일 수록 소수성과 소유성 특성이 높아진다.

[0070] 티올계 화합물 중 트리메틸올프로판트리스 및 펜타에리트리톨 테트라키스는 OH의 산소를 황으로 대체한 SH기로서 1가의 치환기인 메르캅토기를 가지는 화합물로서 코팅 필름의 발수성 및 소유성을 향상시켜주는 역할을 한다.

[0071] 티올기는 =CH<sub>n</sub> 과 같은 알켄기와 함께 광(햇빛, UV light 등) 아래에서 별도의 처리가 없어도 빠르고 쉽게 결합을 할 수 있으므로 코팅소재의 제조가 용이하다.

[0072] 실록산은 Si-O 결합(실록산 결합)을 포함한 화합물 중 규소, 산소, 수소로 되어 있는 화합물을 총칭하며 이러한 실록산 결합의 연쇄를 폴리실록산이라 한다. 또한, 폴리실록산은 실록산 결합을 갖는 고분자 화합물의 총칭이기도 하다. 실록산 결합은 그 결합각이 유연하여 탄성이 좋으며, 이 결합으로 생성된 화합물은 부드럽고 유연하며 탄성이 크므로 여러 용도로 사용할 수 있다.

[0073] 폴리실록산 단량체(APMS, MAPMS)에 포함되어 있는 실록산은 소재의 내구성을 향상 시킬 수 있으며, 단량체 말단에 포함 되어있는 메틸 그룹은 비극성기로 소수성 특성을 가진다.

[0074] 삭제

[0075] 삭제

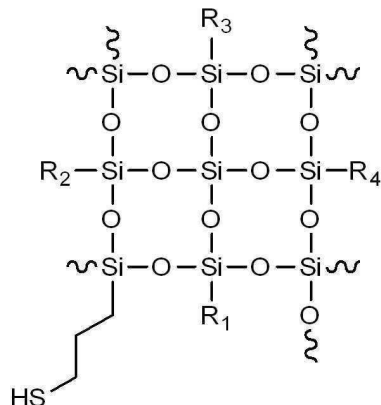
[0076] 삭제

[0077] 삭제

[0078] 본 발명에서 실리카 입자는 유기 또는 무기 산화물의 분체 조제법 중 하나인 졸-겔(sol-gel)방법을 통한 가수분해 반응과 축합 반응에 의해 생성될 수 있다. 졸-겔 반응은 가수분해하여 얻어지는 졸을 탈용매한 후 추가적인 반응을 통하여 건조 겔을 생성하는 반응이다. 이 반응에 의해 생성된 실리카 입자의 표면에 플루오르 단량체를 연결하여 플루오르화 실리카 입자를 제조할 수 있다.

[0079] 본 발명의 플루오르화 실리카 입자는 하기 화학식 4로 표시될 수 있다.

[0080] [화학식 4]



[0081]

[0082] 상기 화학식 4에서, R<sub>1</sub> 내지 R<sub>3</sub>는 각각 독립적으로 탄소수 1 내지 20의 알킬기 또는 탄소수 6 내지 14의 아릴기 이고, R<sub>4</sub>는 플루오르기를 갖는 화합물이다.

[0083] 바람직하게 플루오르 단량체는 말단에 C=C 이중 결합을 포함하는 플루오르기를 갖는 화합물 또는 말단에 SiOCH<sub>3</sub>를 포함하는 플루오르기를 갖는 화합물일 수 있다.

[0084] 본 발명에서는 UV 경화성 티올기 및 실록산을 포함하는 아크릴계 유기화합물 즉, 티올계 화합물과 폴리실록산 단량체 혼합된 유기화합물을 플루오르화 실리카 입자와 혼합하여 경도와 투명성이 우수하며 내열성, 지문 방지 및 오염방지 특성을 가진 하이브리드 소재를 제조할 수 있다.

[0085] 또한, 본 발명의 하이브리드 소재는 소량의 플루오르기 함량으로 높은 양친매성(소수성 및 소유성) 특성을 가질 수 있으며, 유기화합물 내 적절히 분산된 실리카 입자에 의해 경도와 투명성이 크게 향상될 수 있다.

[0086] 광개시제는 플루오르화 실리카 입자, 티올계 화합물 및 폴리실록산 단량체 혼합물의 총 중량 대비 0.1 내지 2.0 중량% 포함되는 것이 바람직하다.

[0087] 광개시제는 실리카 입자의 SH기 및 플루오르 단량체의 =CH<sub>2</sub>를 가교하며, 티올계 화합물의 티올기 및 폴리실록산 단량체의 =CH<sub>2</sub>를 가교하여 투명성이 높고, 경도와 지문 방지 코팅 특성이 우수한 고분자를 제조할 수 있도록 한다.

[0088] 광개시제로는 benzoin, benzoin methyl ether, benzoin ethyl ether, benzoin isopropyl ether, benzoin isobutyl ether, benzophenone, benzyl ketone, 2-chloro-thioxanthone, 2,4-diethyl-thioxanthone,

diethoxyacetophenone, benzyl methyl ketal, 2-hydroxy-2-methyl-1-phenyl-1-propanone 등이 사용될 수 있다.

[0089] 용매는 톨루엔(Toluene), 아세톤(Acetone), 아세토나이트릴(Acetonitrile), 에틸 아세테이트(Ethyl acetate), 디메틸아세트아미드(Dimethylacetamide) 및 이들의 혼합물로 이루어진 군으로부터 선택되는 어느 하나인 것이 바람직하다.

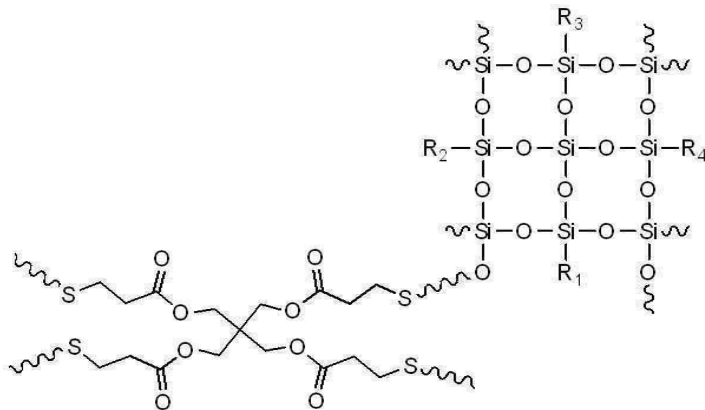
[0090] 용매는 플루오르화 실리카 입자, 티올계 화합물 및 폴리실록산 단량체와 극성이 맞아 용해가 잘 되는 특성이 있다. 용매에 재료가 충분히 잘 용해되어야 반응이 용이하며, 코팅 시에 응고물이 없이 깨끗하고 투명도 높은 표면을 얻을 수 있다.

[0091] 용매 중 에틸 아세테이트는 아세트산과 에탄올에 소량의 황산을 가한 후 가열 증류하면 생성된다. 각종 유기물을 녹이는 힘이 강하므로, 유기화합물을 합성하는 원료로서 중요하며, 용제로서 널리 사용된다. 또한, 향료로서 과즙 및 과자 등에 쓰이고, 일반 유기용매에 비해 독성이 낮아 환경규제 대상에도 포함되지 않으며, 안티피린 및 아타브린 등 의약 원료 또는 의약 제제로서도 사용될 수 있다.

[0092] 에틸 아세테이트는 비점이 알코올류 유기용매(에탄올, 메탄올 등)와 유사한 77 ° C 로 비교적 낮으며 이로 인해 경화가 빠르게 일어나므로 다양한 소재에 코팅 후 용매 제거가 용이하다. 또한, 티올계 화합물과 폴리실록산 단량체의 결합 시 높아질 수 있는 점도를 조절하는 역할로서 사용될 수 있다.

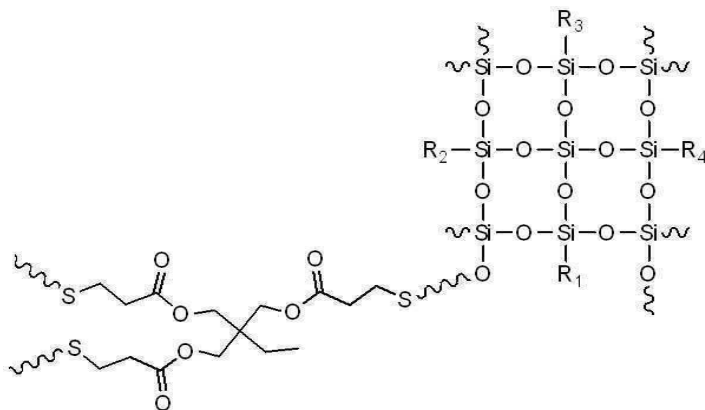
[0093] 본 발명의 다른 측면에 따르면, 가수분해 및 축합 반응에 의해 생성된 실리카 입자; 상기 실리카 입자에 플루오르 단량체를 연결한 플루오르화 실리카 입자;트리메틸올프로판 트리스(3-메르캅토프로피오네이트)(TMPTMP) 또는 펜타에리트리톨 테트라키스(3-메르캅토프로피오네이트)(PETTMP)인 티올계 화합물; (아크릴옥시프로필)메틸실록산 호모폴리머((acryloxypropyl)methylsiloxane homopolymer, APMS) 또는 [4-6%(메타크릴옥시프로필)메틸실록산]디메틸실록산 코폴리머([4-6%(Methacryloxypropyl)methylsiloxane]dimethylsiloxane, MAPMS)인 폴리실록산 단량체; 광개시제; 및 용매;를 포함하고, 하기 화학식 5 또는 화학식 6으로 표시되는 양친매성 플루오르화 실리카 하이브리드 소재를 제공한다:

[0094] [화학식 5]



[0095]

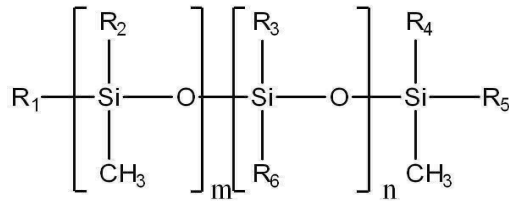
[0096] [화학식 6]



[0097]

- [0098] 상기 화학식 5 내지 화학식 6에서, R<sub>1</sub> 내지 R<sub>3</sub>는 각각 독립적으로 탄소수 1 내지 20의 알킬기 또는 탄소수 6 내지 14의 아릴기이고, R<sub>4</sub>는 플루오르기를 가지는 화합물이다.
- [0099] 티올계 화합물 중 트리메틸올프로판트리스 및 펜타에리트리톨 테트라키스는 OH의 산소를 황으로 대체한 SH기로서 1가의 치환기인 메르캡토기를 가지는 화합물로서 코팅 필름의 발수성 및 소수성을 향상시켜주는 역할을 한다.
- [0100] 폴리실록산 단량체(APMS, MAPMS)에 포함되어 있는 실록산은 소재의 내구성을 향상 시킬 수 있으며, 단량체 말단에 포함 되어있는 메틸 그룹은 비극성기로 소수성 특성을 가진다.
- [0101] 광개시제는 실리카 입자의 SH기 및 플루오르 단량체의 =CH<sub>2</sub>를 가교하며, 티올계 화합물의 티올기 및 폴리실록산 단량체의 =CH<sub>2</sub>를 가교하여 투명성이 높고, 경도와 지문 방지 코팅 특성이 우수한 고분자를 제조할 수 있도록 한다.
- [0102] 광개시제로는 benzoin, benzoin methyl ether, benzoin ethyl ether, benzoin isopropyl ether, benzoin isobutyl ether, benzophenone, benzyl ketone, 2-chloro-thioxanthone, 2,4-diethyl-thioxanthone, diethoxyacetophenone, benzyl methyl ketal, 2-hydroxy-2-methyl-1-phenyl-1-propanone 등이 사용될 수 있다.
- [0103] 용매는 톨루엔(Toluene), 아세톤(Acetone), 아세토나이트릴(Acetonitrile), 에틸 아세테이트(Ethyl acetate), 디메틸아세트아미드(Dimethylacetamide) 및 이들의 혼합물로 이루어진 군으로부터 선택되는 어느 하나인 것이 바람직하다.
- [0104] 용매는 플루오르화 실리카 입자, 티올계 화합물 및 폴리실록산 단량체와 극성이 맞아 용해가 잘 되는 특성이 있다. 용매에 재료가 충분히 잘 용해되어야 반응이 용이하며, 코팅 시에 응고물이 없이 깨끗하고 투명도 높은 표면을 얻을 수 있다.
- [0105] 본 발명의 또 다른 측면에 따르면, 용매에 실리카 전구체 및 실리카 단량체를 혼합하여 실리카 입자를 제조하는 제1단계; 상기 혼합물에 플루오르 단량체 및 광개시제를 첨가하여 교반하는 제2단계; 상기 교반된 결과물에 자외선을 조사하여 실리카 입자 및 플루오르 단량체를 가교하여 플루오르화 실리카 입자를 제조하는 제3단계; 상기 플루오르화 실리카 입자에 티올계 화합물 및 폴리실록산 단량체를 첨가하는 제4단계; 및 상기 첨가물에 광개시제를 첨가하여 교반하는 제5단계;를 포함하는, 양친매성 플루오르화 실리카 하이브리드 소재의 제조방법을 제공한다.
- [0106] 티올계 화합물은 2,2'-(에틸렌디옥시)디에탄티올(2,2'-(Ethylenedioxy)diethanethiol), 1,6-헥산디티올(1,6-Hexanedithiol), 2,5-헥산디티올(2,5-Hexanedithiol), 벤젠-1,4-디티올(Benzene-1,4-dithiol), 1,3-프로판디티올(1,3-Propanedithiol), 1,2-에탄디티올(1,2-Ethanedithiol), 트리메틸올프로판 트리스(3-메르캡토프로피오네이트)(Trimethylolpropane tris(3-mercaptopropionate), TMPTMP), 펜타에리트리톨 테트라키스(3-메르캡토프로피오네이트)(Pentaerythritol tetrakis(3-mercaptopropionate, PETTMP)) 및 이들의 혼합물로 이루어진 군으로부터 선택되는 어느 하나일 수 있다.
- [0107] 티올계 화합물은 SH기 즉, 티올기를 갖는 화합물로 환원력이 있으며, 스스로는 산화되어 이황화결합(S-S 결합)을 갖는 화합물이 되는 특성이 있다. 티올기를 많이 가지는 화합물일 수록 소수성과 소수성 특성이 높아진다.
- [0108] 티올계 화합물 중 트리메틸올프로판트리스 및 펜타에리트리톨 테트라키스는 OH의 산소를 황으로 대체한 SH기로서 1가의 치환기인 메르캡토기를 가지는 화합물로서 코팅 필름의 발수성 및 소수성을 향상시켜주는 역할을 한다.
- [0109] 본 발명의 폴리실록산 단량체는 하기 화학식 2로 표시될 수 있다.

[0110] [화학식 2]



[0111]

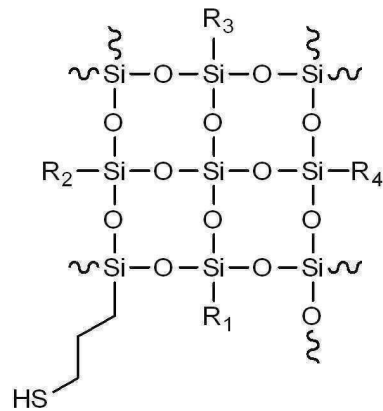
[0112] 상기 화학식 2에서, R<sub>1</sub>은 탄소수 1 내지 3의 알킬기, -O-(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>Si, -O-(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>Si-CH=CH<sub>2</sub>, -O-Si(C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>)(CH<sub>3</sub>)-CH=CH<sub>2</sub> 또는 -C-Si(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>-O-Si(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>-CH=CH<sub>2</sub> 이고, R<sub>2</sub>는 비닐기, 탄소수 1 내지 3의 알킬기, 탄소수 6 내지 12의 아릴기 또는 -(CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>-O-CO-C(CH<sub>3</sub>)=CH<sub>2</sub> 이고, R<sub>3</sub>는 비닐기, 탄소수 1 내지 3의 알킬기, 탄소수 6 내지 12의 아릴기 또는 -(CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>-O-CO-CH=CH<sub>2</sub> 이고, R<sub>4</sub>는 탄소수 1 내지 3의 알킬기 또는 탄소수 6 내지 12의 아릴기이고, R<sub>5</sub> 및 R<sub>6</sub>은 각각 독립적으로 비닐기 또는 탄소수 1 내지 3의 알킬기이고, n은 1 내지 200,000의 정수이며, m은 1 내지 20,000의 정수이다.

[0113] 용매는 톨루엔(Toluene), 아세톤(Acetone), 아세토나이트릴(Acetonitrile), 에틸 아세테이트(Ethyl acetate), 디메틸아세트아미드(Dimethylacetamide) 및 이들의 혼합물로 이루어진 군으로부터 선택되는 어느 하나일 수 있다.

[0114] 용매는 플루오르화 실리카 입자, 티올계 화합물 및 폴리실록산 단량체와 극성이 맞아 용해가 잘 되는 특성이 있다. 용매에 재료가 충분히 잘 용해되어야 반응이 용이하며, 코팅 시에 응고물이 없이 깨끗하고 투명도 높은 표면을 얻을 수 있다.

[0115] 본 발명의 플루오르화 실리카 입자는 하기 화학식 4로 표시될 수 있다.

[0116] [화학식 4]



[0117]

[0118] 상기 화학식 4에서, R<sub>1</sub> 내지 R<sub>3</sub>는 각각 독립적으로 탄소수 1 내지 20의 알킬기 또는 탄소수 6 내지 14의 아릴기 이고, R<sub>4</sub>는 플루오르기를 갖는 화합물이다.

[0119] 이하 하기 실시예에 의하여 본 발명을 더욱 상세하게 설명하고자 한다. 단 하기 실시예는 본 발명을 예시하기 위한 것으로 본 발명의 범위가 실시예에 의해 한정되는 것은 아니다. 본 발명의 개시가 완전하도록 하며, 본 발명이 속하는 기술 분야에서 통상의 지식을 가진 자에게 발명의 범주를 완전하게 알려주기 위해 제공되는 것이다.

[0121] <실시예>

[0122] 실시예 1. 플루오르화 실리카의 제조

[0123] 질소로 치환한 에틸아세트산 5 mL에 0.1 M HCl을 첨가하여 pH를 3.5로 맞춘 후, 졸-겔 반응을 통한 hydrolysis 반응을 위해 H<sub>2</sub>O 4.0 mmol 을 혼합하고 교반하였다. 혼합물이 담긴 4개의 플라스크에 trimethoxymethylsilane (TMMS), hexadecyltrimethoxysilane (HDTMS), trimethoxyphenylsilane(TMPS) 및 Isobutyl(trimethoxy)silane

(BTMS)를 1 mmol씩 각각 첨가하고 상온에서 교반한 후, 실란 개시제로서 (3-mercaptopropyl)trimethoxysilan (MPTMS) 1.5 mmol을 각 플라스크마다 첨가한 후 24 ~ 48 시간 정도 질소 존재하에 상온에서 교반하였다. 반응 이후 획득한 실록산 용액에 3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8,8,9,9,10,10,11,11,12,12-heneicosafuorododecyl acrylate (HFA) 0.1 mmol 및 광개시제로서 benzoin ethyl ether (BEE) 1 wt%를 플라스크마다 첨가하였다. 상기 반응으로 형성된 실록산 용액 내에 포함된 실리카 표면에 존재하는 -SH (실퍼그룹) 과 HFA 모노머에 포함된 =CH<sub>2</sub> 그룹은 UV 광 (파장 365 nm) 아래에서 광 광도에 따라 수 초에서 1시간 이내 가교를 통해 연결되게 되며, 실리카 입자에 플루오르기가 도입 된 플루오르화 실리카 입자를 얻을 수 있게 된다. 이때, 가교 시간은 UV 램프 강도 1kw에서 5초 이내, 3 2w에서 1시간 이내 소요된다.

[0125] 실시예 2. 양친매성 플루오르화 실리카 하이브리드 소재 제조

[0126] 상기 실시예 1에서 제조한 플루오르화 실리카에 pentacrythritol tetrakis(3-mercaptopropionate) (PETTMP) 1.861 mmol 을 첨가하고 질소 존재하에 상온에서 교반한 후, (acryloxypropyl)methylsiloxane (APMS) 0.0014 mmol을 아주 천천히 첨가하였으며, 광개시제로서 BEE 1 wt.%를 첨가하였다. 질소 존재하에 상온에서 2시간 교반 하여 UV 경화가 가능한 플루오르화 실리카 하이브리드 소재를 획득하였다.

[0127] 명세서 상 기재된 용이하게 하기 위하여 trimethoxymethylsilane (TMMS)를 사용하여 제조한 하이브리드 소재 샘플을 No.1, hexadecyltrimethoxysilane (HDTMS)를 사용하여 제조한 하이브리드 소재 샘플을 No.2, trimethoxyphenylsilane(TMPS)를 사용하여 제조한 하이브리드 소재 샘플을 NO.3 및 Isobutyl(trimethoxy)silane (BTMS)를 사용하여 제조한 하이브리드 소재 샘플을 NO.4로 명명한다.

[0128]

[0129] 실시예 3. 실리카 하이브리드 소재의 투명도 측정

[0130] 샘플 No.1 내지 No.4를 UV 가교한 후 투명도를 UV-vis 스펙트럼을 이용하여 200 nm - 800 nm 범위의 가시광선 영역에서 확인하였다.

[0132] 실시예 4. 실리카 하이브리드 소재의 수분, 유분 및 인조지문 접촉각 측정

[0133] 샘플 No.1 내지 No.4의 친수성 및 소수성을 확인하기 위하여 각 샘플로 유리기판을 코팅한 후 수분 접촉각, 유분 접촉각 및, 인조지문 접촉각을 측정하였다.

[0134] 인조지문 용액은 인조 땀 용액 (lactic acid 3 ml/L, acetic acid 5 ml/L, sodium chloride 10 g/L, sodium hydrogen phosphate 10 g/L 및 DI water 1L의 혼합 용액)과 1-methoxy-2-propanol 및 hydroxyl terminated polydimethylsiloxane을 중량비로 3:3:4 비율로 혼합하여 인조 지문 용액을 제조하였다.

[0136] 실시예 5. 실리카 하이브리드 소재 코팅 표면의 지문 제거 테스트

[0137] 샘플 No.1을 유리기판에 코팅하여 실제 지문을 표면에 찍고 이를 지우는 테스트를 실행하였다.

[0139] 실시예 6. 실리카 하이브리드 소재의 유연성 테스트

[0140] 샘플 No.1을 PET 필름에 코팅한 후 유연성 테스트를 실행하였다.

[0142] 실시예 7. 실리카 하이브리드 소재의 방오 테스트

[0143] 샘플 No.1을 유리기판에 코팅한 후 흡과 물을 뿌려 방오 특성을 확인하였다.

[0145] 비교예 1. 종래 코팅 소재의 수분 접촉각 및 유분 접촉각 측정

[0146] 종래 코팅소재의 친수성 및 소수성을 확인하기 위하여 시중에 판매되고 있는 지문 방지 필름을 구입하여 각각 유리기판을 코팅한 후 수분 접촉각, 유분 접촉각 및, 인조지문 접촉각을 측정하였다. 인조지문 용액은 인조 땀 용액, 1-methoxy-2-propanol 및 hydroxyl terminated polydimethylsiloxane을 3 : 3 : 4 중량비로 혼합하여 인조 지문 용액을 제조하였다.

[0148] 비교예 2. 종래 코팅 소재의 지문제거 테스트

[0149] 종래 코팅소재를 유리기판에 코팅하여 실제 지문을 표면에 찍고 이를 지우는 테스트를 실행하였다.

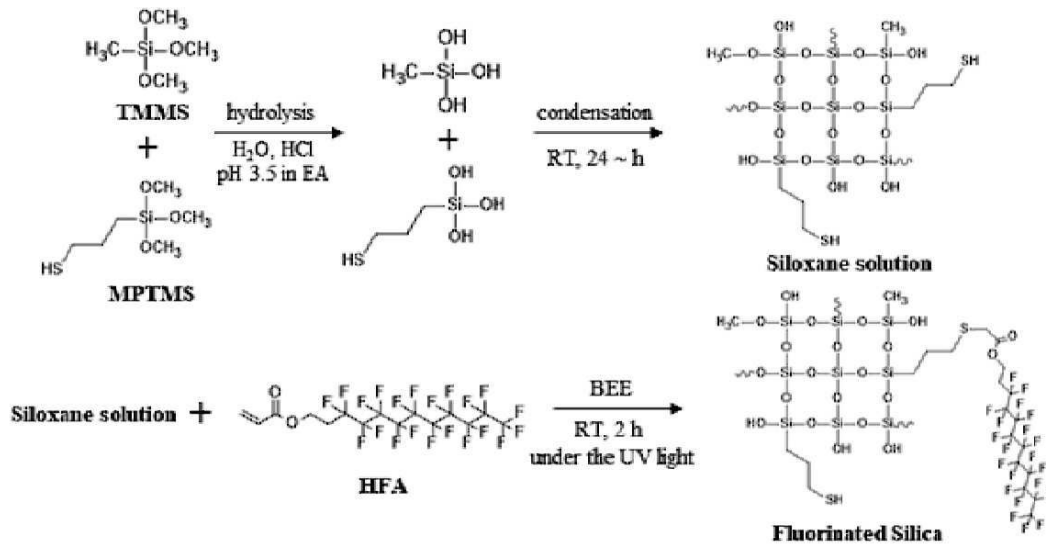
[0151] <평가 및 결과>



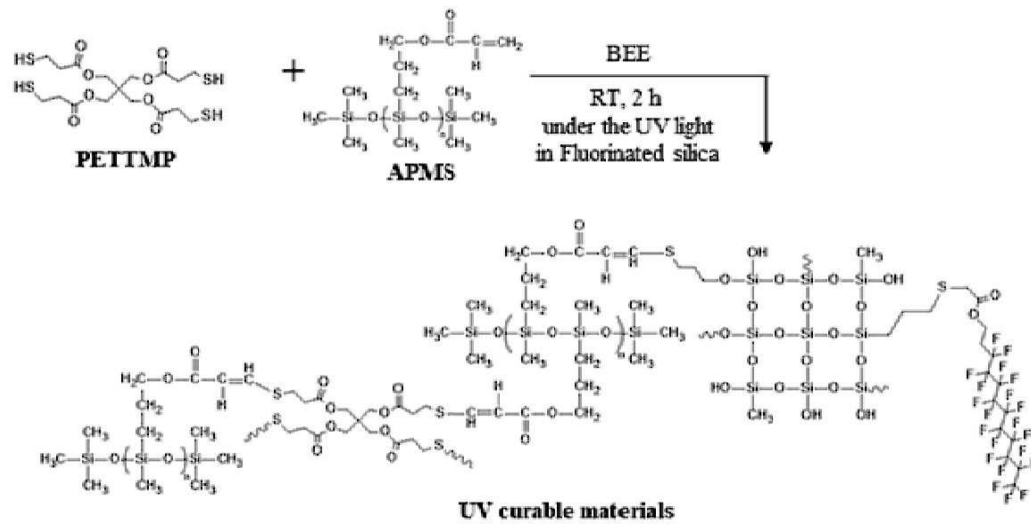
- [0152] 결과 1. 양친매성 플루오르화 실리카 하이브리드 소재 제조
- [0153] 실시예 1 내지 2에 따라 플루오르기를 포함하는 실리카 하이브리드 소재를 합성 및 제조하였으며, trimethoxymethylsiane (TMMS)를 포함하는 플루오르화 실리카 하이브리드 소재 제조 화학반응 과정 및 합성된 화합물을 도 1 내지 도 2에 도시하였다.
- [0155] 결과 2. 지문 방지 및 방오 코팅 소재의 투명도 확인
- [0156] 샘플 No.1 내지 No.4의 투명도를 확인해 본 결과를 도 3에 도시하였다. 그 결과, 모든 샘플에서 97 % 이상의 아주 높은 투명도를 확인하였다.
- [0158] 결과 3. 코팅 표면의 수분, 유분 및 인조지문 접촉각 측정
- [0159] 샘플 No.1 내지 No.4의 수분, 유분, 인조지문 접촉각을 측정한 결과를 도 4에 도시하였다. 그 결과, 샘플 No.1에서 수분 접촉각 135°, 유분 접촉각 100° 및 인조지문 접촉각 102° 로 가장 우수한 양친매성 특성을 나타내었다.
- [0160] 실시예에서 가장 우수한 소수성 및 소유성을 나타낸 샘플 No.1과 종래 코팅소재를 코팅한 유리기관에서 수분, 유분 및 인조지문 접촉각을 측정한 결과를 도 5에 도시하였다. 그 결과, 샘플 No.1에서 각각의 접촉각이 가장 컸으며, 이는 양친매성 특성이 종래 코팅 소재들 보다 우수함을 확인할 수 있었다.
- [0162] 결과 4. 코팅 표면의 지문 제거 테스트
- [0163] 샘플 No.1을 코팅한 유리 표면과 종래 코팅소재로 코팅한 유리 표면 및 표면에 아무 처리를 하지 않은 일반 유리 표면에 실제 지문을 찍어 제거하는 테스트를 실행한 결과를 도 6에 도시하였다.
- [0164] 그 결과, 지문을 찍었을 때, 일반 유리 표면과 프로젝트램사의 2 종류의 필름으로 코팅된 유리 표면에 비해 3M사 및 샘플 No.1으로 코팅된 유리 표면에서 지문이 열게 찍히는 것을 확인할 수 있었다.
- [0165] 또한, 찍힌 지문을 휴지를 이용하여 1회 제거한 경우는 모든 코팅 표면에서 지문이 남아 있었으나, 5회 반복하여 제거한 경우, No.1이 코팅된 유리 표면에서 지문이 가장 많이 제거된 것을 확인할 수 있었다.
- [0166] 마지막으로 5회 더 반복하여 총 10회 제거한 경우, 3M사 및 No.1으로 코팅된 유리 표면에서 지문이 가장 많이 제거되었다.
- [0168] 결과 5. 실리카 하이브리드 소재의 유연성 테스트
- [0169] 샘플 No.1을 PET 필름에 코팅한 후 유연성 테스트를 실행한 결과를 도 7에 도시하였다. 그 결과, 유연성이 뛰어난 고분자 필름 중 하나인 PET 필름에 코팅하였음에도 그 유연성을 계속 유지하면서도 변화없이 높은 투명도를 보이는 것을 확인할 수 있었다.
- [0171] 결과 6. 실리카 하이브리드 소재의 방오 테스트
- [0172] 샘플 No.1을 유리기관에 코팅한 후 흠과 물을 뿌려 방오 특성을 확인한 결과를 도 8에 도시하였다. 그 결과, 샘플 No.1으로 코팅된 부분은 소수성과 소유성을 가지게 되어 흠과 같은 이물질이 묻더라도 물로 세척 시 깔끔하게 세척되는 것을 확인할 수 있었다.

도면

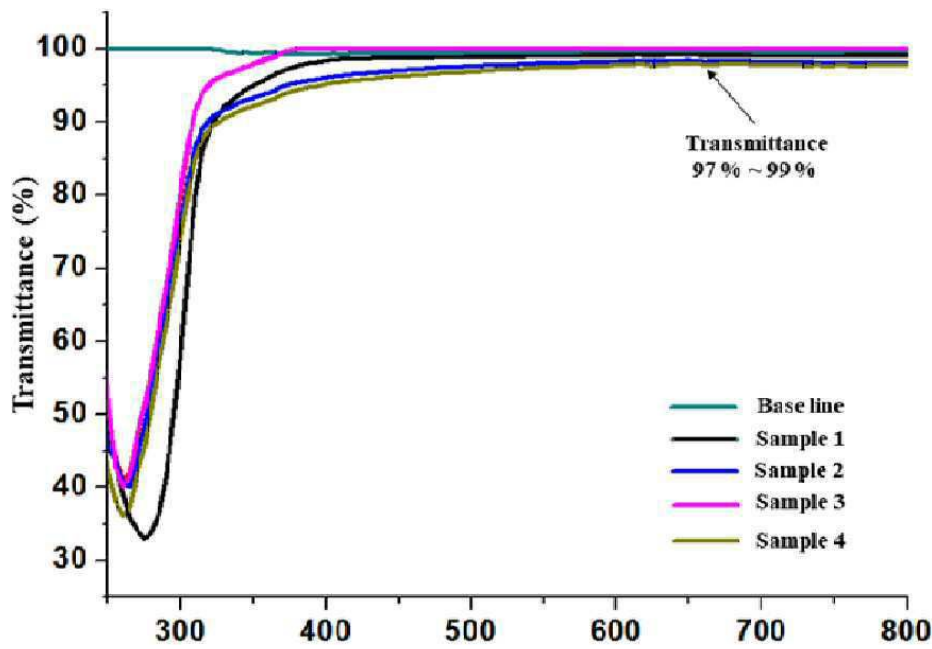
도면1



도면2



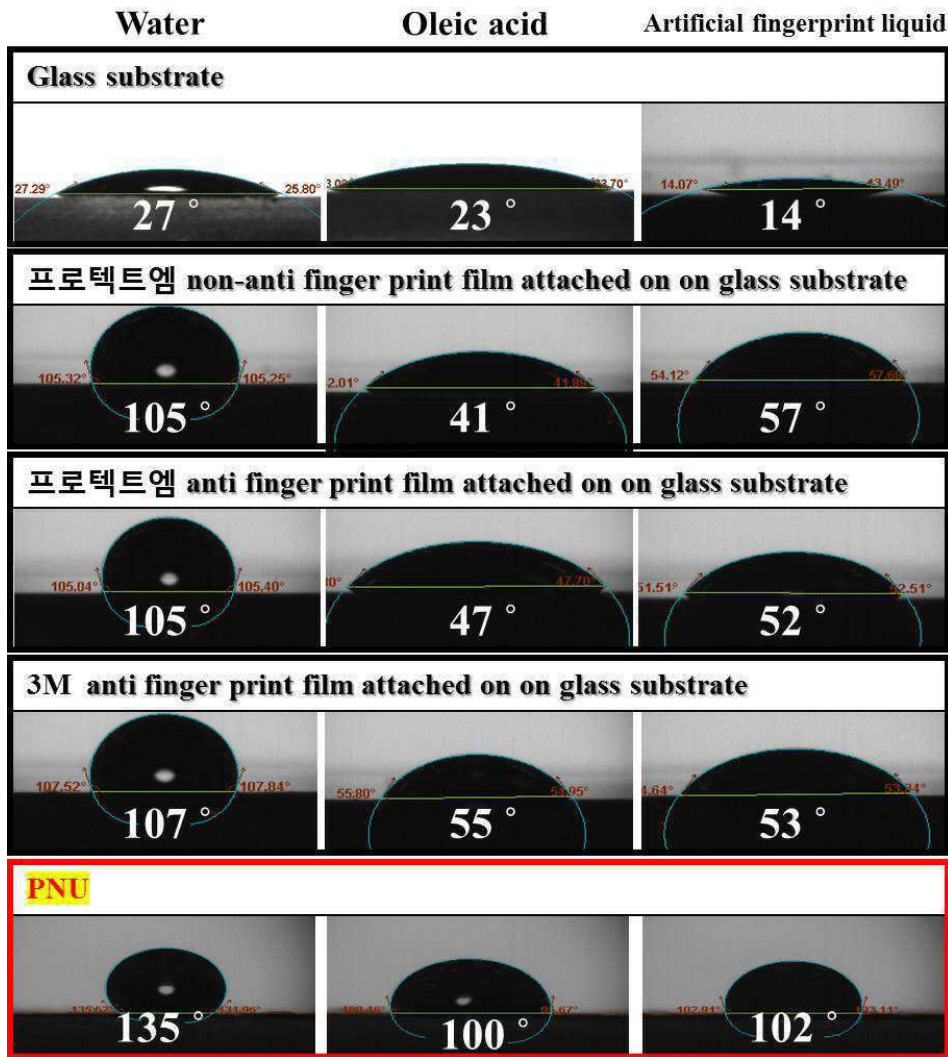
도면3



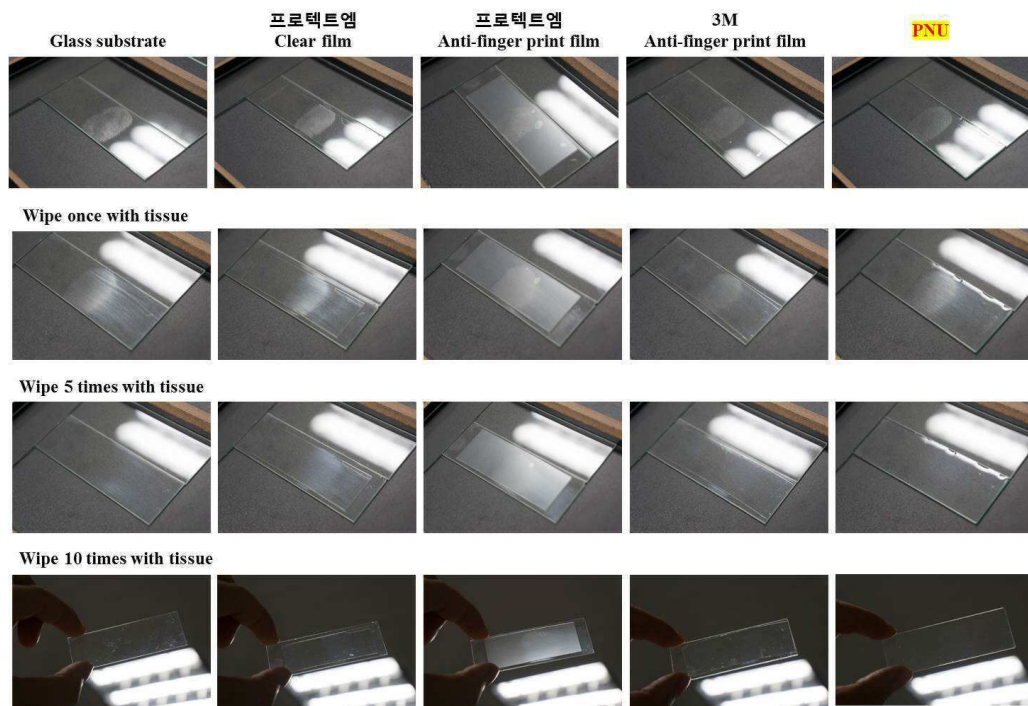
도면4

R	Water contact angle	Oil contact angle	Artificial finger print contact angle
<b>Sample : 1</b> <chem>COSi(COC)C</chem> Trimethoxymethylsilane	135°	100°	102°
<b>Sample : 2</b> <chem>CCCCCCCCCCCCCCCCOSi(COC)C</chem> Hexadecyltrimethoxysilane	107°	77°	74°
<b>Sample : 3</b> <chem>c1ccc(cc1)OSi(COC)C</chem> Trimethoxyphenylsilane	103°	75°	55°
<b>Sample : 4</b> <chem>CC(C)COSi(COC)C</chem> Isobutyl(trimethoxy)silane	103°	30°	60°

도면5



도면6



도면7



도면8

