



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2021년08월31일
(11) 등록번호 10-2296571
(24) 등록일자 2021년08월26일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C09D 5/16 (2006.01) C08J 3/00 (2006.01)
C09D 1/00 (2020.01) C09D 7/00 (2018.01)
C09K 3/18 (2006.01)
(21) 출원번호 10-2014-0163101
(22) 출원일자 2014년11월21일
심사청구일자 2019년11월06일
(65) 공개번호 10-2016-0060913
(43) 공개일자 2016년05월31일
(56) 선행기술조사문헌
KR101406116 B1*
(뒷면에 계속)

(73) 특허권자
한국전기연구원
경상남도 창원시 성산구 전기의길 12(성주동)
(72) 발명자
이대호
경상남도 창원시 성산구 원이대로883번길 11-21,
101동 308호 (가음동, 한국센트랄아파트)
한세원
경상남도 창원시 성산구 삼정자로 79, 114동 301
호(성주동, 유니온빌리지아파트)
정진
부산광역시 동래구 아시아드대로 234, 104동 204
호 (온천동, 반도보라스카이뷰아파트)
(74) 대리인
특허법인부경

전체 청구항 수 : 총 5 항

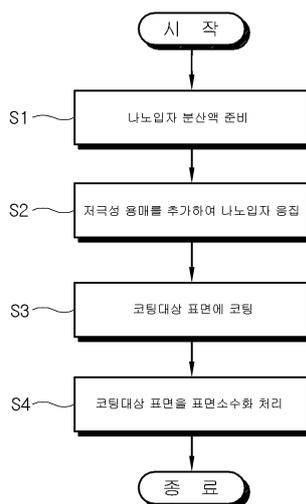
심사관 : 허순욱

(54) 발명의 명칭 **졸겔 나노입자 분산용매의 유전상수 조절을 통한 입자응집 제어 및 이에 의한 초발수 표면 제조방법**

(57) 요약

본 발명은, 초발수 표면 제조방법에 있어서, 나노입자 분산액을 준비하는 단계와; 상기 나노입자 분산액에 유전상수(Solvent relative permittivity, ϵ) 20 이하의 용매 추가를 통해 상기 나노입자 분산액의 유전상수 값을 조절하여 나노입자를 응집하는 단계와; 응집된 상기 나노입자 분산액을 코팅대상 표면에 코팅하는 단계와; 코팅된 상기 코팅대상 표면을 표면소수화 처리하는 단계를 포함하는 것을 기술적 요지로 한다. 이에 의해 나노입자 분산액의 유전상수를 조절하여 나노입자의 뭉침 정도를 조절하고, 이를 코팅대상 표면에 적용하여 초발수 현상을 일으키는 표면을 얻을 수 있다.

대표도 - 도1



(56) 선행기술조사문헌

WO2012096172 A1

KR1020090089286 A

KR1020130105510 A

KR1020130034928 A

*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

명세서

청구범위

청구항 1

물과 극성 유기용매 하에, 10nm 내지 1 μ m의 직경을 갖는 나노입자를 분산시켜 나노입자 분산액을 준비하는 단계;

상기 나노입자 분산액에 유전상수(Solvent relative permittivity, ϵ) 20 이하의 용매 추가를 통해 상기 나노입자 분산액의 유전상수 값을 조절하여 나노입자를 응집하는 단계;

응집된 상기 나노입자 분산액을 코팅대상 표면에 코팅하는 단계; 및

코팅된 상기 코팅대상 표면을 표면소수화 처리하는 단계;를 포함하고,

상기 나노입자 분산액을 준비하는 단계에서, 상기 나노입자는 졸-겔(Sol-gel) 기법에 의해 형성되고,

상기 나노입자 분산액의 유전상수 값을 조절하여 나노입자를 응집하는 단계는, 상기 나노입자 분산액이 30 이하의 유전상수 값을 갖도록 조절하는 것을 특징으로 하고,

상기 유전상수(Solvent relative permittivity, ϵ) 20 이하의 용매는, 상기 나노입자가 나노 사이즈 및 마이크로 사이즈로 불규칙하게 응집되도록, 유전상수 5 미만의 비극성 용매, 유전상수 5 내지 20의 저극성 용매 및 이의 혼합으로 이루어진 군으로부터 선택되는 것을 특징으로 하고,

상기 비극성 용매는, 톨루엔(Toluene), 자일렌(Xylene), 벤젠(Benzene), 헥산(Hexane), 클로로폼(Chloroform), 카본테트라클로라이드(Carbon tetrachloride) 및 이의 혼합으로 이루어진 군으로부터 선택되며,

상기 저극성 용매는, 이소프로필알콜(Isopropyl alcohol), 부틸알콜(Butyl alcohol), t-부틸알콜(t-Butyl alcohol), 펜틸알콜(Pentyl alcohol), 벤질알콜(Benzyl alcohol) 및 이의 혼합으로 이루어진 군으로부터 선택된 것을 특징으로 하는 초발수 표면 제조방법.

청구항 2

삭제

청구항 3

삭제

청구항 4

삭제

청구항 5

삭제

청구항 6

제 1항에 있어서,

상기 나노입자는 산화실리콘(SiO_2), 산화티타늄(TiO_2), 산화주석(SnO_2), 산화알루미늄(Al_2O_3) 및 이의 혼합으로 이루어진 군으로부터 선택된 것을 특징으로 하는 초발수 표면 제조방법.

청구항 7

삭제

청구항 8

제 1항에 있어서,

상기 나노입자 분산액을 준비하는 단계에서,

상기 극성 유기용매는 메틸알콜(Methyl alcohol), 에틸알콜(Ethyl alcohol), 프로필알콜(Propyl alcohol) 및 이의 혼합으로 이루어진 군으로부터 선택된 것을 특징으로 하는 초발수 표면 제조방법.

청구항 9

제 1항에 있어서,

상기 코팅대상 표면을 표면소수화 처리하는 단계는,

상기 코팅대상 표면을 소수성 실란을 포함하는 소수성 용매에 함침하는 단계와;

질소 분위기 내에서 소수화 반응하는 단계와;

상기 코팅대상 표면을 상기 소수성 용매로부터 꺼내어 세척하는 단계를 포함하는 것을 특징으로 하는 초발수 표면 제조방법.

청구항 10

제 9항에 있어서,

상기 소수성 실란은,

옥타데실트리클로로실란(Octadecyltrichlorosilane), 옥틸트리클로로실란(Octyltrichlorosilane), 헥실트리클로로실란(Hexyltrichlorosilane), 옥타데실트리에톡시실란(Octadecyltriethoxysilane), 옥틸트리메톡시실란(Octyltrimethoxysilane), 헥실트리에톡시실란(Hexyltriethoxysilane), 퍼플루오로옥틸트리에톡시실란(Perfluorooctyltriethoxysilane) 및 이의 혼합으로 이루어진 군으로부터 선택된 것을 특징으로 하는 초발수 표면 제조방법.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 졸겔 나노입자 분산용매의 유전상수 조절을 통한 입자응집 제어 및 이에 의한 초발수 표면 제조방법에 관한 것으로, 더욱 상세하게는 나노입자 분산액의 유전상수를 조절하여 나노입자의 뭉침 정도를 조절하고, 이를 코팅대상 표면에 적용하여 초발수 현상을 일으키는 표면을 얻을 수 있는 초발수 표면 제조방법에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 초발수(Superhydrophobic) 현상은 물방울을 흡수하지 않고 튕겨내는 성질로, 이러한 초발수 현상은 자연에서 연잎효과(Lotus effect)를 통해 그 특징이 알려져 있다. 표면에너지가 낮은 물질이 마이크로 또는 나노 크기의 표면 거칠기를 가지는 것이 이러한 초발수 표면 형성에 매우 중요한 역할을 하는 것으로 이해되고 있으며, 이는 Wenzel 및 Cassie-Baxter 이론 등으로 설명되고 있다. 이후 인공적인 초발수 표면 제조에 관하여 졸-겔(Sol-gel) 기법, 물리적 증착법(Physical vapor deposition), 템플레이트(Template) 기반 기술, 리소그래피(Lithography), 전기방사법(Electrospinning) 등과 같이 다양한 방법에 대해 수많은 연구가 이루어지고 있다. 많은 경우 복잡한 공정을 거치거나, 고가의 특수한 물질을 사용하거나, 고가의 장비를 사용하는 데 비하여, 졸-겔에 기반한 방법은 상대적으로 저가의 단순한 공정을 통하여 다양하게 이용될 수 있기 때문에 많은 관심을 받고 있다. 졸-겔 나노입자를 이용하여 초발수 표면을 제조하는 방법으로는, 고분자 혼합, 응집제를 별도로 투입, 자기정렬(Self-assembly) 이용 또는 반복코팅 등과 같은 방법이 알려져 있다.

[0003] 종래의 졸-겔 기법의 경우, '대한민국특허청 등록특허 제10-0945198호 유기용제형 실리카 졸 및 그 제조방법' 또는 '대한민국특허청 등록특허 제10-1454402호 4가 알콕시 실란으로부터 고온반응조건을 이용하여 고순도 실리카졸을 제조하는 방법 및 이 방법에 의해 제조된 유기용매 분산 고순도 실리카졸'과 같이 4가의 알콕시 실란을 실리카 전구체(Precursor)로 하여 가수분해(Hydrolysis) 및 축합반응(Condensation)을 거쳐 고순도 실리카졸을

합성하는 방법이 알려져 있다.

[0004] 나노입자의 분산 안정성, 즉 콜로이드 안정성(Colloidal stability)은 DLVO 이론(Derjaguin-Landau-Verwey-Overbeek theory)에 의해 잘 알려져 있듯이 입자간 반데르발스 인력(Van der Waals attraction)과 표면의 정전기적 반발력(Electrostatic repulsion) 등의 입자간 다양한 상호작용력에 대해 결정되는 데, 예를 들어, 반데르발스 인력이 증가하거나 정전기적 반발력이 감소하는 경우 입자 응집력이 증가하게 된다.

[0005] 또한, 분산매질 용매의 극성도도 입자의 분산 안정성에 큰 영향을 끼친다. 예를 들어, 극성이 있는 실리카 나노입자의 경우 극성도가 높은 용매에 잘 분산되는 반면, 무극성 용매에는 분산되지 않고 뭉치는 경향이 있다. DLVO 이론의 측면에서 본다면, 저극성 용매는 입자의 제타-포텐셜(Zeta-potential)을 낮추게 되어 정전기적 반발력을 감소시킨다. 또한, 입자의 Hamaker constant의 변화로 인하여 반데르발스 인력이 증가하기 때문인 것으로 설명된다. DLVO 이론에 해당되지 않는 다른 종류의 상호작용도 존재하는 데, 용매와 입자간 수소결합과 같은 강한 상호작용에 의한 용매화(Solvation) 및 이로 인한 입자 안정성 측면에서 본다면, 저극성 용매일수록 나노입자의 극성기와 상호인력에 의한 안정화도가 저하되기 때문에 응집성이 커지게 된다.

[0006] 일반적으로 상기와 같은 입자응집은 안정성 저하 문제로만 인식되어 이를 해결하기 위한 방법을 토대로 한 연구가 이루어져 왔다. 하지만, 또 다른 측면에서 본다면, 즉, 이러한 입자응집을 제어할 수 있다면 이로부터 유도되는 다양한 스케일의 거칠기 표면 제조가 가능할 것이다. 또한 이를 초발수 표면제조와 접목할 경우 보다 새롭고 간편한 초발수 제조방법이 될 것으로 기대된다.

선행기술문헌

특허문헌

[0007] (특허문헌 0001) 대한민국특허청 등록특허 제10-0945198호

(특허문헌 0002) 대한민국특허청 등록특허 제10-1454402호

발명의 내용

해결하려는 과제

[0008] 따라서, 본 발명의 목적은 나노입자 분산액의 유전상수를 조절하여 나노입자의 뭉침 정도를 조절하고, 이를 코팅대상 표면에 적용하여 초발수 현상을 일으키는 표면을 얻을 수 있는 초발수 표면 제조방법을 제공하는 것이다.

과제의 해결 수단

[0009] 상기한 목적은, 물과 극성 유기용매 하에, 10nm 내지 1 μ m의 직경을 갖는 나노입자를 분산시켜 나노입자 분산액을 준비하는 단계; 상기 나노입자 분산액에 상기 물과 극성 유기용매보다 유전상수(Solvent relative permittivity, ϵ)가 20 이하로 낮은 용매 추가를 통해 상기 나노입자 분산액의 유전상수 값을 조절하여 나노입자를 응집하는 단계; 응집된 상기 나노입자 분산액을 코팅대상 표면에 코팅하는 단계; 및 코팅된 상기 코팅대상 표면을 표면소수화 처리하는 단계;를 포함하고, 상기 나노입자를 응집하는 단계는, 상기 나노입자 분산액의 유전상수를 30 이하가 되도록 조절하여 상기 나노입자를 실리카졸 형태로 응집하되, 상기 유전상수가 20 이하로 낮은 용매는, 유전상수 5 미만의 비극성 용매, 유전상수 5 내지 20의 저극성 용매 및 이의 혼합으로 이루어진 군으로부터 선택되어, 상기 유전상수가 20 이하로 낮은 용매의 추가되는 양이 증가할수록 상기 나노입자 분산액의 유전상수 값이 감소하여 상기 코팅대상 표면의 물방울접촉각이 증가되도록 하는 것을 특징으로 하는 초발수 표면 제조방법에 의해 달성된다.

[0010] 여기서, 상기 나노입자 분산액의 유전상수 값을 조절하여 나노입자를 응집하는 단계는, 상기 나노입자 분산액이 30 이하의 유전상수 값을 갖도록 조절하며, 상기 용매는, 상기 나노입자가 나노 사이즈 및 마이크로 사이즈로 불규칙하게 응집되도록 유전상수 5 미만의 비극성 용매, 유전상수 5 내지 20의 저극성 용매 및 이의 혼합으로 이루어진 군으로부터 선택된 것이 바람직하다.

[0011] 여기서, 상기 나노입자 분산액을 준비하는 단계에서, 상기 나노입자는 졸-겔(Sol-gel) 기법에 의해 형성되는 것

이 바람직하다.

[0012] 또한, 상기 코팅대상 표면을 표면소수화 처리하는 단계는, 상기 코팅대상 표면을 소수성 실란을 포함하는 소수성 용매에 함침하는 단계와; 질소 분위기 내에서 소수화 반응하는 단계와; 상기 코팅대상 표면을 상기 소수성 용매로부터 꺼내어 세척하는 단계를 포함하는 것이 바람직하다.

발명의 효과

[0013] 상술한 본 발명의 구성에 따르면 나노입자 분산액의 유전상수를 조절하여 나노입자의 뭉침 정도를 조절하고, 이를 코팅대상 표면에 적용하여 초발수 현상을 일으키는 표면을 얻을 수 있다.

도면의 간단한 설명

[0014] 도 1은 초발수 표면 제조방법의 순서도이고,
 도 2는 클로로폼 농도에 따른 나노입자 분산액의 사진이고,
 도 3 및 도 4는 클로로폼 농도에 따른 나노입자 분산액의 DLS(Dynamic light scattering) 그래프이고,
 도 5는 클로로폼 농도에 따른 나노입자 분산액의 코팅층 전자현미경 사진이고,
 도 6 및 도 7은 클로로폼 농도에 따른 유전상수 값을 나타낸 그래프이고,
 도 8은 초발수 표면을 갖는 기판의 전자현미경 사진이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0015] 이하 도면을 참조하여 본 발명의 실시예에 따른 초발수 표면 제조방법을 상세히 설명한다.

[0016] 먼저, 도 1에 도시된 바와 같이 나노입자 분산액을 준비한다(S1).

[0017] 나노입자가 분산액 내에서 균일하게 분산된 상태로 존재하는 나노입자 분산액을 준비한다. 분말상태의 나노입자는 입자들끼리 뭉침이 강하기 때문에 이를 기판에 적용할 경우 재분산하는 데 한계가 있으며, 다양한 범위에서의 입자 응집도를 제어하는 데 어려움이 있다. 따라서 기판에 효과적으로 나노입자를 적용하기 위해서는 졸-겔 기법을 이용하는 것이 바람직하다.

[0018] 여기서, 나노입자는 세라믹 나노입자 또는 금속산화물 나노입자가 가능하며, 산화실리콘(SiO₂), 산화티타늄(TiO₂), 산화주석(SnO₂), 산화알루미늄(Al₂O₃) 및 이의 혼합으로 이루어진 군으로부터 선택된 것을 사용하는 것이 바람직하다.

[0019] 또한, 나노입자의 직경은 10nm 내지 1 μ m인 것이 바람직하다. 나노입자가 10nm 미만일 경우 나노입자 간의 뭉침에 의해 다양한 사이즈를 획득하는 데 한계가 있으며, 1 μ m를 초과할 경우 나노수준의 거칠기가 없이 마이크로수준의 거칠기만 형성되므로 이후 초발수 특성을 구현하는 데 불리하게 작용한다.

[0020] 나노입자를 분산시키기 위한 분산액은 나노입자의 분산이 용이하도록 물과 극성 유기용매를 혼합하여 사용하며, 극성 유기용매는 메틸알콜(Methyl alcohol), 에틸알콜(Ethyl alcohol), 프로필알콜(Propyl alcohol) 및 이의 혼합으로 이루어진 군으로부터 선택된 것이 바람직하다.

[0021] 나노입자 분산액에 저극성 용매를 추가하여 나노입자를 응집시킨다(S2).

[0022] 물과 극성 유기용매가 혼합된 상태의 나노입자 분산액에 물과 극성 유기용매보다 유전상수(Solvent relative permittivity, ϵ) 값이 낮은 비극성 또는 저극성 용매를 추가한다. 유전상수는 용액의 극성을 나타내는 것으로, 유전상수가 낮을수록 용매의 극성이 낮은 것을 의미한다. 여기서 비극성 또는 저극성 용매는 유전상수가 20 이하인 용매를 사용한다.

[0023] 바람직한 비극성 용매는 분산액과 혼합하여 유전상수가 조절 용이하도록 유전상수가 5 미만인 비극성 용매이며, 비극성 용매는 톨루엔(Toluene), 자일렌(Xylene), 벤젠(Benzene), 헥산(Hexane), 클로로폼(Chloroform), 카본 테트라클로라이드(Carbon tetrachloride) 및 이의 혼합으로 이루어진 군으로부터 선택된 것이 바람직하다.

[0024] 경우에 따라서 유전상수를 미세하게 조절하기 위해 유전상수가 5 내지 20인 저극성 용매를 사용할 수도 있으며, 저극성 용매는 이소프로필알콜(Isopropyl alcohol), 부틸알콜(Butyl alcohol), t-부틸알콜(t-Butyl alcohol),

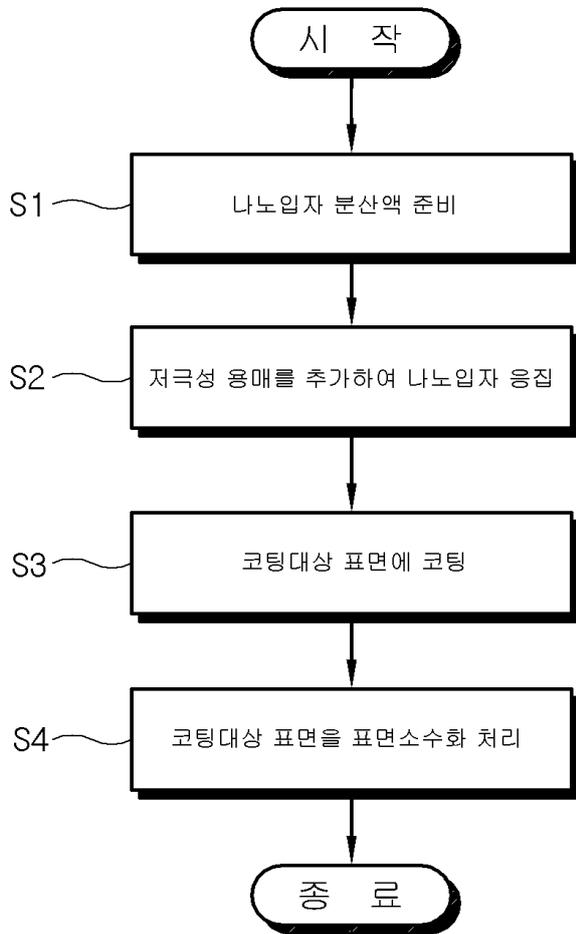
펜틸알콜(Pentyl alcohol), 벤질알콜(Benzyl alcohol) 및 이의 혼합으로 이루어진 군으로부터 선택된 것이 바람직하다.

- [0025] 비극성 용매를 단독으로 실리카 나노입자 분산액에 투입하여 분산용매의 극성도를 낮추는 과정에서 용매 간 극성도 차이가 너무 커 용액이 서로 혼합되지 않고 상분리가 될 수 있다. 이때 비극성 용매보다 극성이 다소 큰 저극성 용매를 중간용매로서 함께 사용하게 되면 용액의 상분리를 억제하면서 나노입자 분산 매질 용액의 극성도를 보다 다양하게 조절할 수 있게 된다.
- [0026] 이와 같이 용액의 극성을 나타내는 유전상수 값을 이용하여 분산액의 유전상수 값을 다양한 범위로 조절 가능하며, 이를 통해 입자의 응집 정도를 제어할 수 있다. 즉 분산액에 비극성 또는 저극성 용매를 많이 추가하게 되면 입자의 응집 정도가 커지고, 적게 추가하게 되면 입자의 응집 정도가 작아지게 된다.
- [0027] 이는 도 2 내지 도 4에서 확인되는데, 도 2는 유전상수가 4.8인 클로로폼을 분산액에 추가할 때 추가되는 양을 조절한 것으로, ref는 순수한 분산액을 의미하고 Ch1 15%는 분산액에 클로로폼이 15% 추가된 것을 의미한다. 클로로폼이 추가되는 양이 증가할수록 분산액이 뿌옇게 흐려지는 것을 확인할 수 있는데, 이는 응집정도가 큰 입자가 많이 혼합되어 있는 것을 의미한다.
- [0028] 도 3 및 도 4는 분산액 내의 나노입자의 DLS(Dynamic light scattering)를 측정한 그래프로 도 3은 나노입자가 10nm일 때의 DLS 값이고, 도 4는 나노입자가 40nm일 때의 DLS 값이다. 이를 통해 나노입자의 크기와 상관없이 클로로폼의 함유량이 증가할수록 나노입자의 응집정도가 증가하는 것을 확인할 수 있다.
- [0029] 나노입자 분산액을 코팅대상 표면에 코팅한다(S3).
- [0030] S2 단계에서 응집 정도가 제어된 나노입자 분산액을 코팅대상 표면에 코팅한다. 여기서 코팅대상 표면은 기관으로 설명하며, 그 외에도 기관뿐만 아니라 필름 등과 같이 소수성 표면을 위한 곳이라면 어디든지 적용 가능하다.
- [0031] 또한 코팅은 스핀코팅(Spin coating), 딥코팅(Dip coating), 바코팅(Bar coating) 등 다양한 코팅방법을 통하여 코팅이 가능하며, 필요시 반복적인 코팅을 통하여 코팅 두께를 조절할 수 있다.
- [0032] 도 5는 분산용매에 추가되는 클로로폼의 양을 달리하였을 때의 분산액을 기관에 코팅한 후 확인한 전자현미경(SEM)사진이다, 클로로폼이 0%일 때에는 나노입자의 뭉침이 거의 없음을 확인할 수 있으며, 분산용매에 추가되는 클로로폼의 양이 점점 증가할수록 나노입자의 뭉침 정도가 커지는 것을 확인할 수 있다. 특히 클로로폼이 45% 함유된 경우 뭉친 입자의 직경이 약 1 μ m이며, 클로로폼이 55% 이상 함유된 경우는 그 직경이 약 4 μ m인 것을 확인할 수 있다. 이때 뭉치는 나노입자는 균일한 직경으로 뭉치지 않고 불규칙한 직경으로 뭉치기 때문에 기관에 코팅된 나노입자 분산액은 균일하지 않고 나노 및 마이크로 수준의 다양한 직경을 가지는 입자가 분포된다.
- [0033] 나노입자가 코팅된 기관은 나노입자가 변성되지 않은 온도 조건에서 분산액을 건조한다. 여기서 건조 온도는 세라믹 및 금속 산화물 입자가 변성되지 않은 50 내지 200 $^{\circ}$ C가 바람직하다.
- [0034] 코팅대상 표면을 표면소수화 처리한다(S4).
- [0035] 나노입자는 표면이 친수성을 띄기 때문에 S3단계에 의해 코팅된 코팅 기관은 표면이 초친수성이다. 따라서 나노입자가 코팅된 기관이 물을 흡수하지 않고 초발수가 가능하도록 코팅 기관의 나노입자를 표면소수화 처리한다. 표면소수화 처리는 표면소수화를 위한 소수성 실란을 용매에 추가한 후 여기에 코팅 기관을 함침하고 질소 분위기에서 소수화 반응을 진행한다. 그 후 코팅 기관을 용매로부터 꺼내에 세척하고, 100 내지 150 $^{\circ}$ C에서 용매를 충분히 건조시킨다.
- [0036] 여기서, 소수성 실란은 유기용매 100중량부에 대해 0.01 내지 0.1중량부 추가되는 것이 바람직하다. 또한, 소수성 실란은 옥타데실트리클로로실란(Octadecyltrichlorosilane), 옥틸트리클로로실란(Octyltrichlorosilane), 헥실트리클로로실란(Hexyltrichlorosilane), 옥타데실트리에톡시실란(Octadecyltriethoxysilane), 옥틸트리에톡시실란(Octyltriethoxysilane), 헥실트리에톡시실란(Hexyltriethoxysilane), 퍼플루오로옥틸트리에톡시실란(Perfluorooctyltriethoxysilane) 등 소수기를 가지는 알콕시실란(Alkoxysilane), 클로로실란(Chlorosilane) 및 불소기를 지니는 실란을 사용하는 것이 바람직하다.

- [0037] 경우에 따라서, 나노입자를 소수성인 고분자 나노입자를 사용할 경우 별도의 추가적인 소수화 과정을 생략할 수 있다.
- [0038] 상기와 같은 단계들을 거쳐 제조된 기판은 도 6 및 도 7의 그래프를 통해 유전상수와 초발수 현상과의 관계를 확인할 수 있다.
- [0039] 도 6은 유전상수 4.8의 클로로폼을 분산액에 추가하였을 때 클로로폼이 추가되는 양에 따른 물방울접촉각(Contact angle) 및 유전상수값(Relative permittivity)을 나타낸 그래프이다. 유전상수가 분산액보다 낮은 클로로폼이 추가되는 양이 증가할수록 유전상수 값이 감소하는 것을 확인할 수 있으며, 이에 따라 물방울접촉각은 증가하는 것을 확인할 수 있다.
- [0040] 괄호 안의 숫자는 클로로폼의 함유에 따른 구름경사각을 나타내는 것으로, 기판 상부에 물방울을 떨어뜨리고 기판을 기울였을 때 물방울이 구르는 각도를 뜻한다. 구름경사각은 유전상수 값이 감소할수록 각도가 낮아지다가, 유전상수 값이 25 내지 30에서는 0° 근처로 기판을 기울이지 않아도 물방울이 구르는 초발수 각이 된다. 따라서 유전상수 값이 30이하에서부터는 0° 근처로 기판을 기울이지 않아도 물방울이 구르는 초발수 각이 된다. 따라서 유전상수 값이 30이하로 된 상태의 분산액에서 형성된 나노입자를 기판에 도포하는 것이 가장 바람직하다.
- [0041] 도 7은 유전상수 값이 8.9인 디클로로메탄(Dichloromethane)을 분산액에 추가했을 때 농도에 따른 물방울접촉각 및 유전상수 값을 나타낸 것이다. 도 7은 도 6과 마찬가지로 유전상수 값이 30이하일 때 입자의 뭉침이 급격히 발생하여 초발수 현상이 일어나게 된다. 따라서 분산액의 유전상수 값을 30이하로, 더욱 바람직하게는 유전상수 값을 25 내지 30으로 조절할 경우 초발수 현상을 위한 나노입자가 생성된다는 것을 확인할 수 있다.
- [0042] 기판에 코팅된 나노입자의 응집정도에 따라 자연스럽게 나노 및 마이크로 수준의 거칠기가 코팅층 표면에 형성되게 된다. 이와 같은 표면을 가지는 기판은 도 8에 도시된 바와 같이 소수화를 거치면서 초발수 표면이 된다.
- [0043] <실시예>
- [0044] 테트라에톡시실란(Tetraethoxysilane, TEOS) 100중량부와, 메탄올 250중량부를 혼합하여 50℃로 승온하면서 30분 가량 교반한 뒤, 증류수 50중량부 및 암모니아수 10중량부를 혼합한 수용액을 투입하여 반응시켰다. 이후 고형분의 변화가 없을 때까지 충분히 반응시켰으며, 이때 고형분은 7중량부 가량이 되었다. 최종 제조된 실리카졸의 입자크기는 암모니아수 함량에 따라 증가하였으며, 입자크기 범위는 1 내지 40nm임을 확인하였다.
- [0045] 메탄올 및 증류수에 분산된 실리카 나노입자 용액에 용액유전상수(ϵ)가 4.8인 클로로폼(Chloroform)을 15중량부부터 60중량부까지 다양한 범위로 추가 투입하였다. 그 후 클로로폼이 포함된 실리카 나노입자 분산액을 유리 기판에 스핀코팅한 후 150℃에서 1시간 열처리를 하였다.
- [0046] 코팅층의 소수화를 위하여 옥타데실트리클로로실란(Octadecyltrichlorosilane, OTS)를 0.5중량부 농도로 용해된 톨루엔(Toluene) 용액에 코팅된 기판을 10시간 가량 함침한 후 세척 및 건조 과정을 거치고, 이를 120℃에서 30분간 열처리를 하였다.
- [0047] 기판의 코팅표면은 실리카 나노입자 분산액에 투입한 클로로폼의 함량이 증가함에 따라 소수화 정도가 증가하였고, 클로로폼이 45중량부 이후 물접촉각을 측정하기 불가능할 정도로 초발수 특성이 나타나는 것을 확인하였다.
- [0048] 이와 같이 나노입자가 포함되며 극성인 분산액에 비극성 또는 저극성 용매를 추가하여 유전상수가 30이하의 범위가 되도록 조절하게 되면 나노입자가 나노 크기 및 마이크로 크기로 입자 뭉침이 발생하게 된다. 이를 기판에 도포하고 소수화 처리를 하게 되면 기판은 나노 및 마이크로 거칠기를 가지게 되고, 이는 구름경사각이 0°에 가까워지는 초발수 현상이 나타나게 된다. 즉, 분산액의 유전상수 값을 조절할 경우 초발수 표면을 제조할 수 있으며, 이를 통해 초발수 현상을 나타내는 기판을 제조할 수 있다.

도면

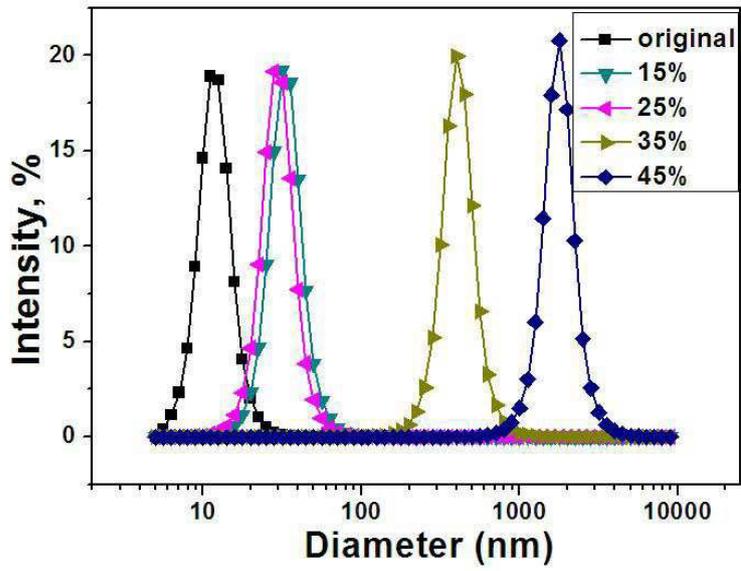
도면1



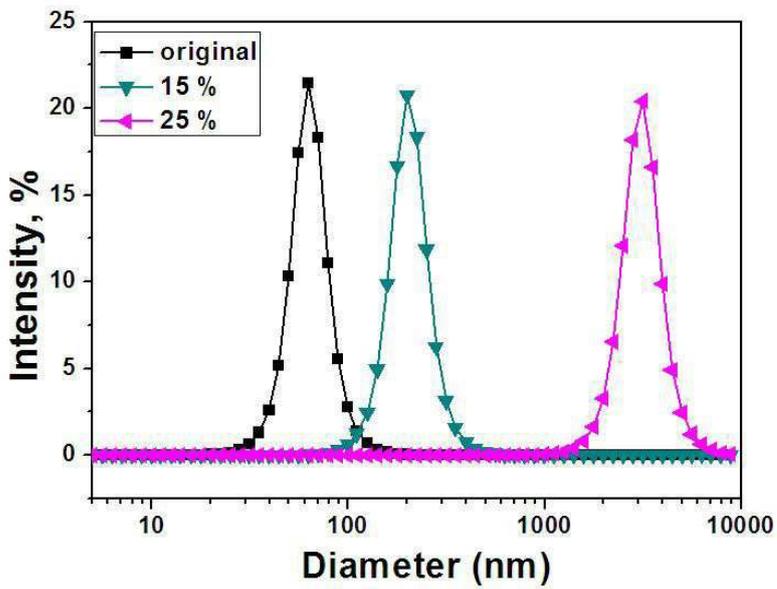
도면2



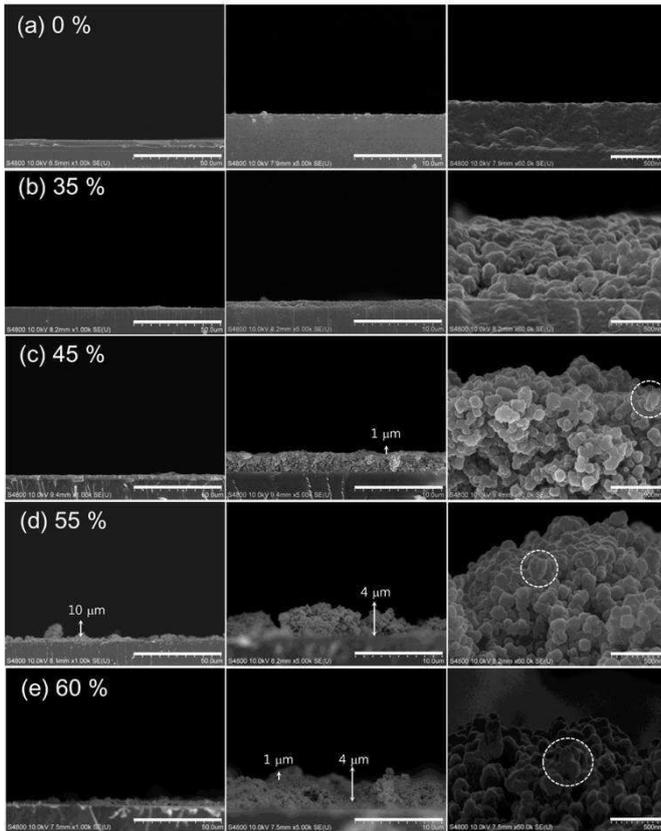
도면3



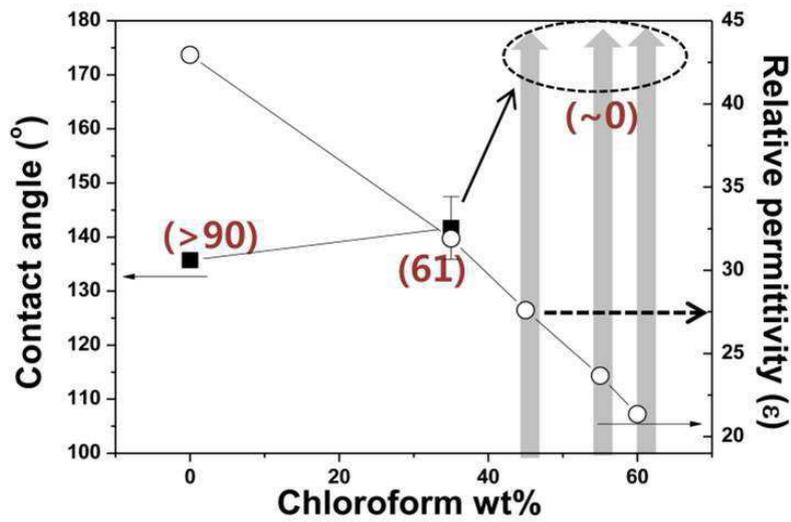
도면4



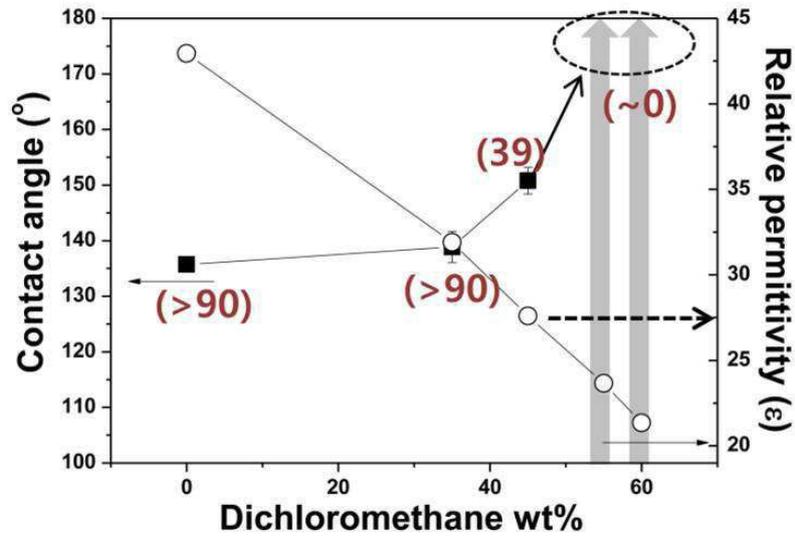
도면5



도면6



도면7



도면8

