

에폭시 실란을 함유한 콜로이드 실리카와 알콕시 실란간의 졸겔코팅제 합성과 특성

강동필[†] · 박효열 · 안명상 · 명인혜 · 최재훈* · 김현중*

한국전기연구원 신소재응용연구그룹, *서울대학교 임산공학과

(2005년 8월 5일 접수, 2005년 9월 28일 채택)

Properties of Sol-Gel Materials Synthesized from Colloidal Silica and Alkoxy silane Containing Epoxysilane

Dong-Pil Kang[†], Hoy-Yul Park, Myeong-Sang Ahn, In-Hye Myung, Jae-Hoon Choi*, and Hyun-Joong Kim*

Advanced Materials and Application Research Laboratory, Korea Electrotechnology Research Institute, Changwon 641-120, Korea

*Major in Environmental Materials Science, College of Agriculture and Life Science, Seoul National University, Seoul 151-921, Korea

(Received August 5, 2005; accepted September 28, 2005)

콜로이드 실리카와 실란 종류에 따라서 졸겔코팅막의 특성에 미치는 영향을 조사하기 위하여 반응시간을 달리하여 졸을 합성하고, 합성된 졸의 코팅막 특성을 조사하였다. Colloidal Silica (CS)/methyltrimethoxysilane (MTMS) 졸겔코팅 막은 CS/MTMS/epoxysilane (ES) 졸겔코팅막보다 접촉각이 증가하였고, 표면균질성이 우수하였다. CS/MTMS 코팅막은 550 °C까지 분해없이 잘 견디며, CS/MTMS/ES 코팅막은 440 °C까지 열분해없이 견디는 것으로 확인되었다. 단일 CS를 사용한 코팅막보다 혼합 CS를 사용한 코팅막이 코팅두께가 감소하였고, MTMS만을 사용한 것보다 MTMS/ES를 사용했을 때, 코팅두께가 더 감소하였다. 단일 CS를 사용한 경우 ES를 첨가하면 경도가 증가하지만, 혼합 CS를 사용한 코팅막의 경우 ES를 첨가하면 경도가 감소하였다.

Colloidal Silica (CS)/methyltrimethoxysilane (MTMS) and CS/MTMS/epoxysilane (ES) sol solutions were prepared using various synthesizing parameters such as reaction time and types of CS and silane. In order to understand their physical and chemical properties, sol-gel coating films on glass were fabricated. In the case of the CS/MTMS sol, the coating films had high contact angle and more enhanced flat surface than the CS/MTMS/ES sol. In the case of thermal stability, thermal degradation of the CS/MTMS and CS/MTMS/ES coating films did not occur up to 550 °C and 440 °C, respectively. The coating films prepared from the CS/MTMS sol were thicker than those of the CS/MTMS/ES sol. In addition, the coating films prepared from single CS were thicker than those of mixed CS. Hardness of the coating films prepared from CS/MTMS increased by adding ES. In case of the mixed CS, the hardness decreased by adding ES.

Keywords: sol-gel, colloidal silica, methyltrimethoxysilane, epoxysilane

1. 서 론

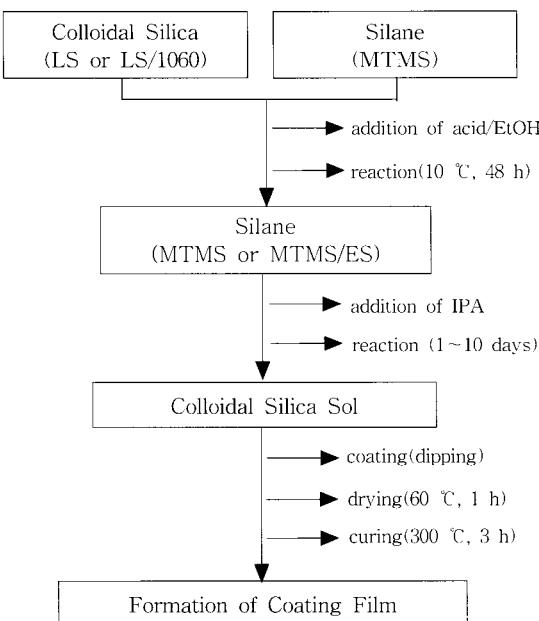
최근의 재료공학 분야에서 세라믹 신소재에 관련하여 졸겔공정을 응용하는 연구 결과들의 발표가 급증하고 있다. 지난 30여년간 졸겔 공정 관련 연구는 괄목할 만한 성장을 거듭해왔으며 특히 졸겔공정의 각 단계에 관한 연구가 미세한 부분까지 수행되어 기술적 응용의 토대가 마련되었다[1-4]. 초기의 연구에서는 실리카 및 실리케이트 유리에 관심이 집중되었으나 점진적으로 많은 세라믹과 복합소재까지 연구분야가 확장되었다. 유기-무기 복합체의 출현은 졸겔공정의 전환점이 되었으며 많은 산업적 응용이 가능하게 되었다[4-5]. 일반적으로 유기 고분자는 무게가 가볍고 유연성 및 인성을 보유하고 있으며 성형성이 우수한 반면에, 유리나 실리카 겔, 금속 알콕사이드로부터 유도된 세라믹 재료는 탄성, 표면경도 등의 기계적 물성, 내열성, 투명성

등이 우수하기 때문에 이들을 조합하여 가공성이 우수하면서도 탁월한 물성을 나타내는 새로운 소재의 창출에 많은 노력이 기울여지고 있다.

기존의 복합재료 제조 방식에서는 유기 고분자 재료에 reinforcing filler로서 수 μm 또는 수 mm 단위의 무기물을 첨가해서 기계적 물성이나 열적 특성을 향상시킨 반면, 졸겔공정을 활용할 경우 하이브리드 분산상의 크기가 일반적으로 nm 수준이거나 분자 레벨이므로 투명하고 다양한 성능을 갖는 소재가 얻어진다[4].

일반적으로 졸겔공정이란 가수분해 및 축합반응을 이용해서 비교적 저온에서 유리나 세라믹을 제조하는 공정을 의미한다. 여기서 “졸”은 액체상에 고체입자가 콜로이드상으로 분산되어 있는 상태이며 특히 고체 입자의 크기가 매우 작아(수 nm ~ 수백 nm), 중력의 영향을 거의 받지 않으면서 브라운 운동을 할 수 있는 상태를 의미하며, “겔”은 졸의 구성 성분들이 특정의 화학적, 물리적 결합에 의해 서로 연결

† 주 저자 (e-mail: dpkang@keri.re.kr)

**Scheme 1.** Formation process of coating film.

된 네트워크 또는 고분자 사슬을 형성하여 유동성을 잃게 된 상태를 의미한다. 고전적 세라믹 제조 공정에 비해 콜겔공정이 각광을 받는 이유는 반응물의 상태를 액상에서 출발할 수 있기 때문에 반응조절이 용이하고 화학적 균일성을 유지할 수 있으며 다양한 형태의 최종 제품을 제조할 수 있기 때문이다. 콜겔공정에서 가장 일반적으로 사용되는 금속 알록사이드는 알록시 실란류이며 이는 다른 금속 알록사이드에 비해 비교적 반응 조절이 용이할 뿐 아니라, 실리콘 제조공정에서 부산물로 얻어지므로 단량체의 가격이 싸다.

콜겔공정은 가수분해와 축합반응을 수반하게 되는데, 가수분해 및 축합반응에 영향을 미치는 인자로서는 용액의 pH, 촉매의 종류 및 함량, 알록시기의 종류 및 치환개수(steric 및 inductive effect), 물의 함량, 용매의 종류 등이 있을 수 있다[6,7]. 알록시 실란류와 같은 실란은 산성조건 하에서 실란올로 가수분해되고 축합반응을 거쳐 실란동종간의 반응에 의한 silsesquioxane이 만들어지거나 실리카 표면과 반응된 형태가 존재하게 될 것이다[8]. 실리카의 경우는 단지 표면에서 화학적으로 반응할 뿐이며 부피축소는 실란올의 축합반응에 의해 발생하므로 실리카의 함량에 따라 겔화될 때 부피축소정도는 상당히 차이가 난다. 겔화될 때 실리카 입자간의 공극을 최소화하기 위해서는 크기가 다른 실리카 입자들의 적절한 조합이 필요하다[9].

본 연구에서는 입자크기가 다른 colloidal silica (CS)와 methyltrimethoxysilane (MTMS)이나 MTMS/epoxysilane (ES) 알록시 실란을 사용하여 콜겔공정으로 내열성과 표면균질성이 우수한 콜겔코팅막을 형성하고자 하였다. CS와 실란종류를 달리하여 반응시간에 따른 콜겔합성하고, 콜재료에 따른 겔화된 코팅막의 물성을 비교하였다.

2. 실험

2.1. 시약 및 쟁합성장지

CS는 (주)유니켐사의 Ludox LS (LS, 고형분: 30%, particle size: 12 nm, pH: 8.2)와 날코사의 Nalco 1060 (1060, 고형분: 50%, particle size: 60 nm, pH: 8.5)을 사용하였다. 실란으로 MTMS와 ES를 Toshiba의 TSL 8113과 TSL 8350을 사용하였다. 용매로는 ethanol (EtOH,

Table 1. Synthetic Condition of Sol Solutions

| Exp. No. | kind of CS | 1 step reaction | 2 step reaction |
|----------|--------------------------------|--------------------|-------------------------|
| 1 | LS 100 (12 nm) | MTMS/EtOH 10/10 | MTMS/IPA 70/35 |
| 2 | LS 100 (12 nm) | MTMS/EtOH 10/10 | MTMS/ES/IPA 60/10/35 |
| 3 | LS/1060 50/50 (12 nm/60 nm) | MTMS/EtOH 10/10 | MTMS/IPA 70/35 |
| 4 | LS/1060 50/50 (12 nm/60 nm) | MTMS/EtOH 10/10 | MTMS/ES/IPA 60/10/35 |

Table 2. Observation of Sol-Gel Coating Films Synthesized According to Reaction Time

| Exp. No. | Time | Formation of Coating Film |
|----------|---------|---------------------------|
| 1 | 1 day | transparent, flat |
| | 4 days | transparent, flat |
| | 7 days | transparent, flat |
| | 10 days | a little hazy, rough |
| 2 | 1 day | a little hazy, rough |
| | 4 days | transparent, flat |
| | 7 days | transparent, flat |
| | 10 days | a little hazy, rough |
| 3 | 1 day | a little hazy, rough |
| | 4 days | a little hazy, rough |
| | 7 days | transparent, flat |
| | 10 days | transparent, flat |
| 4 | 1 day | a little hazy, rough |
| | 4 days | a little hazy, rough |
| | 7 days | transparent, flat |
| | 10 days | transparent, flat |

Samchun)과 isopropyl alcohol (IPA, (주)국제화공약품)을 사용하였고, 액성조절용 촉매로는 acetic acid (AA, Junsei)와 phosphoric acid (PA, DCC)를 사용하였다. 콜을 합성하는데 이용된 장치는 온도제어와 교반속도 조절이 가능한 반응조를 사용하였다.

2.2. 코팅콜 합성 및 필름의 제작

단일(LS CS) 또는 혼합 CS (LS/1060 CS, 50/50) 100에 대해서 AA/PA(9/1) 산용액으로 산도를 pH 3.5로 조절한 다음, 1단계로 부피비에 따라서 MTMS 10과 EtOH 10을 첨가하고 48 h 동안 반응 후, 2단계로 MTMS 70이나 MTMS/ES 60/10을 첨가하여 1일, 4일, 7일, 10일 동안 반응시켜 콜을 제조하였다. 반응은 10 °C에서 300 rpm 교반속도로 진행되었다. 코팅 필름은 dip coater를 이용하여 slide glass를 4 cm/min 속도로 하강-상승시키면서 제조하였다. 코팅된 필름은 60 °C에서 1 h 동안 건조하였고, 300 °C에서 3 h 동안 가열 경화하였다(Scheme 1). 콜의 합성조건과 코팅 시 필름형성 특징들을 Table 1, 2에 나타내었다.

2.3. 코팅막물성 측정방법 및 시험기기

2.3.1. 접촉각 측정

Dynamic contact angle meter (Surface and Electro-Optics사)를 사용하여 접촉각을 측정하였다. 샘플 표면에 떨어뜨린 물의 양은 10 μL이

Table 3. Contact Angle of Sol-Gel Coating Films According to Reaction Time

| Reaction Time | Samples (degree) | | | |
|---------------|------------------|-------|-------|-------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 |
| 1 day | 84.19 | 82.02 | 84.17 | 82.41 |
| 4 days | 85.71 | 83.51 | 86.28 | 81.64 |
| 7 days | 87.95 | 83.93 | 85.33 | 83.36 |
| 10 days | 85.41 | 80.34 | 85.32 | 83.49 |

었으며 10 sec 후에 접촉각을 측정하였다. 반응시간이 다른 샘플들에 대한 접촉각을 측정하여 각 코팅필름의 발수성을 비교하였다.

2.3.2. Roughness 측정

표면의 평균거칠기(Ra)는 Alpha-step 500 surface profiler를 사용하여 scan length: 2000 μm , vertical range/resolution: 300 $\mu\text{m}/25 \text{ A}$, scan time: 10 s, scan speed: 20 $\mu\text{m}/\text{s}$, sampling rate: 50 Hz의 조건으로 측정되었다. Ra 값은 다섯 번 측정한 값을 평균하여 얻었다.

2.3.3. Microhardness 측정

4일 반응시킨 콜로이드 실란을 유리 위에 dip 코팅하고, 이를 경화시킨 코팅막을 H100 XYp Microhardness Tester (Fischerscope 사)를 통하여 plastic hardness ($\text{H}_{\text{U},\text{p}}$)와 elastic portion (η) 값을 측정하였다. 측정값은 코팅막 표면에 10 mN의 힘을 20 sec 동안 가하여 indenter가 loading과 unloading 과정을 거쳐 측정된 침투깊이와 회복정도에 의해 관찰되었다.

2.3.4. 두께 측정

4일 반응시킨 콜로이드 실란을 유리표면에 dip 코팅하고, 경화시킨 후, 시료를 절단하여 코팅막의 두께를 FE-SEM (Hitachi사 S-4800)을 사용하여 측정하였다.

2.3.5. 내열성 측정

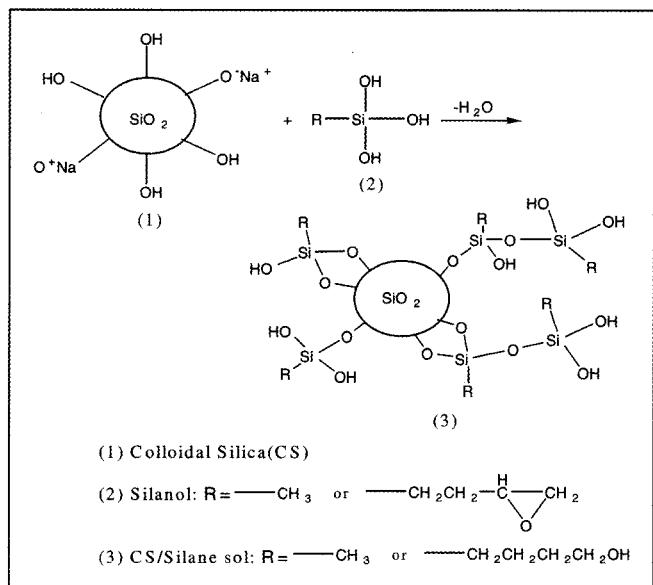
7일 반응시킨 콜로이드 실란을 테프론에 코팅하여 60 °C에서 건조시킨 다음 200 °C에서 3 h 경화반응 후, TGA (TA사 Q 50)를 사용하여 20 °C/min으로 승온하면서 각 샘플의 코팅물질 분해온도를 측정하였다.

3. 결과 및 고찰

3.1. 접촉각

코팅재료 표면의 접촉각은 구성재료의 표면에너지에 의존한다. CS 표면은 이온적 특성을 가지고 있어 표면에너지가 물보다 크고, CS 표면에 메틸기를 가진 실란으로 코팅반응이 일어난다면 표면에너지는 낮아지고 접촉각은 커질 것이다.

Table 3은 CS/silane으로부터 합성된 콜로이드 실란의 접촉각을 나타낸 것이고, Scheme 2는 CS/silane 콜로이드 실란의 합성과정과 화학적 구조를 나타낸 것이다. 샘플 1은 LS CS/MTMS로부터 얻어졌고, 샘플 2는 LS CS/MTMS/ES로부터 얻어진 콜로이드 실란이다. 샘플 1은 반응시간이 점차적으로 길어지면서 CS 표면에 MTMS가 코팅처리되고, 실란을 축합물이나 콜로이드 실란으로 전환되는 과정이 진행된다. 반응시간 10일에도 접촉각의 점진적 상승이 예상되었으나, 오랜 반응

**Scheme 2. Synthesis and structure of CS/silane sol.**

진행으로 인하여 고분자화된 MTMS 실란의 영향으로 콜로이드 실란 카 입자사이로 네트워크반응이 지배하게 된다. 이 네트워크반응에 의해서 실란을 축합물들의 표면확산이 쉽지 않으므로 표면에너지에는 증가하게 되고, 접촉각은 감소하게 된다. 샘플 2 또한 반응시간이 증가됨에 따라서 점진적인 접촉각의 상승이 예상되나, 반응 10일 후에 실리카 입자간 네트워크반응의 영향으로 접촉각이 다소 감소하였음을 확인할 수 있다. 샘플 2의 접촉각 크기는 샘플 1에 비하여 낮은데 이것은 샘플 2의 콜로이드 실란에 포함된 ES에 의한 영향으로 보인다. ES의 에폭시기($-\text{CH}_2-\text{CH}(\text{O})-\text{CH}_2-$)는 삼각고리 형태로 결합된 구조이고, 이것은 산에 의해 고리열림반응을 하기 쉬우며, 고리열림반응이 일어날 때 수산화기가 생성되기 쉽다. 소량의 ES 첨가는 친수성 수산화기가 형성된 콜로이드 실란을 생성하고, 그 코팅막은 접촉각을 감소시키는 영향을 준다. 샘플 3과 4는 샘플 1과 2의 반응조건과 유사하나, CS로써 입자크기가 다른 LS (12 nm)와 1060 (60 nm) 혼합 CS를 사용하였다. 실험결과 혼합 CS를 사용하여 실란으로 MTMS만을 사용한 코팅표면(샘플 3) 보다 MTMS/ES가 복합으로 첨가된 코팅표면(샘플 4)의 접촉각이 샘플 1, 2의 설명과 마찬가지로 감소하였음을 알 수 있고, 반응시간에 따라서는 입자크기가 다른 콜로이드 실리카 입자사이의 실란들의 영향으로 접촉각에 미세한 차이를 나타내었다.

3.2. Roughness

박막코팅재료에서 표면거칠기는 재료를 구성하는 성분들의 균질성과 입자 크기의 균질성에 크게 영향을 받는 것으로 되어 있다[9].

Figure 1은 LS CS나 LS/1060 CS 종류에 따라서 MTMS나 MTMS/ES 실란으로 출합성된 코팅막의 표면거칠기를 나타낸 것이다. LS CS/MTMS에 의한 콜로이드 실란의 샘플 1은 반응 7일까지 아주 표면균질성이 우수하였으나, 반응 10일 후의 장시간 반응이 진행되었을 때에는 입자간의 네트워크반응에 의해서 고분자화가 진행되는데 분자가 큰 용액일수록 표면에너지가 증가하여 코팅 시 용액이 균일한 도막을 이루는데 불리해져 표면이 거칠어지는 것으로 보인다. LS CS/MTMS/ES 출합성된 콜로이드 실란의 샘플 2는 반응초기에 CS/MTMS와 ES가 균일상을 이루기가 쉽지 않고 반응시간이 증가할수록 표면균질성이 우수해진다. 그러나 마찬가지로 반응 10일 후에는 지나친 네트워

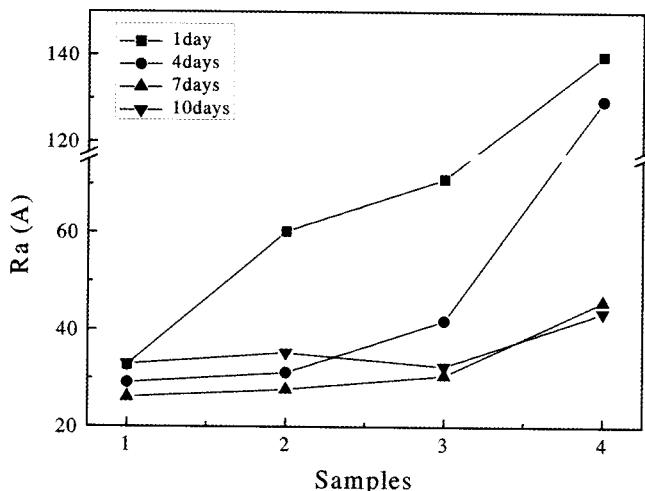


Figure 1. Roughness of sol-gel coating films according to reaction time.

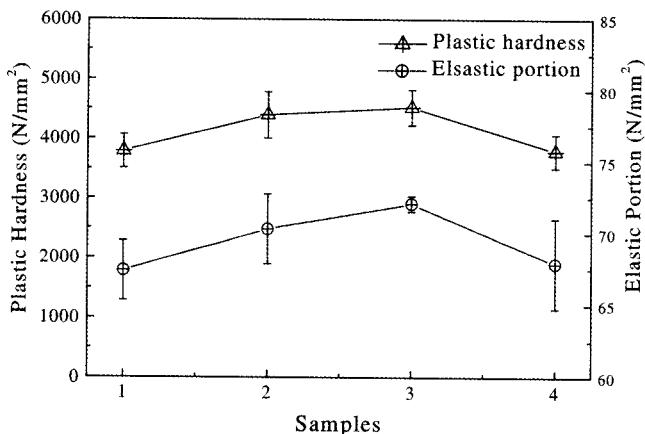


Figure 2. Plastic hardness and elastic portion of sol-gel coating films.

크반응의 진행으로 표면이 거칠어졌다. 입자크기가 다른 LS (12 nm) 와 1060 (60 nm) CS를 혼합하여 MTMS와 졸겔합성한 코팅막(샘플 3)의 표면거칠기는 LS 단일 CS로 사용한 코팅막, 샘플 1보다 거칠어졌다. CS 입자크기가 다르면 CS 입자에 MTMS로 표면처리된 상태가 다른 것들이 공존하게 되고 이는 표면을 거칠게 하는 요인으로 작용하였다. 하지만 혼합 CS와 MTMS 코팅막의 표면거칠기는 반응시간이 증대됨에 따라서 감소하였고, 안정한 균일상을 이루는데 어느 정도의 반응시간이 요구됨을 확인할 수 있다. LS/1060 CS/MTMS/ES 졸겔코팅막에 의한 샘플 4 또한, 샘플 2와 마찬가지로 반응초기에 균일상을 형성하기가 쉽지 않아 표면이 아주 거칠어졌고, 반응시간이 증가됨에 따라서 표면균질성이 향상되었으나 입자크기가 다른 CS 표면처리에 의해 표면균질성이 우수하지 않았다.

결과적으로, 단일 CS/MTMS와 CS/MTMS/ES 졸겔코팅막의 표면균질성은 반응시간이 4일에서 7일되었을 때 우수하였고, 혼합 CS에 의한 코팅막은 7일 이후의 장시간 반응을 시켰을 때 우수하였다.

3.3. Microhardness

Microhardness는 도막의 탄성적인 성질을 고려한 도막의 경도를 측정할 수 있다[10]. Microhardness를 통하여 코팅막의 미세경도를 나타

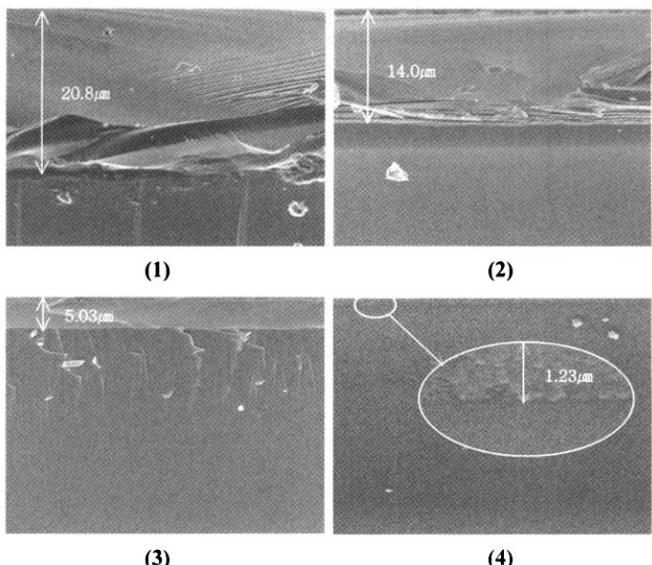


Figure 3. FE-SEM images of sol-gel coating films.

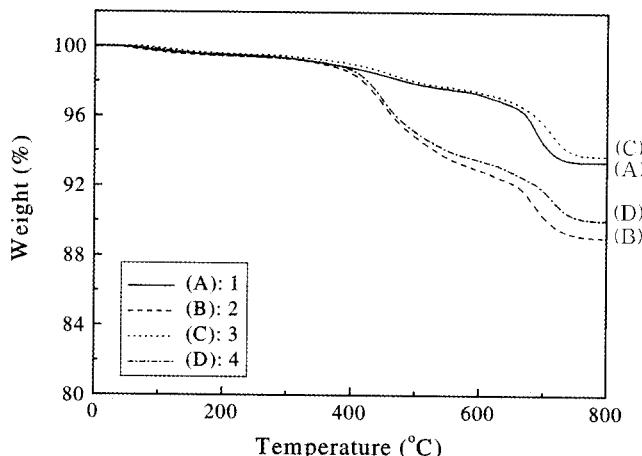


Figure 4. TGA thermogram of sol-gel coating films.

내는 plastic hardness (HU_{pl}) 값과 도막의 점탄성정도를 나타내는 elastic portion (η) 값을 관찰하였다. 4일 반응시킨 줄을 유리 위에 dip 코팅하고, 이를 경화시킨 줄겔코팅막의 plastic hardness 값과 elastic portion 값을 Figure 2에 나타내었다. 샘플 1, 2의 경우, LS 단일 CS와 MTMS, MTMS/ES 실란에 의한 줄겔코팅막으로써 ES가 첨가될 수록 탄성영역이 증가되고, 코팅막의 인성이 증가되어 경도 또한 상승하게 되었다. LS/1060 혼합 CS와 MTMS, MTMS/ES 실란에 의한 줄겔코팅막 샘플 3, 4의 경우에는, ES를 첨가할수록 코팅막의 탄성영역 및 경도가 감소하였다. 이는 입자크기가 다른 혼합 CS에 의해서 실리카 입자간 공극이 감소하고, ES를 첨가하면 CS 입자사이의 공극은 미세하게 더 감소하게 되는데, 코팅표면을 loading하는 다이아몬드 indenter에는 CS 입자에 비해 아주 작은 ES는 영향을 미치지 않은 것으로 판단된다. CS/MTMS 줄겔코팅막의 경도는 단일 CS를 사용했을 때 보다 혼합 CS를 사용했을 때 증가하였다.

3.4. 코팅두께

반응 4일된 줄을 유리위에 코팅하고 코팅한 도막 측면의 FE-SEM 사진을 Figure 3에 나타내었다. 샘플 1, 2, 3의 경우에는 1500배율로

측정하였고, 샘플 4의 경우, 코팅두께가 아주 박막으로 관찰되어 1500 배로 측정하고 10000배로 확대하여 재측정하였다. 샘플 1의 단일 CS (LS)/MTMS에 의한 콜겔코팅막보다 입자크기가 다른 혼합 CS (LS/1060)를 사용한 샘플 3 코팅막의 두께가 얇아졌다. 이것은 입자크기가 다른 CS에 의해서 실리카 입자간의 공극이 줄어들었고, 겔화된 코팅막의 두께를 감소시키는 영향으로 작용하였다. 샘플 2와 4의 경우는 각각의 단일, 혼합 CS/MTMS에 소량의 ES를 첨가한 것인데, CS/MTMS에 의한 콜겔코팅막 샘플 1과 3보다 코팅두께가 얕아지는 것을 관찰할 수 있다. 이것은 ES로 인해서 CS 입자사이의 공극을 더 미세하게 매워줌으로써 공극을 최소화하고, 겔화될 때 코팅막 두께가 감소하는데 영향을 준 것으로 보인다.

3.5. 내열성

TGA는 일정속도로 승온하면서 각 온도별 무게감소를 통한 재료의 열분해온도를 측정하여 어느 정도의 온도까지 안정하게 사용할 수 있는지를 확인하는 수단이다[11]. TGA 측정 결과를 Figure 4에 나타내었다. 코팅 후 200 °C에서 경화시킨 샘플이므로 300 °C까지의 미세한 무게감소는 축합(경화)반응이 일어나면서 알콜이나 수분의 틸리에 기인한 것이다. 샘플 1, 3의 550 °C 이상에서 발생하는 무게감소는 CS/MTMS 코팅재료의 열분해에 기인된 것이다. 샘플 2, 4의 440 °C 부근에서 발생하는 무게감소는 CS/MTMS/ES 코팅재료에 의한 열분해로 에폭시 유기기를 가진 ES의 첨가로 샘플 1, 3보다 내열성이 저하되었다. 단일 CS (LS)와 혼합 CS (LS/1060)에 의한 코팅막의 열분해온도 차이는 거의 나타나지 않았다. CS/MTMS 콜겔코팅막은 550 °C까지 분해없이 잘 견디며 800 °C까지의 무게손실은 6% 이내인 것으로 확인되었고, CS/MTMS/ES 코팅막은 440 °C까지 열분해없이 견디며 800 °C까지 무게손실은 12% 이내인 것으로 확인되었다.

4. 결 론

단일 CS와 입자크기가 다른 혼합 CS를 사용하고, MTMS와 MTMS/ES 실란을 첨가하여 콜을 합성하였다. 콜을 경화시킨 겔코팅막의 특성들을 조사한 결과는 다음과 같다.

(1) CS/MTMS 콜겔코팅막은 반응시간이 증가함에 따라서 점진적으로 접촉각이 상승하였는데, 10일 이후의 반응시간에서는 고분자화된 실란에 의해 실리카 입자간 네트워크반응의 진행으로 접촉각이 감소하는 경향을 나타내었다. CS/MTMS/ES 콜겔코팅막은 ES 첨가로 인해 에폭시기의 고리열립반응이 진행되고, 고리열립반응으로 형성된 친수성 수산화기로 인해서 CS/MTMS 코팅막보다 접촉각이 감소하였다.

(2) 단일 CS/MTMS와 CS/MTMS/ES 콜겔코팅막의 표면균질성은 반응시간이 4일에서 7일되었을 때 아주 우수하였다. CS/MTMS에 ES를 첨가한 코팅콜은 반응초기에 불균일하고 표면이 거칠어졌다. 입자

크기가 다른 혼합 CS를 사용한 콜겔코팅막의 표면균질성은 단일 CS 만을 사용한 코팅막보다 저하되었다. 입자크기가 다른 CS들이 공존하게 되면 CS 표면에 MTMS/ES 실란으로 표면처리된 상태가 다른 것들이 존재하게 되므로 표면이 거칠어지는 요인으로 작용하였다.

(3) 단일 CS를 사용한 경우 ES를 첨가하면 plastic hardness와 elastic portion이 증가하지만, 혼합 CS를 사용한 코팅막의 경우에는 ES를 첨가하면 plastic hardness와 elastic portion이 감소하였다.

(4) 단일 CS를 사용한 코팅막보다 혼합 CS를 사용한 코팅막이 CS 입자간 공극이 줄어 코팅두께가 감소하였고, 실란으로 MTMS만을 사용한 콜겔코팅막보다 MTMS/ES를 사용했을 때, CS 입자사이의 공극을 ES가 미세하게 매워 공극을 최소화하고, 코팅막 두께가 더 감소하였다.

(5) CS/MTMS 코팅막은 550 °C까지 분해없이 잘 견디며 800 °C까지 무게손실은 6% 이내인 것으로 확인되었고, CS/MTMS/ES 코팅막은 440 °C까지 열분해없이 견디며 800 °C까지 무게손실은 12% 이내인 것으로 확인되었다. 에폭시기를 가진 ES 첨가로 CS/MTMS/ES 코팅막이 CS/MTMS 콜겔코팅막보다 유기기 성분이 증가되었고, 열분해온도는 감소하였다.

참 고 문 헌

1. J. Zarzycki, *J. Sol-Gel Sci. Tech.*, **8**, 17 (1997).
2. C. J. Brinker and G. W. Scherer, *Sol-Gel Science: The Physics and Chemistry of Sol-Gel Processing*, Academic Press, New York (1990).
3. R. K. Iler, *The Chemistry of Silica: Solubility, Polymerization, Colloid and Surface Properties, and Biochemistry*, John Wiley & Sons, New York (1979).
4. S. H. Jang, *Polym. Sci. Tech.*, **12**, 676 (2001).
5. H. Schmidt and B. Seiferling, *Better Ceramics Through Chemistry II*, eds. C. J. Brinker, D. E. Clark, and D. R. Ulrich, **73**, 739, Materials Research Society, Pittsburgh (1986).
6. D. Satas and A. Tracton, *Coatings technology handbook*, 2nd Ed, Chapman and Hall (1990).
7. S. E. Yoon, H. G. Woo, and D. P. Kim, *Polymer (Korea)*, **24**, 389 (2000).
8. M. A. Fanovich, S. A. Pellice, P. G. Galliano, and R. J. J. Williams, *J. Sol-Gel Sci. Tech.*, **23**, 45 (2002).
9. D. P. Kang, H. Y. Park, M. S. Ahn, I. H. Myung, T. H. Lee, and T. J. Lee, *KIEEME Annual Spring Conference 2004*, 154 (2004).
10. D. P. Kang, H. Y. Park, M. S. Ahn, I. H. Myung, T. J. Lee, J. H. Choi, and H. J. Kim, *Polymer (Korea)*, **29**, 242 (2005).
11. A. V. Rao, M. M. Kulkarni, D. P. Amalnerkar, and T. Seth, *J. Non-Cryst. Solids*, **330**, 187 (2003).