관인생략

출원번호통지서

출원일자 2010.10.07

특기사항 심사청구(유) 공개신청(무) 참조번호(0004)

출원번호 10-2010-0097960 (접수번호 1-1-2010-0649292-30)

출원인 명칭 한국과학기술연구원(3-1998-007751-8)

대리인 성명 박장원(9-1998-000202-3)

발명자 성명 문명운 이광렬 허은규 오규환

발명의 명칭 초소수성 표면과 이를 포함하는 강철 소재 및 그 제조방법

특 허 청 장

1. 출원 이후 진행 상황 등을 확인하실 때에는 출원번호가 필요하오니, <출원번호통지서>는 출원절차가 종료될 때까지 잘 보관하시기 바랍니다.
2. 주소, 전화번호 등 변경사항이 있을 경우 <출원인코드정보변경(경정), 정정신고서>를 반드시 제출하여야 각종 통지서를 적시에 제대로 받으실 수 있습니다.
3. 특허(실용신안등록)출원은 등록결정 전까지(심사관이 의견서 제출기간을 정한 경우는 그 기간 내) 출원서에 최초로 첨부된 명세서 또는 도면에 기재된 사항의 범위 안에서 명세서 또는 도면을 보정하실 수 있습니다.
4. 특허출원은 출원일로부터 5년(실용신안등록출원은 3년) 이내에 심사청구 하지 않으면 그 출원은 출원취하된 것으로 간주합니다.
5. 특허(실용신안등록, 디자인등록, 상표등록)출원에 대해 조기에 심사받기를 원하시면 "우선심사제도"를 이용하실 수 있습니다.
   특허(실용신안등록)출원에 대해 늦게 심사받기를 원하시면 "심사유예신청 제도"를 이용하실 수 있습니다.
6. 해당 산업재산권이 출원상태임을 표시하실 때에는 아래 예와 같이 하여야 하며, 이를 위반할 경우 관련법규에 따라 처벌받을 수 있습니다.
   예) 특허출원 10-2010-0000001, 실용신안등록출원 20-2010-0000001, 디자인등록출원 30-2010-0000001, 상표등록출원 40-2010-0000001, 서비스표등록출원 제41-2010-0000001호
7. 기타 문의사항이 있으시면 특허고객상담센터(1544-8080)에 문의하시거나 특허청 홈페이지(www.kipo.go.kr)를 참고하시기 바랍니다.

【명세서】

【발명의 명칭】

초소수성 표면과 이를 포함하는 강철 소재 및 그 제조방법

{Superhydrophobic Surface And Steel Thereof And The Fabrication Method Thereof}

【기술분야】

<0001> 본 발명은 초소수성 표면과 이를 포함하는 강철 소재 및 그 제조방법에 관한 것으로서, 구체적으로, 표면의 젖음성 (wettability)이 현저히 낮고, 유체의 접촉각 (contact angle)이 크며, 접촉각 이력 (contact angle hysteresis)이 작은 초소수성 표면과 이를 포함하는 강철 소재 및 그 제조방법에 관한 것이다.

【배경기술】

<0002> 일반적으로 고체 표면의 젖음성은 표면의 화학적 특성에 의존하지만, 고체의 표면에 나노/마이크로 구조와 같은 미세한 돌기 패턴을 만들어 주면 젖음성이 현저히 감소하는 것으로 알려져 있다. 예를 들어, 동일한 화학적 처리가 된 평탄한 표면에 비해 표면에 미세한 돌기를 형성한 표면은 순수와의 접촉각 (액체가 고체표면 위에서 열역학적으로 평형을 이룰 때 유체와 고체가 이루는 각)이 150도 이상으로 커서 초소수성의 성질이 나타난다. 이에 따라, 고체 표면의 젖음성은 현저히 낮아진다.

<0003> 미세한 돌기가 형성된 표면, 즉 거칠기를 갖는 표면에서의 물방울, 순수 (Deionized water)의 접촉각에 대한 이론으로는 두 가지 모델이 알려져 있다.

Wenzel [R.N. Wenzel, Ind. Eng. Chem. 28(1936)988]은 물방울 아래의 면적이 완전히 젖어 있는 모델을 가정하였는데, 표면의 거칠기는 고체와 물방울 (유체)사이의 접촉면적을 증가시킴으로써 결과적으로 겉보기 접촉각이 커지게 된다는 이론이다. 다른 하나의 이론으로서, Baxter [A.B.D. Cassie, S. Baxter, S. Trans, Faraday Soc. 40(1944)546]은 이러한 거친 표면과 물방울 사이에 공기가 잡혀 (trapped)있고, 이로 인해 표면과 물방울의 접촉면적이 감소하여 접촉각을 증가시키는 것이라는 이론을 제안하였다.

<0004> 그러나 접촉각이 크더라도 고체 표면의 접촉각 이력이 크게 되면, 물 등의 유체를 고체 표면에 흘릴 때 많은 에너지가 필요하게 된다. 이에 따라, 접촉각 이력이 큰 고체 표면은 소수성 표면의 응용에 널리 적용될 수 없는 한계가 있다.

<0005> 여기서, 접촉각 이력이란 움직이는 방향의 접촉각인 전진각 (advancing angle)과 반대방향의 각인 후진각 (receding wetting angle)의 산술적인 차이로, 이상적인 상태와 비이상적인 상태의 차이를 알려주는 값이다. 이러한 접촉각 이력에 대한 이론은 대부분 열역학적 모델을 기반으로 하고 있는데, Lafuma와 Que´re´ [A. Lafuma, D. Qoere, Nat. Mater. 2(2003)457]는, 접촉각 이력은 유체의 pinning effect 때문에 복합 돌기 구조 표면에서 더욱 커진다고 보고하였다. 또한 McHale [G. McHale, N.J. Sjirtcliffe, M.I. Newton, Langmuir 20(2004)10146] 등은 이론적으로 복합 돌기 표면이 미끄러우며 (slippery), 젖은 표면은 상대적으로 끈적거린 (sticky)다는 이론을 제시하였다.

<0006> 이와 같이, 큰 접촉각 이력은 유체의 유동을 포함하는 소수성 표면의 응용에

커다란 제약요소가 된다. 즉, 이러한 소수성 표면의 응용에서 물 등의 유체는 고체의 표면을 흐르기 때문에 고정 접촉각 (static contact angle)과 함께 젖음각 이력은 소수성 표면의 응용에 중요한 인자이다.

<0007> 소수성 표면의 응용범위를 확대하기 위하여 접촉각 뿐만 아니라 접촉각 이력의 한계를 극복함으로써 자연에서의 연꽃잎 (lotus' leaf)의 표면처럼 접촉각 이력이 작은 초소수성 표면을 만들기 위한 노력이 진행되고 있다. 이러한 초소수성 성질을 가지는 고체의 표면을 이용하게 되면, 유체가 초소수성 표면에 맺히질 못하고 자동으로 표면을 세척시킬 수 있게 된다. 또한, 미세유체 장치에서 유체 및 물방울의 흐름에 대한 저항성이 작은 채널 내벽 표면으로도 사용될 수 있는 등 그 유용성이 높다.

<0008> 초소수 표면은 물방울과 고체의 바닥면 사이에 직접적인 젖음 현상이 억제되도록 고체의 표면에 구조적인 패턴이 형성되어야 하고, 화학적으로 표면에너지가 낮은 표면층이 존재하여야 하기 때문에, 고분자 소재나 반도체 소재 등이 주로 이용되어지고 개발되어 왔다 [Colin R. Crick and Ivan P. Parkin, Chem. Eur. J. 16, (2010) 3568 - 3588]. 반면 합금 및 비철재료 (구리, 아연, 알루미늄, 마그네슘)과 같은 금속 소재의 경우 표면 패턴 형성이 용이하지 않은 이유로 습식 에칭 및 무전해 도금을 이용한 방식이 이용되고 있다. [Baitai Qian and Ziqiu Shen, Langmuir 21, (2005) 9007 - 9009. Mengnan Qu, Bingwu Zhang, Shiyong Song, Li Chen, Junyan Zhang and Xiaoping Cao, Adv. Funct. Mater. 17, (2007) 593 - 596. Iain A. Larmour, Steven E. J. Bell and Graham C. Saunders, Angew. Chem. Int.

Ed. 46, (2007) 1710 - 1712]. 하지만 습식 에칭 및 도금 방식은 환경적으로도 많은 문제를 야기하고, 공정상의 유해성도 상당하기 때문에 이보다 더 안전한 방식이 제안되어야 한다. 레이저 에칭과 같은 [Anne-Marie Kietzig, Savvas G. Hatzikiriakos and Peter Englezos, Langmuir 25(8), (2009) 4821 - 4827] 방식도 금속 표면에 패터닝하는 방법으로 이용되고 있으나, 이는 대면적으로 생산이 어렵다는 단점을 가지게 된다.

【발명의 내용】

【해결하려는 과제】

<0009> 본 발명의 목적은, 접촉각이 크며 접촉각 이력이 작아서 자기 세척 기능을 갖는 초소수성 표면을 인공적으로 제조하고 이를 포함하는 강철 소재 및 그 제조방법을 제공하는 것이다.

【과제의 해결 수단】

<0010> 본 발명의 초소수성 표면은 나노/마이크로 패턴이 형성된 강철 표면 및 상기 강철 표면 상에 형성된 소수성 박막을 포함하여 이루어진다. 또한 본 발명의 강철 소재는 그 표면에 상기의 초소수성 표면을 포함한다.

<0011> 본 발명의 초소수성 표면의 제조방법은 (a) 강철 표면을 식각하는 단계, (b) 상기 식각한 강철 표면을 산화시켜 상기 강철 표면 상에 나노/마이크로 패턴을 형성하는 단계 및 (c) 상기 나노/마이크로 패턴이 형성된 강철 표면 상에 소수성 박막을 형성하는 단계를 포함하여 이루어진다.

【발명의 효과】

<0012> 본 발명에 따르면, 강철 표면에 형성되는 접촉각이 크며 접촉각 이력이 작은 초소수성 표면과 이를 포함하는 강철 소재와 그 제조방법을 제공한다.

<0013> 본 발명에 따라 제조된 표면과 이를 포함하는 강철 소재는 자기세척 기능을 가지며, 본 발명에 의하여 자연에서와 같이 연꽃잎 또는 소금쟁이가 보이는 초소수성 성질을 갖는 표면구조를 인공적으로 형성할 수 있다.

<0014> 본 발명의 초소수성 표면과 이를 포함하는 강철 소재는 내지문성, 내소착성, 자기세정성 등이 요구되는 분야에 응용될 수 있다.

【도면의 간단한 설명】

<0015> 도 1은 본 발명의 초소수성 표면을 포함하는 강철 소재를 제조하는 방법을 순차적으로 설명한 개념도이다.

도 2a는 판상 구조 (nano-flake)를 포함하는 초소수성 강철 표면의 SEM 사진이다.

도 2b는 판상 구조가 모인 꽃잎 형태의 구조를 포함하는 초소수성 강철 표면의 SEM 사진이다.

도 3a 내지 도 3c는 판상 구조와 꽃잎 형태의 구조의 각 부분의 EDS 성분분석 그래프이다.

도 4a는 판상 나노 구조를 포함하는 표면상에 소수성 박막 코팅을 실시한 강철의 확대도이다.

도 4b는 도 4a의 표면에서의 물방울의 모양을 촬영한 사진이다.

도 4c는 복합 나노 구조를 포함하는 표면상에 소수성 박막 코팅을 실시한 강

철의 확대도이다.

도 4d는 도 4c의 표면에서의 물방울의 모양을 촬영한 사진이다.

도 5는 CF_4 플라즈마 처리 시간과 물과의 접촉 시간을 변화하며 측정한 접촉각의 변화 그래프이다.

【발명을 실시하기 위한 구체적인 내용】

<0016> 본 발명의 초소수성 표면은 나노/마이크로 패턴이 형성된 강철 표면 및 상기 강철 표면 상에 형성된 소수성 박막을 포함하여 이루어진다. 상기 초소수성 표면은 접촉각이 150도 이상일 수 있고, 접촉각 이력은 5도 이하일 수 있다.

<0017> 또한, 상기 강철 표면과 상기 소수성 박막 사이에 철산화물을 더 포함할 수 있다.

<0018> 상기 나노/마이크로 패턴은 나노 판상 구조, 나노 침상 구조, 꽃잎 형태의 구조 또는 이들의 혼합인 것일 수 있고, 상기 나노 판상 구조 또는 상기 나노 침상 구조의 두께는 10 ~ 100 ㎚일 수 있다. 상기 꽃잎 형태의 구조는 마이크로 구조일 수 있다.

<0019> 상기 소수성 박막은 규소 및 산소 함유 비정질 탄소 (a-C:H:Si:O), 테프론 및 하이드로카본으로 이루어진 군에서 선택되는 적어도 어느 하나를 포함할 수 있고, 상기 소수성 박막은 1 ~ 1000 ㎚일 수 있다.

<0020> 상기 강철 표면은 Cr, C, Si, Mn, P 및 S로 이루어진 군에서 선택되는 적어도 어느 하나를 더 포함하는 강철의 표면일 수 있다.

<0021> 본 발명의 초소수성 표면을 포함하는 강철 소재는 그 표면에 상기의 본 발명의 초소수성 표면을 포함하는 것이다.

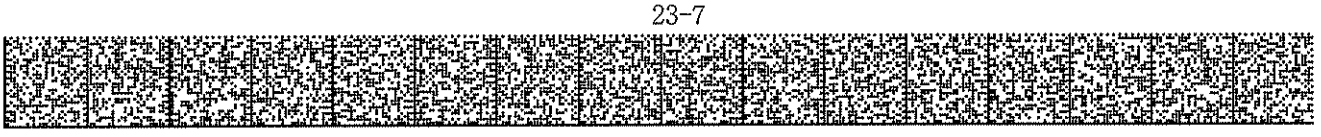
<0022> 본 발명의 초소수성 표면의 제조방법은 (a) 강철 표면을 식각하는 단계, (b) 상기 식각한 강철 표면을 산화시켜 상기 강철 표면 상에 나노/마이크로 패턴을 형성하는 단계 및 (c) 상기 나노/마이크로 패턴이 형성된 강철 표면 상에 소수성 박막을 형성하는 단계를 포함하여 이루어진다.

<0023> 상기 식각은 CF_4, CHF_3, C_2F_6, $C_2Cl_2F_4$, C_3F_8, C_4F_8 및 SF_6로 이루어진 군에서 선택되는 적어도 어느 하나를 이용하는 것이고, 상기 식각은 2 ~ 10 Pa의 식각압력 및 100 ~ 300 W r.f. 전원 조건에서 수행하는 플라즈마 식각일 수 있다.

<0024> 상기 산화는 강철 표면을 수분에 접촉시키거나 물에 담가 수행하는 것일 수 있다. 플라즈마 에칭된 강철 표면이 물과 반응하여 표면 산화가 촉진되어 Fe_2O_4를 주성분으로 하는 표면에 수직하게 배열된 나노 판상 구조가 발달하게 되고, Fe_2O_3를 주성분으로 하는 꽃잎 형태의 마이크로 구조가 공존하게 된다.

<0025> 상기 소수성 박막은 PACVD 법, 이온빔 법, Filtered Vacuum Arc 법 또는 Physical Vapor Deposition 법으로 형성하는 것일 수 있고, 상기 PACVD 법은 헥사메틸다이실록세인 또는 불소를 포함하는 가스를 이용하여 2 ~ 10 Pa 압력 조건에서 수행되는 것일 수 있다.

<0026> 이하, 도면을 참조하여 본 발명의 제조방법 및 이에 의하여 제조된 초소수성 표면과 이를 포함하는 강철 소재에 대하여 설명하도록 한다.



<0027> 구체적으로, 도 1에 도시된 바와 같이, 강철 표면에 소정의 형상을 갖는 나노 판상 구조 (nano-flake) 또는 나노 침상 구조를 형성하고, 이 나노 판상 구조가 모여 꽃잎과 같은 패턴을 형성하여 서브 마이크론 크기의 마이크로 패턴을 형성할 수 있다. 강철 표면에 CF_4 플라즈마 식각을 통하여 강철을 구성하고 있는 Cr을 부분적으로 식각하고, 플라즈마 식각된 강철 표면과 물과의 반응성을 높임으로써 나노 판상 구조가 형성된다. 나노 판상 구조는 물과의 반응하는 시간을 변화시킴에 따라서 나노 판상 구조만 형성되거나, 나노 판상 구조가 모여서 꽃잎 구조를 형성하게 된다. 플라즈마 처리된 강철 표면이 물과 반응하게 되면 표면에 철산화물 (Fe_2O_3 and Fe_3O_4)이 형성된다. 플라즈마 처리된 강철 표면과 물과의 반응은 플라즈마 처리된 강철을 물속에 담글 수도 있고, 물을 강철 표면에 올려놓아서 반응을 유도할 수도 있다.

<0028> 그 후, 도 1에 도시된 바와 같이, 나노 판상 구조를 덮도록 소수성 박막을 형성한다. 소수성 박막은 PACVD 법을 통하여 형성되는 규소 및 산소함유 비정질 탄소 박막일 수 있다. 다른 실시예로, 상기 소수성 박막은 테프론, 하이드로카본류 등 표면에너지가 작은 특성을 가진 박막들을 포함할 수도 있다.

<0029> 이와 같은 공정에 의하여 초소수성의 표면을 포함하는 강철 소재를 얻을 수 있다. 이렇게 제작된 본 발명의 초소수성 표면은 접촉각이 150도 이상이고, 접촉각 이력이 5도 이하이다. 이와 같은 큰 접촉각과 작은 접촉각 이력의 특성을 보이는 이유는 다음과 같다.

<0030> 먼저, 종래와 비교하여 나노 크기의 판상 구조가 강철 표면에 형성되기 때문에 순수와 같은 유체와의 접촉 면적이 현저하게 감소하게 된다. 또한 표면에너지가 작은 규소 및 산소함유 비정질 탄소 박막을 형성함으로써 구조적으로는 접촉 면적을 극소화할 수 있고, 표면 화학적으로는 표면에너지가 낮은 소재가 코팅됨으로써 순수와 같은 유체와의 접촉각을 높일 수 있으며, 접촉각 이력을 극소화할 수 있다. 따라서 전체적으로 표면에 대한 젖음 특성이 현저히 줄어들게 되는 것이다.

<0031> 이하 실시예를 통하여 본 발명을 보다 상세히 설명한다. 다만, 이는 본 발명의 이해를 돕기 위한 것일 뿐, 본 발명이 이에 한정되는 것은 아니다.

<0032> < 실시예 1 >

<0033> 실시예 1을 통하여 물 접촉 시간에 따른 표면 구조의 변화를 확인하였다.

<0034> CF_4 가스를 사용하여 r.f. PACVD를 이용한 플라즈마 식각 (plasma etching)을 통하여 강철 표면을 처리한 후 물에 반응시켜서 표면 산화를 촉진시켰다. 이때, 챔버 내의 압력을 2 Pa로 유지하였다. 도 2a는 이렇게 제조된 강철 표면의 SEM 사진이다. CF_4 가스를 사용하여 강철 표면을 10 ~ 60분 플라즈마 처리하고, 플라즈마 처리된 강철 표면을 3 ~ 5분간 물속에 담궜다 빼어 나노 판상 구조가 형성되었다 (도 2a), 물에 담그는 시간을 5 ~ 10 분으로 늘이면 나노 판상 구조가 모여서 꽃잎 구조를 형성하여 복합 나노 구조가 형성된다 (도 2b).

<0035> 플라즈마 처리 후 물과의 반응 시간을 조절함에 따라서 강철 표면의 나노 구

조체의 형상이 변화함을 알 수 있었다. 이 원리를 이용하여, 작업자는 원하는 크기 및 분포의 나노 구조체를 제조할 수 있다.

<0036> < 실시예 2 >

<0037> 실시예 2에서는 실시예 1의 결과를 참조하여 소수성 박막까지 형성한 완성된 본 발명의 초소수성 표면을 제조하였다.

<0038> r.f. PACVD를 이용하여 CF_4 플라즈마를 이용하여 강철 표면을 식각하였다. 이때, CF_4만을 가스로 사용하였고, 식각 압력은 3 Pa이었고, r.f. 전원은 200 W로 플라즈마 식각하였다. CF_4 플라즈마 식각 처리를 통하여 강철을 구성하고 있는 Cr이 상대적으로 많이 식각되기 때문에 강철 표면은 강철 내부에 비해서 Fe가 많이 노출되게 되며, F (불소)원소가 강철 표면에 주입되게 되어 강철 표면에 분포하게 된다.

<0039> 다음으로 CF_4 플라즈마 식각된 강철 표면을 물에 담그는 방법에 대해서 구체적으로 설명한다. CF_4 플라즈마 식각된 강철을 물에 담그고, 담그는 시간을 조절하여 나노 판상 구조의 형상을 조절하였다. CF_4 플라즈마 식각을 하게 되면, 앞서 상술한 바와 같이 강철에 포함된 Cr이 상대적으로 많이 식각되고, Fe가 표면층에 노출되고, F 원소가 표면에 있는 상태이기 때문에 물과의 반응 시 급속한 산화 반응에 의하여 판상 구조의 나노 패턴이 형성된다. 본 실시예 2에서 사용된 강철은 Cr

(7.7 ~ 9.5 중량%), Fe (90 중량%), C (0.5 중량%), Si (1 ~ 2 중량%), Mn (0.6 중량% 이하), P, S (각각 0.03 중량%)인 강철을 사용하였다. 특히 Cr의 함량에 따라서 강철은 다양하게 구분되는데, 본 실시예 2에서 사용된 Cr함량을 가진 강철 이외에도 다양한 Cr 함량을 가진 강철에서도 유사한 결과가 나올 것으로 예측할 수 있다.

<0040> 한편, 도 2에서 제시된 것처럼 제조된 나노 판상 구조는 물과의 반응시간에 따라서 형상이 달라진다. 이러한 실시예 2에서 형성한 나노 판상 구조를 EDS로 분석한 결과는 도 3에 나타나 있다. 도 3에서 보이는 것처럼 본 나노 판상 구조는 Fe_3O_4로 분석되며, 나노 판상 구조가 단순 구조일 때보다 판상 구조가 모여서 형성된 복합 나노 구조 (Fe_2O_3)에서 산소의 양이 상대적으로 많아짐을 알 수 있다.

<0041> 마지막으로, 물과의 반응에 의하여 나노 판상 구조가 형성된 강철 상에 소수성 박막을 형성하는 과정에 대하여 설명한다.

<0042> 소수성 박막은 PACVD 방법을 통하여 형성하였으며, 규소 및 산소함유 비정질 탄소 박막을 형성하였다. 이러한 소수성 박막은 13.56 Mhz r.f. plasma decomposition of mixed gas of HMDSO (hexamethyldisiloxane) 가스를 이용하여 증착하였다. 소수성 박막의 두께는 약 10 nm로 일정하게 증착하였으며, 사용된 압력은 5 Pa이었다. 이렇게 제작된 소수성 박막의 표면특성은 r.f. 전원에 의존한다. 이에 대한 구체적은 조건은 참고문헌 (M. Grischke, A. Hieke, F. Morgenweck, H. Dimigen, Diam. Relat. Mater. 7(1998))에서 확인할 수 있다.

<0043> 챔버 내의 압력은 실시예 2에서는 5 Pa로 유지하였으나, 2Pa 내지 10Pa 범위에서 조절될 수 있다.

<0044> 이에 의하여, 나노 판상 구조 상에 소수성 박막이 형성된 초소수성 표면을 갖는 물체 (초소수성 표면을 포함하는 강철 소재)가 완성되었다.

<0045> 이하, 이렇게 제작된 초소수성 표면을 포함하는 강철 소재의 표면 특성을 측정하였다.

<0046> 접촉각의 측정은 Goniometer (Data Physics instrument Gmbh, OCA 20L)를 이용하여 수행하였다. 이 장비로 표면의 고착된 물방울 (sessile droplet)의 광학적 이미지와 접촉각을 측정할 수 있다. 정적 접촉각 (static contact angle)은 표면에 5 ml 물방울을 조심스럽게 위치 (gentle landing)시킴으로써 측정하였으며, 접촉각 이력을 측정하기 위한 동적 접촉각 (dynamic contact angle)을 측정하기 위해서 주사기에서 나오는 물의 양을 자동적으로 변화시켰다. 전진각 (advnacing angle)의 경우에 물의 부피를 0.053 ml/sec 속도에서 2 내지 5 ml로 점차 증가시키면서 측정하였고 후진각 (receding angle)은 같은 속도로 물방울의 물을 제거하면서 측정하였다.

<0047> 도 4a는 물과의 접촉 시간을 상대적으로 짧게하여 복합 나노 구조가 형성되지 않고 판상 나노 구조가 존재하는 표면상에 소수성 박막 코팅을 실시한 강철의 확대도이고, 도 4b는 도 4a의 표면상에서의 물방울의 모양을 촬영한 사진이다.

<0048> 도 4c는 물과의 접촉 시간을 늘여서 꽃 모양의 복합 나노 구조가 발달하도록 하여 복합 나노 구조가 형성된 표면상에 소수성 박막 코팅을 실시한 강철의 확대도

이고, 도 4d는 도 4c의 표면에서 접촉각을 측정하기 위하여 강철 표면상에서의 물방울의 모양을 촬영한 사진이다.

<0049> 나노 패턴이 없는 평활한 강철 표면에 소수성 박막이 형성되었을 때 측정된 접촉각은 85도로 측정되었으며, 이 값은 소수성 박막 표면의 화학적 특성을 대변하는 값으로 사용할 수 있다.

<0050> 도 5는 물과의 접촉시간과 CF_4 플라즈마 처리시간을 다양하게 변화시키면서 형성된 다양한 형태의 나노 구조를 가진 강철 상에 소수성 박막이 코팅된 경우의 물방울의 접촉각을 측정한 것이다.

<0051> Cr의 함량이 9 중량%인 강철을 대상으로 시행한 결과 CF_4 플라즈마 처리된 강철 표면이 물과의 접촉 반응 시간이 증가함에 따라서 형성된 패턴의 형상이 단순 구조에서 복합구조로 변화하게 되고 이러한 표면에서의 물방울 접촉각은 증가하게 됨을 알 수 있다. 복합구조를 갖고 물과의 접촉각이 150도 이상을 보이는 상태의 시편에서 접촉각 이력은 3도였다.

<0052> 본 발명은 CF_4 플라즈마 및 물과의 반응에 의하여 형성된 나노 구조를 갖는 초소수 특성을 가진 강철 표면의 제작에 국한하지 않고, 또한 특수한 강철 종류에 국한하지 않는다.

【특허청구범위】

【청구항 1】

나노/마이크로 패턴이 형성된 강철 표면 및 상기 강철 표면 상에 형성된 소수성 박막을 포함하는 초소수성 표면.

【청구항 2】

제1항에 있어서, 상기 초소수성 표면은 접촉각이 150도 이상이고, 접촉각 이력은 5도 이하인 것인 초소수성 표면.

【청구항 3】

제1항에 있어서, 상기 강철 표면과 상기 소수성 박막 사이에 철산화물을 더 포함하는 것인 초소수성 표면.

【청구항 4】

제1항에 있어서, 상기 나노/마이크로 패턴은 나노 판상 구조, 나노 침상 구조, 꽃잎 형태의 구조 또는 이들의 혼합인 것인 초소수성 표면.

【청구항 5】

제4항에 있어서, 상기 나노 판상 구조 또는 상기 나노 침상 구조의 두께는 10 ~ 100 ㎚인 것인 초소수성 표면.

【청구항 6】

제1항에 있어서, 상기 소수성 박막은 규소 및 산소 함유 비정질 탄소, 테프론 및 하이드로카본으로 이루어진 군에서 선택되는 적어도 어느 하나를 포함하는 것인 초소수성 표면.

【청구항 7】

제1항에 있어서, 상기 소수성 박막은 1 ~ 1000 ㎚인 것인 초소수성 표면.

【청구항 8】

제1항에 있어서, 상기 강철 표면은 Cr, C, Si, Mn, P 및 S로 이루어진 군에서 선택되는 적어도 어느 하나를 더 포함하는 강철의 표면인 것인 초소수성 표면.

【청구항 9】

제1항 내지 제8항 중 어느 하나의 항의 초소수성 표면을 포함하는 강철 소재.

【청구항 10】

(a) 강철 표면을 식각하는 단계;

(b) 상기 식각한 강철 표면을 산화시켜 상기 강철 표면 상에 나노/마이크로 패턴을 형성하는 단계; 및

(c) 상기 나노/마이크로 패턴이 형성된 강철 표면 상에 소수성 박막을 형성하는 단계

를 포함하는 초소수성 표면의 제조방법.

【청구항 11】

제10항에 있어서, 상기 식각은 CF_4, CHF_3, C_2F_6, $C_2Cl_2F_4$, C_3F_8, C_4F_8 및 SF_6로 이루어진 군에서 선택되는 적어도 어느 하나를 이용하는 플라즈마 식각인 것인 초소수성 표면의 제조방법.

【청구항 12】

제11항에 있어서, 상기 식각은 2 ~ 10 Pa의 식각압력 및 100 ~ 300 W r.f. 전원 조건에서 수행하는 플라즈마 식각인 것인 초소수성 표면의 제조방법.

【청구항 13】

제10항에 있어서, 상기 산화는 강철 표면을 수분에 접촉시키거나 물에 담가 수행하는 것인 초소수성 표면의 제조방법.

【청구항 14】

제10항에 있어서, 상기 소수성 박막은 PACVD 법, 이온빔 법, Filtered Vacuum Arc 법 또는 Physical Vapor Deposition 법으로 형성하는 것인 초소수성 표면의 제조방법.

【청구항 15】

제14항에 있어서, 상기 PACVD 법은 헥사메틸다이실록세인 또는 불소를 포함하는 가스를 이용하여 2 ~ 10 Pa 압력 조건에서 수행되는 것인 초소수성 표면의 제조방법.

【청구항 16】

제10항에 있어서, 상기 초소수성 표면은 접촉각이 150도 이상이고, 접촉각 이력은 5도 이하인 것인 초소수성 표면의 제조방법.

【청구항 17】

제10항에 있어서, 상기 강철 표면과 상기 소수성 박막 사이에 철산화물을 더 포함하는 것인 초소수성 표면.

【청구항 18】

제10항에 있어서, 상기 나노/마이크로 패턴은 철산화물을 포함하는, 나노 판상 구조, 나노 침상 구조, 꽃잎 형태의 구조 또는 이들의 혼합인 것인 초소수성 표면의 제조방법.

【청구항 19】

제10항에 있어서, 상기 나노 판상 구조 또는 상기 나노 침상 구조의 두께는 10 ~ 100 ㎚인 것인 초소수성 표면의 제조방법.

【청구항 20】

제10항에 있어서, 상기 소수성 박막은 규소 및 산소 함유 비정질 탄소, 테프론 및 하이드로카본으로 이루어진 군에서 선택되는 적어도 어느 하나를 포함하는 것인 초소수성 표면의 제조방법.

【청구항 21】

제10항에 있어서, 상기 소수성 박막은 1 ~ 1000 ㎚인 것인 초소수성 표면의 제조방법.

【청구항 22】

제10항에 있어서, 상기 강철 표면은 Cr, C, Si, Mn, P 및 S로 이루어진 군에서 선택되는 적어도 어느 하나를 더 포함하는 강철의 표면인 것인 초소수성 표면의 제조방법.

【요약서】

【요약】

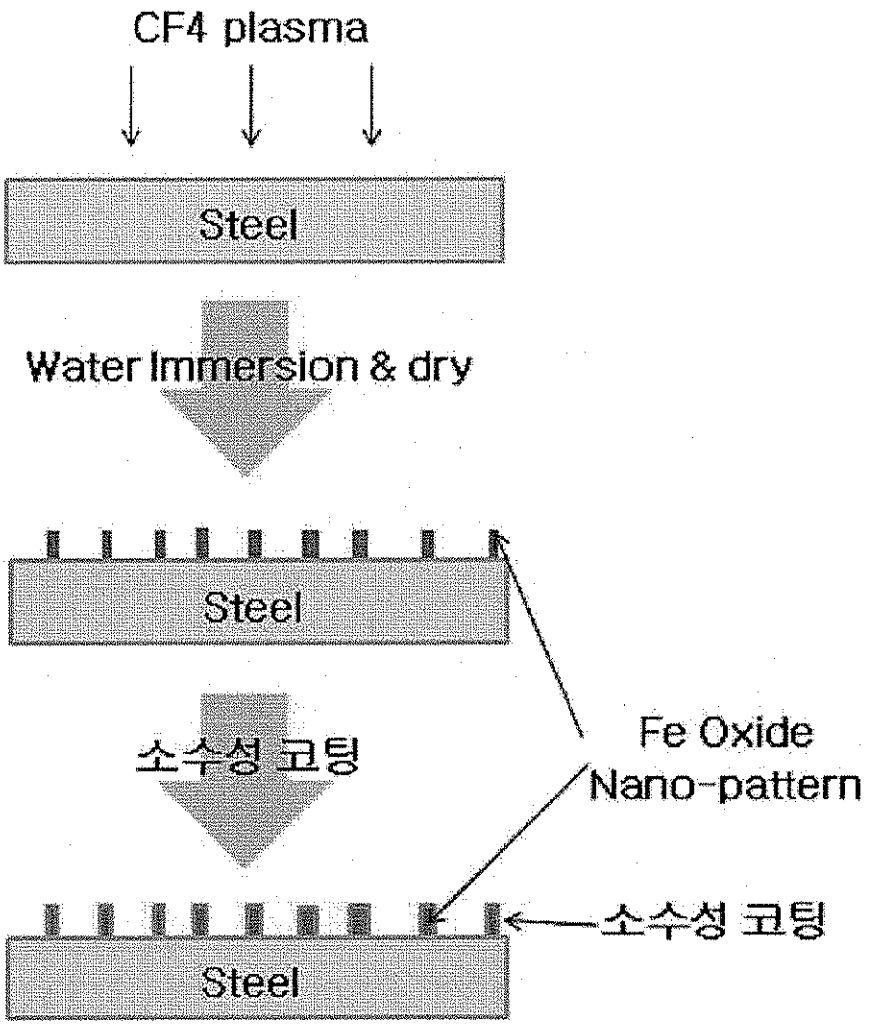
본 발명은 초소수성 표면과 이를 포함하는 강철 소재 및 그 제조방법에 관한 것으로서, 구체적으로, 표면의 젖음성 (wettability)이 현저히 낮고, 유체의 접촉각 (contact angle)이 크며, 접촉각 이력 (contact angle hysteresis)이 작은 초소수성 표면과 이를 포함하는 강철 소재 및 그 제조방법에 관한 것으로서, 본 발명의 초소수성 표면은 나노/마이크로 패턴이 형성된 강철 표면 및 상기 강철 표면 상에 형성된 소수성 박막을 포함하여 이루어지고, 본 발명의 강철 소재는 그 표면에 상기의 초소수성 표면을 포함하며, 본 발명의 초소수성 표면의 제조방법은 (a) 강철 표면을 식각하는 단계, (b) 상기 식각한 강철 표면을 산화시켜 상기 강철 표면 상에 나노/마이크로 패턴을 형성하는 단계 및 (c) 상기 나노/마이크로 패턴이 형성된 강철 표면 상에 소수성 박막을 형성하는 단계를 포함하여 이루어진다.

【대표도】

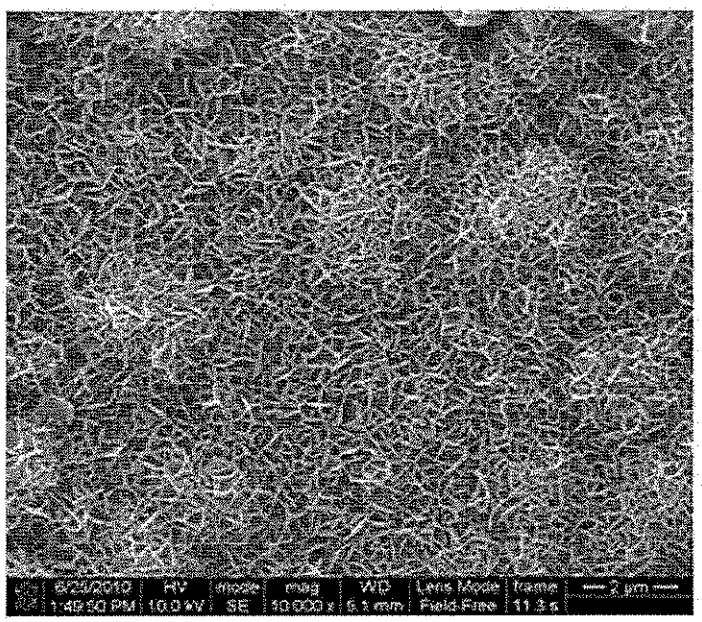
도 2b

【도면】

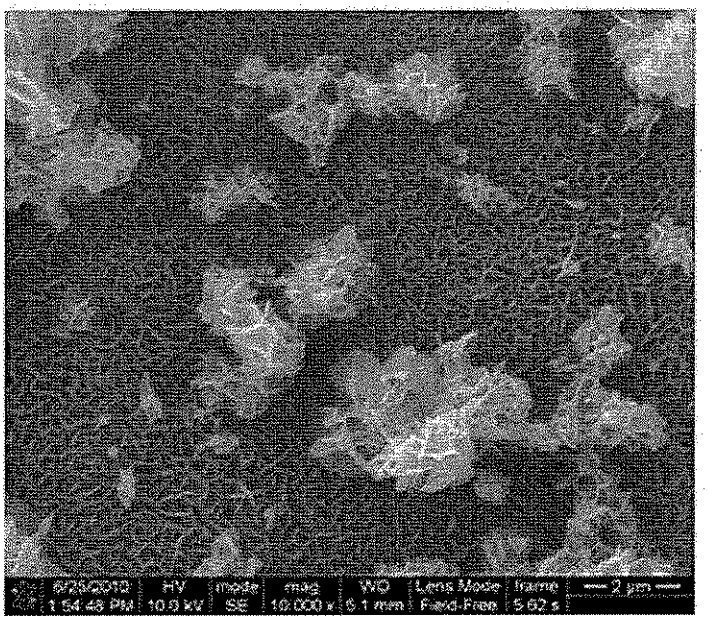
【도 1】


CF4 plasma
Steel
Water Immersion & dry
Steel
소수성 코팅
Fe Oxide
Nano-pattern
소수성 코팅
Steel

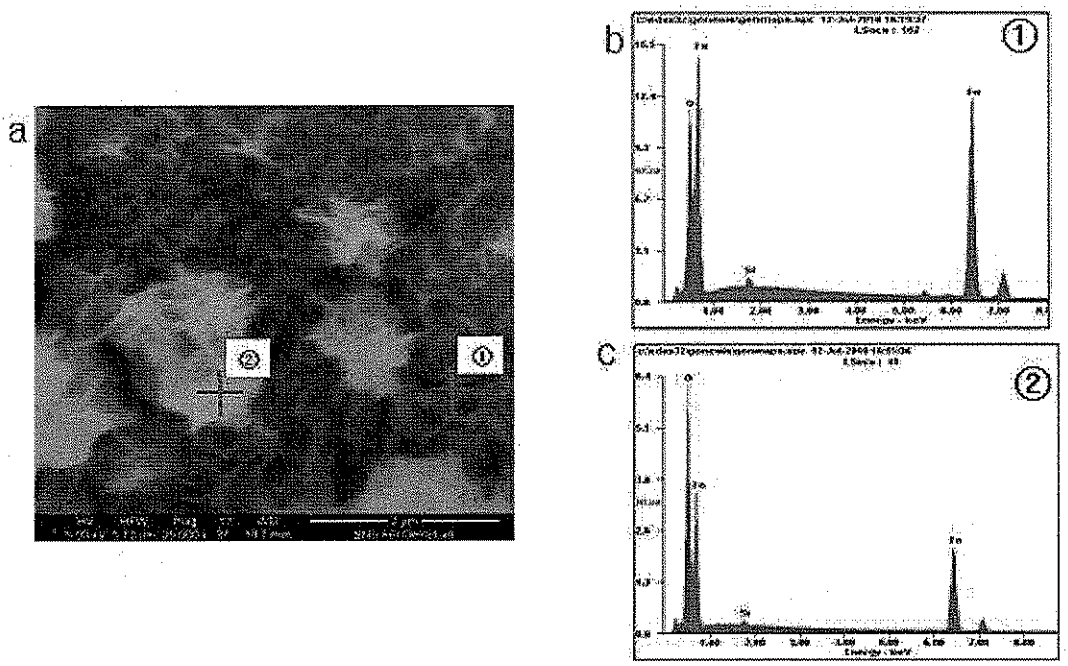
【도 2a】



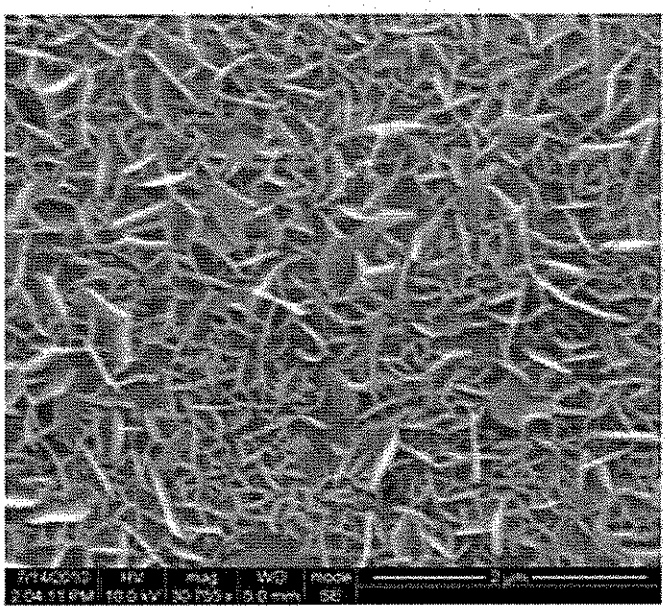
【도 2b】



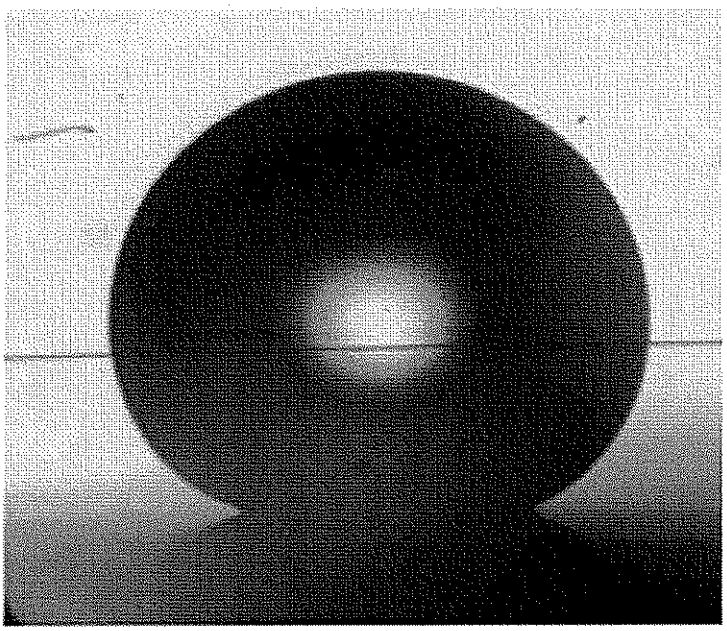
【도 3】



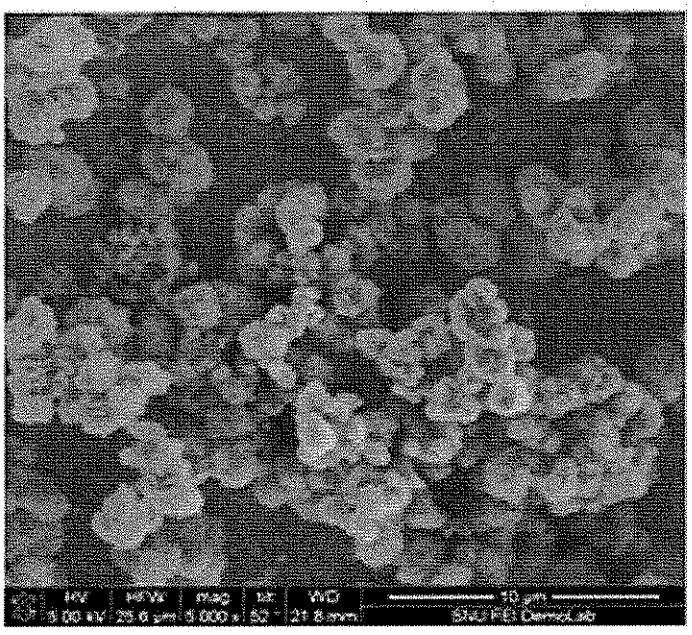
【도 4a】



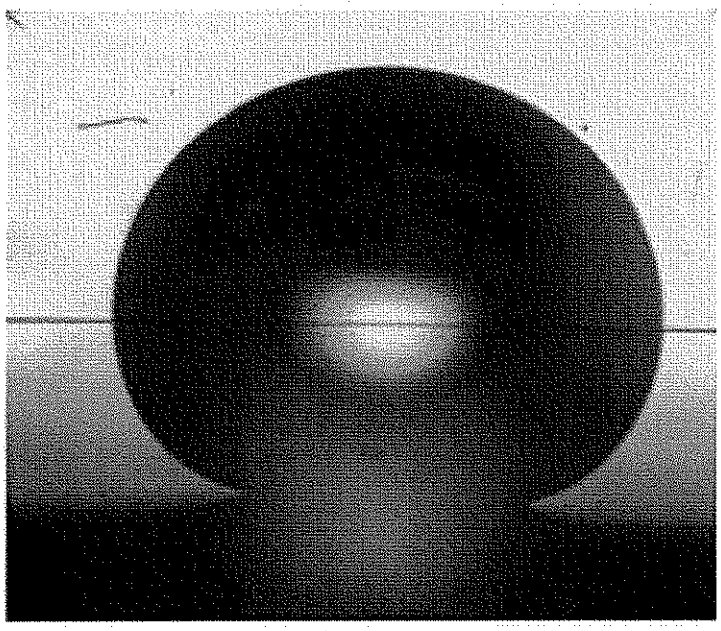
【도 4b】



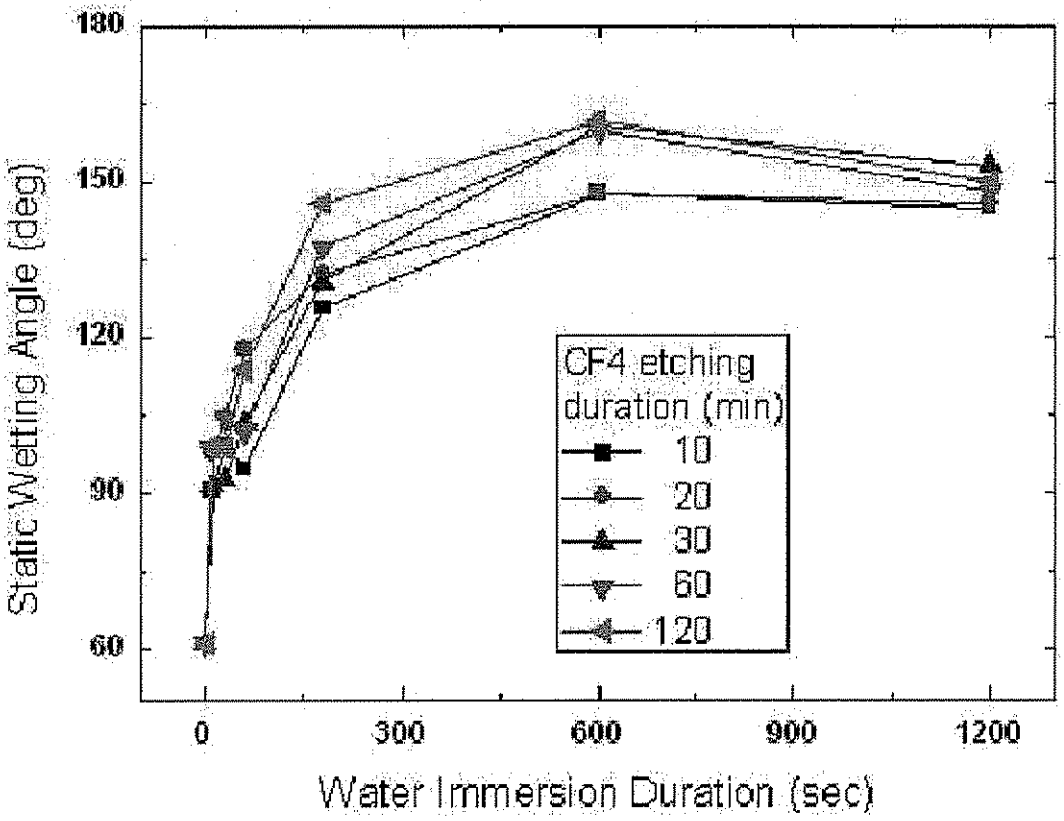
【도 4c】



【도 4d】



【도 5】


180
150
120
90
60
Static Wetting Angle (deg)
0
300
600
900
1200
Water Immersion Duration (sec)
CF4 etching duration (min)
10
20
30
60
120