



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2020년11월30일
(11) 등록번호 10-2184247
(24) 등록일자 2020년11월24일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)

C09D 5/00 (2006.01) B01J 13/02 (2006.01)
C08L 61/24 (2006.01) C08L 61/28 (2006.01)
C09D 201/00 (2006.01) C09D 7/40 (2018.01)
C09D 7/63 (2018.01) C09D 7/65 (2018.01)

(52) CPC특허분류

C09D 5/00 (2019.08)
B01J 13/02 (2013.01)

(21) 출원번호 10-2018-0151861

(22) 출원일자 2018년11월30일

심사청구일자 2018년11월30일

(65) 공개번호 10-2020-0065410

(43) 공개일자 2020년06월09일

(56) 선행기술조사문헌

KR1020170045487 A*

(뒷면에 계속)

전체 청구항 수 : 총 10 항

(73) 특허권자

연세대학교 원주산학협력단

강원도 원주시 흥업면 연세대길 1

성균관대학교 산학협력단

경기도 수원시 장안구 서부로 2066 (천천동, 성균관대학교내)

(72) 발명자

정찬문

강원도 원주시 관부면 시청로 264, 103동 801호
(원주더샵아파트)

이광명

서울특별시 서초구 서초중앙로 188, C동 1601호(서초동, 아크로비스타)

(뒷면에 계속)

(74) 대리인

김보민

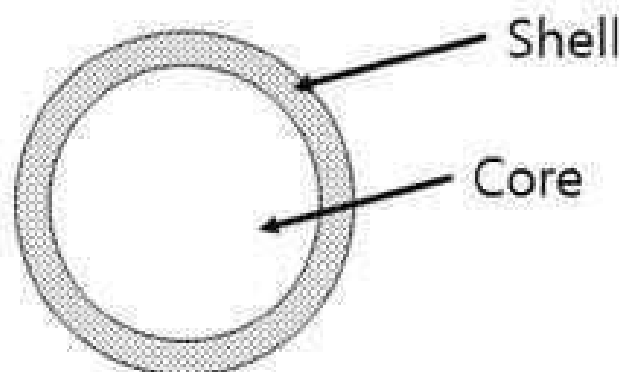
심사관 : 허순옥

(54) 발명의 명칭 이차 손상 방지 기능을 가진 자기치유 보호코팅재

(57) 요약

본 발명은 매트릭스 형성용 고분자 조성물; 및 치유 물질을 함유하며 상기 고분자 조성물 내에 분산되는 마이크로캡슐;을 포함하는 자기치유 코팅액으로서, 상기 치유 물질은 식물유와 다이바이닐 화합물의 혼합물로 구성된다. 상기 자기치유 코팅액이 구조용 재료 등의 기재 상에 도포되어 형성된 코팅재가 균열 또는 스크래치 등에 의해 손상되는 경우 손상 부분의 마이크로캡슐이 깨져 치유 물질이 흘러나와 손상 부분을 메운 후 대기 중 산소의 작용으로 화학반응을 일으켜 점탄성 물질로 전환된다. 상기 점탄성 물질은 치유된 부분에 이차적인 손상이 발생하는 것을 방지할 수 있으므로, 코팅재 및/또는 구조용 재료의 안정성 및 경제성을 향상시킬 수 있다.

대표도 - 도1



(52) CPC특허분류

C08L 61/24 (2013.01)
C08L 61/28 (2013.01)
C09D 201/00 (2013.01)
C09D 7/40 (2018.01)
C09D 7/63 (2018.01)
C09D 7/65 (2018.01)
C09D 7/69 (2018.01)

(72) 발명자

김동민

강원도 삼척시 동해대로 4122-27, 404호(교동, 강
 부2차아파트)

송인호

경기도 수원시 권선구 서부로 1534, 102동 905호(
 고색동, 대한아파트)

최주영

강원도 원주시 일산로 61-2 (원동)

진승원

경기도 하남시 하남유니온로 70, 106동 1603호(신
 장동, 하남유니온시티에일린의뜰)

남경남

강원도 원주시 명륜초교길 17-1(개운동)

박형주

경기도 과천시 별양로 180, 811동 1105호(부림동,
 주공아파트)

(56) 선행기술조사문헌

논문1: ZHAO, D. 등

논문 2: KIM, D. 등

논문 3: MIRABEDINI, S. M. 등

KR1020170052187 A

*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호	18SCIP-B103706-04
부처명	국토교통부
과제관리(전문)기관명	국토교통과학기술진흥원
연구사업명	건설기술연구사업
연구과제명	캡슐 활용 균열 자기치유 코팅재 개발
기 여 율	1/1
과제수행기관명	연세대학교 원주산학협력단
연구기간	2018.01.01 ~ 2018.12.31

명세서

청구범위

청구항 1

매트릭스 형성용 고분자 조성물; 및

치유 물질을 함유하며 상기 고분자 조성물 내에 분산되는 마이크로캡슐;을 포함하는 자기치유 코팅액으로서,

여기에서 상기 치유 물질은 식물유와 다이바이닐(Divinyl) 화합물의 혼합물이고,

상기 다이바이닐 화합물은 치유물질 총중량에 대하여 0.1 내지 30 중량%를 포함하며, 상기 자기치유 코팅액이 기재 상에 도포되어 형성된 코팅재가 손상을 입는 경우 손상 부분의 마이크로캡슐이 깨져 치유 물질이 흘러나와 손상 부분을 메운 후 산소에 의해 점탄성 물질로 전환되는 자기치유 코팅액.

청구항 2

제1항에 있어서,

상기 식물유는 아마인유(linseed oil), 동유(tung oil), 채종유, 오동유, 대두유, 탈수 피마자유, 평지씨유(rapeseed oil), 참기름, 들기름, 면실유, 미강유(rice bran oil), 콩기름 및 옥수수기름으로 이루어진 군으로부터 선택되는 어느 하나 이상을 포함하는 것을 특징으로 하는 자기치유 코팅액.

청구항 3

제1항에 있어서,

상기 다이바이닐 화합물은 1,3-부탄디올 디메타크릴레이트, 1,4-부탄디올 디메타크릴레이트, 에틸렌글리콜 디메타크릴레이트, 디우레탄 디메타크릴레이트, 1,6-헥산디올 디메타크릴레이트, 트리에틸렌글리콜 디메타크릴레이트, 디에틸렌글리콜 디메타크릴레이트, 1,3-부탄디올 디아크릴레이트, 1,4-부탄디올 디아크릴레이트, 1,6-헥산디올 디아크릴레이트, 1,6-헥산디올 에톡실레이트 디아크릴레이트, 비스페놀A 에톡실레이트 디아크릴레이트, 비스페놀A 프로폭실레이트 디아크릴레이트, 폴리에틸렌글리콜 디아크릴레이트, 테트라(에틸렌글리콜)디아크릴레이트, 디(에틸렌글리콜)디아크릴레이트, 에틸렌글리콜 디아크릴레이트, 에틸렌 디아크릴레이트, 네오헥틸글리콜 디아크릴레이트, 폴리(프로필렌글리콜)디아크릴레이트 및 트리(프로필렌글리콜)디아크릴레이트로 이루어진 군으로부터 선택되는 어느 하나 이상을 포함하는 것을 특징으로 하는 자기치유 코팅액.

청구항 4

삭제

청구항 5

제1항에 있어서,

상기 마이크로캡슐의 직경은 5 내지 500 μm 인 자기치유 코팅액.

청구항 6

제1항에 있어서,

상기 마이크로캡슐의 캡슐막 재질인 고분자는 우레아-포름알데히드 고분자, 우레아-멜라민-포름알데히드

고분자, 멜라민-포름알데히드 고분자로 이루어진 군에서 선택되는 고분자인 자기치유 코팅액.

청구항 7

제1항에 있어서,

상기 매트릭스 형성용 고분자 조성물은 에나멜 페인트, 아크릴계 수지, 비닐계 수지, 에폭시계 수지, 염화 고무계 수지, 폴리우레탄계 수지, 폴리에스테르계 수지, 폴리아크릴레이트계 수지, 멜라민계 수지, 에폭사이드계 코팅제, 폴리에스테르-에폭사이드계 수지 및 실리콘계 수지로 이루어지는 군에서 선택되는 1종 이상의 고분자를 포함하는 자기치유 코팅액.

청구항 8

제1항에 있어서,

상기 자기치유 코팅액 내의 마이크로캡슐의 함량은 자기치유 코팅액 총중량을 기준으로 5 내지 50 중량%인 자기치유 코팅액.

청구항 9

1) 식물유 및 다이바이닐 화합물의 혼합물을 함유한 마이크로캡슐을 제조하는 단계;

2) 매트릭스 형성용 조성물 내에 상기 단계 1)의 마이크로캡슐을 투입하고 균일하게 분산하는 단계를 포함하고,

상기 다이바이닐 화합물은 치유물질 총중량에 대하여 0.1 내지 30 중량%를 포함하고, 자기치유 코팅액은 산소에 의해 치유되는 자기치유 코팅액 제조 방법.

청구항 10

제1항의 자기치유 코팅액이 기재 상에 도포되어 제조된 자기치유 코팅재.

청구항 11

제 10 항에 있어서,

상기 기재는 금속, 콘크리트, 세라믹, 모르타르, 플라스틱, 복합 재료, 석재 및 목재로 이루어진 군에서 선택되는 1종 이상의 기재를 포함하는 코팅재.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 이차 손상 방지 기능을 가진 자기치유 코팅액 및 이를 이용한 자기치유 코팅재에 관한 것이다.

배경 기술

[0003] 구조용 재료로서 주로 사용되는 콘크리트나 강철 등의 재료는 수분, 염소 이온 등에 의해 부식이 진행될 수 있고, 이에 따라 재료의 기계적 성능이 현저하게 감소될 수 있다. 이에, 상기와 같은 구조용 재료의 부식을 방지하기 위하여 구조용 재료의 표면에 보호코팅액(protective coating formulation)을 도포하는 것이 일반적이었다.

[0005] 그러나, 종래에는 보호코팅액이 기재 상에 도포되어 건조된 보호코팅재(protective coating)가 자기치유 기능이

없어, 보호코팅재에 손상 발생 시 손상된 틈으로 수분, 염소 이온 등이 침투하여 부식이 계속 진행될 수 있었다. 이에, 부식을 방지하기 위하여 코팅재의 손상 부분을 보수하거나 교체하여야 했으므로, 상기 보수 또는 교체에 따른 비용이 발생하는 문제점이 있었다.

[0007] 최근 고분자 물질에 자기치유 성질을 부여하여, 균열 등의 손상이 발생하는 경우 재료 스스로 치유할 수 있도록 함으로써 코팅재 및/또는 구조용 재료의 수명을 획기적으로 증가시키고, 보수 또는 교체에 따른 비용을 절감할 수 있어 경제적으로도 유리하며, 기타 여러 가지 장점을 가지고 있는 자기치유성 보호코팅재(self-healing protective coating) 기술이 많은 관심을 끌고 있다.

[0009] 그 중 대표적인 기술은 치유 물질을 함유한 마이크로캡슐을 코팅액 조성물 중에 분산시켜 놓는 방식의 마이크로캡슐형 자기치유성 보호코팅재 기술이다. 현재까지 개발된 방법에서는 코팅재가 손상되면 손상된 부분의 마이크로캡슐이 깨져, 안에 있던 치유 물질이 흘러나와 손상 부분을 채우고 중합 반응을 일으켜 딱딱한 고체가 됨으로써 치유가 이루어진다. 그러나 이러한 방법에서는 치유된 부분에 이차적인 손상이 발생하기 쉬우며, 또한 이미 손상 부분의 캡슐이 깨져 치유 물질이 소모된 상태이기 때문에 반복적인 치유가 불가능한 문제점이 있었다.

[0011] 특히 교량이나 터널, 건물 등에 사용되는 구조용 재료는 자동차 통행, 기계 운전 등에 의한 다양한 진동에 노출되고 이러한 진동은 자기치유된 고체 부분에 이차 손상을 생성 및 전파 시킬 수 있다. 또한, 종래의 마이크로캡슐형 자기치유성 보호코팅재 기술에서는 대부분 치유 물질을 중합시키기 위한 촉매를 사용하며 광조사 등의 조치가 필요한 경우가 많았다.

선행기술문헌

특허문헌

[0013] (특허문헌 0001) 대한민국 등록특허 제10-1168038호

(특허문헌 0002) 대한민국 등록특허 제10-1780451호

비특허문헌

[0014] (비특허문헌 0001) Soo Hyoun Cho, Scott R. White, and Paul V. Braun, Self-Healing Polymer Coatings, Adv. Mater. 2009, 21, 645-649.

(비특허문헌 0002) Hye-In Yang, Dong-Min Kim, Hwan-Chul Yu, and Chan-Moon Chung, Microcapsule-Type Organogel-Based Self-Healing System Having Secondary Damage Preventing Capability, ACS Appl. Mater. Interfaces, 2016, 8, 11070-11075.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0015] 본 발명은 상기와 같은 문제점을 해결하기 위하여 안출한 것으로서, 치유 물질이 손상부를 메운 후 점탄성을 가진 식물유 기반의 고분자로 전환됨으로써, 이차 손상의 생성 및 전파를 방지할 수 있는 자기치유 코팅액 및 이를 이용한 자기치유 코팅재를 제공하고자 하였다.

과제의 해결 수단

[0017] 상기와 같은 과제를 달성하기 위한 본 발명의 일실시예에서는, 매트릭스 형성용 고분자 조성물; 및 치유 물질을 함유하며 상기 고분자 조성물 내에 분산되는 마이크로캡슐;을 포함하는 자기치유 코팅액으로서, 상기 치유 물질은 식물유와 다이바이닐 화합물의 혼합물을 포함하고, 상기 자기치유 코팅액이 기재 상에 도포되어 형성된 코팅재가 손상되는 경우 손상 부분의 마이크로캡슐이 깨져 치유 물질이 흘러나오고, 상기 치유 물질이 손상 부분을 메운 후 점탄성 물질로 전환되는 자기치유 코팅액을 제공한다.

[0018] 본 발명의 또 다른 일실시예에서, 상기 자기치유 코팅액을 제조하기 위한 방법으로서, (a) 식물유 및 다이바이닐 화합물을 함유한 마이크로캡슐을 제조하는 단계; (b) 매트릭스 형성용 고분자 조성물 내에 마이크로캡슐을

투입하고 균일하게 분산하는 단계를 포함하는 자기치유 코팅액 제조방법을 제공한다.

[0019] 본 발명의 또 다른 일실시예에서, 상기 자기치유 코팅액을 기재 상에 도포하여 형성한 자기치유 코팅재를 제공한다.

발명의 효과

[0021] 본 발명에 따르면, 자기치유 코팅액이 기재 상에 도포되어 형성된 코팅재에 있어서 손상이 치유된 부분에 이차적인 손상이 발생하는 것을 방지할 수 있으므로, 코팅재 및/또는 구조용 재료의 안정성 및 경제성을 향상시킨다.

[0022] 또한, 본 발명에 따르면, 자기치유 코팅액이 기재 상에 도포되어 형성된 코팅재의 성능 활성화 시 촉매를 사용하지 않으며, 광조사 같은 별도의 조건 없이도 성능을 발현시킬 수 있는 효과가 있다.

도면의 간단한 설명

[0024] 도 1은 본 발명의 실시예 1에 따라 제조된 마이크로캡슐의 개략적인 구조를 나타낸 것이다:

코어(core) 부분에는 치유물질이 함유되어 있고, 캡슐막(shell) 부분은 고분자로 구성되어 있다.

도 2는 본 발명의 실시예 3에 따른 (a) 마이크로캡슐을 함유하지 않은 비교용 코팅재(control coating)에 손상을 발생시켰을 때 치유되지 않았음을 보여주는 주사식전자현미경(SEM) 사진, (b) 마이크로캡슐을 함유한 자기치유 코팅재에 손상을 발생시켰을 때 자기치유 되었음을 보여주는 SEM 사진, 및 (c) 치유가 일어난 자기치유 코팅재에 진동(10~30 Hz)을 인가했을 때 이차적 손상이 발생하지 않았음을 보여주는 SEM 사진이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0025] 본 발명의 상세한 설명 및 청구항을 포함하는 명세서 전반에서 사용되는 용어는 하기와 같이 정의한다.

[0026] 본 발명에서 “자기치유” 라는 용어는 마이크로캡슐형 자기치유 보호코팅재에 균열 또는 스크래치 등의 손상이 발생하는 경우 치유 물질이 흘러나와 상기 손상 부분을 메워주고 치유반응 생성물로 전환됨으로써, 코팅재의 본래 보호 기능을 외부로부터의 인위적인 조치 없이도 스스로 회복한다는 것을 의미한다.

[0027] 또한, 본 발명에서 “마이크로캡슐” 은 마이크로 크기를 갖는 캡슐을 의미하는 것이며, 여기에서 “캡슐” 은 고체, 액체, 기체 또는 그들의 조합을 함유할 수 있는 미소용기를 말한다.

[0029] 이하, 본 발명을 상세히 설명한다.

[0031] 본 발명의 목적을 달성하기 위한 일실시예에 따른 자기치유 코팅액은, 매트릭스 형성용 고분자 조성물; 캡슐막 내에 치유물질로서 식물유와 다이바이닐(Divinyl) 화합물의 혼합물을 함유한 마이크로캡슐을 포함한다.

[0032] 상기 자기치유 코팅액을 기재 상에 도포시킨 코팅재가 손상되는 경우, 손상된 부분에서 마이크로캡슐이 깨져 치유 물질이 흘러나와 손상된 부분을 메운 후 대기 중 산소의 작용으로 화학반응을 일으켜 점탄성 물질로 전환되어 손상 부분의 치유가 이루어진다.

[0034] 본 발명의 일실시예에 따른 상기 식물유는 아마인유(linseed oil), 동유(tung oil), 채종유, 오동유, 대두유, 탈수 피마자유, 평지씨유(rapeseed oil), 참기름, 들기름, 면실유, 미강유(rice bran oil), 콩기름 및 옥수수기름으로 이루어진 군으로부터 선택된 적어도 1종을 포함하는 것이 바람직하다.

[0035] 본 발명의 일실시예에 따른 상기 다이바이닐 화합물은 1,3-부탄디올 디메타크릴레이트, 1,4-부탄디올 디메타크릴레이트, 에틸렌글리콜 디메타크릴레이트, 디우레탄 디메타크릴레이트, 1,6-헥산디올 디메타크릴레이트, 트리에틸렌글리콜 디메타크릴레이트, 디에틸렌글리콜 디메타크릴레이트, 1,3-부탄디올 디아크릴레이트, 1,4-부탄디올 디아크릴레이트, 1,6-헥산디올 디아크릴레이트, 1,6-헥산디올 에톡실레이트 디아크릴레이트, 비스페놀A 에톡실레이트 디아크릴레이트, 비스페놀A 프로폭실레이트 디아크릴레이트, 폴리에틸렌글리콜 디아크릴레이트, 테트라(에틸렌글리콜)디아크릴레이트, 디(에틸렌글리콜)디아크릴레이트, 에틸렌글리콜 디아크릴레이트, 에틸렌 디아크릴레이트, 네오펜틸글리콜 디아크릴레이트, 폴리(프로필렌글리콜)디아크릴레이트, 트리(프로필렌글리콜)디아크릴레이트로 이루어진 군으로부터 선택된 적어도 1종 이상을 포함한다.

[0036] 상기 치유 물질에 있어서, 다이바이닐 화합물은 치유물질 전체 중량에 대하여 0.1 내지 30 중량%의 범위로 함유되는 것이 바람직하다. 치유물질이 다이바이닐 화합물을 0.1 중량% 미만으로 함유하면, 치유물질이 마이크로캡

솔로부터 흘러나와 생성된 필름이 10~30 Hz의 진동에 의해 찢어지는 경향이 있다. 치유물질이 다이바이닐 화합물을 30 중량%를 초과하여 함유하면, 치유물질이 마이크로캡슐로부터 흘러나와 생성된 필름이 10~30 Hz의 진동에 의해 부서지는 경향이 있다. 따라서, 본 발명의 다이바이닐 화합물은 치유물질 전체 중량에 대하여 0.1 내지 30 중량%의 범위로 함유되어야 본 발명에서 제공하는 효과를 나타낼 수 있다.

- [0038] 본 발명의 일실시예에 따른 마이크로캡슐은 상기 식물유와 다이바이닐 화합물의 혼합물을 코어(core)부로 하고, 코어부를 감싸는 고분자 캡슐막(shell)으로 구성된다(도 1).
- [0039] 상기 캡슐막은 코어부에 포함된 치유물질을 외부 환경으로부터 차폐하여 보호하는 역할과 함께, 마이크로캡슐이 함유된 자기치유 코팅재에 손상이 발생하면 캡슐막이 깨져 치유 물질이 흘러나오도록 하는 역할을 수행할 수 있다.
- [0040] 상기 캡슐막은 취급 과정에서 깨지지 않고 손상이 발생할 때만 깨질 수 있는 적합한 기계적 물성을 가지는 것이 바람직하다. 또한 상기 캡슐막 내에 존재하는 코어가 외부로 새어나오지 않도록 하면서 동시에, 외부의 이물질 등이 코어로 들어오는 것을 방지할 수 있어야 하고, 열적 안정성과 매트릭스 물질과의 접착력이 우수하여야 한다.
- [0041] 본 발명의 일실시예에 따른 상기 마이크로캡슐의 캡슐막 재질은 우레아-포름알데히드 고분자, 우레아-멜라민-포름알데히드 고분자, 멜라민-포름알데히드 고분자로 이루어진 군에서 선택되는 고분자일 수 있다.
- [0042] 상기 마이크로캡슐은 형상이 특별히 제한되는 것이 아니고 주로 원형이나 타원형의 형태를 포함하는 구형일 수 있다.
- [0043] 본 발명의 일실시예에 따른 상기 마이크로캡슐의 직경은 5 내지 500 μm , 더욱 상세하게는 20 내지 200 μm 일 수 있다. 마이크로캡슐의 직경이 5 μm 미만이면 흘러나오는 치유물질의 양이 충분하지 않아 자기치유가 불충분할 수 있고, 500 μm 이상이면 코팅재 표면으로부터 돌출되는 문제점이 있을 수 있다.
- [0044] 상기 마이크로캡슐은 매트릭스 형성용 조성물 내에 분산이 되는데, 상기 매트릭스 형성용 조성물은 에나멜 페인트, 아크릴계 수지, 비닐계 수지, 에폭시계 수지, 염화 고무계 수지, 폴리우레탄계 수지, 폴리에스테르계 수지, 폴리아크릴레이트계 수지, 멜라민계 수지, 에폭사이드계 코팅재, 폴리에스테르-에폭사이드계 수지 및 실리콘계 수지로 이루어지는 군에서 선택되는 1종 이상의 조성물을 포함할 수 있다.
- [0046] 본 발명의 일실시예에 따른 상기 자기치유 코팅액 중 마이크로캡슐의 함량은, 코팅액 총중량을 기준으로, 5 내지 50 중량%, 보다 상세하게는 10 내지 40 중량%일 수 있다. 마이크로캡슐이 코팅액 총중량을 기준으로 5 중량% 미만이면 손상된 부위에서 충분히 치유가 일어나지 않는 문제점이 있을 수 있고, 반대로 마이크로캡슐이 코팅액 총중량을 기준으로 50 중량%를 초과할 경우에는 자기치유 코팅재의 부착강도가 떨어지는 문제점이 있다.
- [0047] 상기와 같은 자기치유 코팅액을 제조하기 위한 본 발명의 일실시예에서, 자기치유 코팅액 제조 방법은 (1) 식물유 및 다이바이닐 화합물의 혼합물을 함유한 마이크로캡슐을 제조하는 단계; (2) 매트릭스 형성용 조성물 내에 마이크로캡슐을 투입하고 균일하게 분산하는 단계를 포함한다.
- [0049] 본 발명은 또한 상기 자기치유 코팅액이 기재 상에 코팅된 코팅재를 제공한다. 본 발명의 일실시예에 따른 상기 기재는 금속, 콘크리트, 세라믹, 모르타르, 플라스틱, 복합 재료, 석재 및 목재로 이루어지는 군에서 선택되는 1종 이상의 재료일 수 있으나 코팅액의 도포가 가능한 물질이라면 특별히 제한되는 것은 아니다.
- [0050] 상기의 코팅재에 손상이 발생하면 손상된 부분에서 마이크로캡슐이 깨져 치유 물질이 흘러나와 손상된 부분을 메운 후 점탄성 물질로 전환되어 손상 부분의 일차적인 치유가 이루어진다. 치유된 부분에 점탄성 치유물질이 존재하여 이차손상이 발생하지 않기 때문에 종래의 마이크로캡슐형 자기치유 코팅액이 코팅된 코팅재에 비하여 수명이 증가하여 기재 구조물의 안전성 향상 및 경제성 향상 등의 효과를 얻을 수 있다.
- [0052] 본 발명의 실시예 및 실험예를 통하여 본 발명을 보다 상세하게 설명한다. 하지만 실시예 및 실험예는 본 발명의 이해를 돕기 위한 것이고 본 발명의 권리 범위를 이로 한정하는 것을 의도하지 않는다.
- [0054] <실시예 1> 마이크로캡슐 합성
- [0055] 100 mL 비이커에 2.5중량% 에틸렌-무수말레인산 공중합체 수용액 5 mL와 증류수 20 mL를 넣고 항온조 안에 넣고 디지털 믹서를 이용하여 25℃에서 2000 rpm으로 교반하면서 혼합하였다.
- [0056] 상기 비이커에 우레아 0.503 g, 암모늄클로라이드 0.050 g, 레조르시놀 0.050 g을 첨가하여 용해시켰다. 수산화

나트륨 수용액과 염산 수용액을 첨가하면서 비이커 내용물의 pH를 3.5로 조절하였다. 상기 비이커 내용물에 거품이 발생할 때마다 이를 제거하기 위해서 소포제로서 사용되는 1-옥탄올을 2 내지 3 방울 첨가하여 거품을 제거하였다.

[0058] 코어 물질로서 아마인유 7.20 g과 에틸렌글리콜 디메타크릴레이트 0.80 g의 혼합물을 상기 비이커에 천천히 첨가하여 에멀전을 형성하였다. 상기 에멀전의 안정적인 형성을 위하여 상기 비이커를 약 10 분동안 방치한 후 37 중량% 포름알데히드 수용액 1.456 g을 넣었다. 이후 상기 비이커의 온도를 60℃로 천천히 올린 후 승온 시작 시점부터 4.5시간 동안 캡슐막을 형성하기 위한 반응을 진행하였다. 반응 종료 후 상기 비이커를 항온조에서 꺼내어 25℃로 냉각한 후 여과하고 물과 에탄올로 세척하여 마이크로캡슐을 얻었다. 24시간 이상의 자연 건조에 의하여 마이크로캡슐이 수득되었으며, 마이크로캡슐의 평균 직경은 50 μm 로 측정되었다.

[0060] <실시예 2> 자기치유 코팅재 제작

[0061] 상기 <실시예 1>에서 제조된 마이크로캡슐 : 에나멜 페인트의 중량비를 20:80으로 하여 혼합한 후 마이크로캡슐을 균일하게 분산시켜 자기치유 코팅액을 제조하였다. 상기 코팅액을 실리콘 웨이퍼에 도포하여 2일 동안 상온에서 건조하여 코팅막의 형태를 가진 자기치유 코팅재를 얻었다. 비교를 위하여 캡슐 첨가 없이 에나멜 페인트로만 이루어진 비교용 코팅재(control coating)도 함께 제조하였다.

[0063] <실시예 3> 자기치유 및 이차손상 방지 성능 평가시험

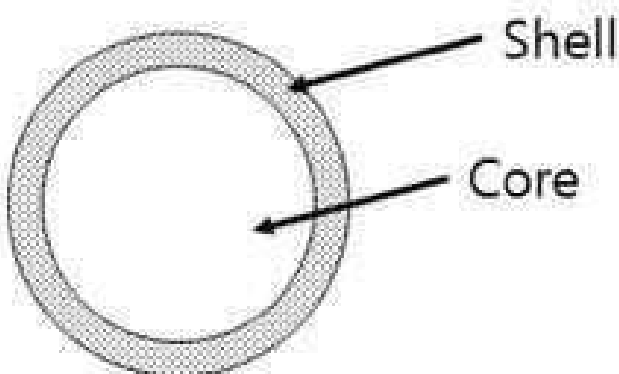
[0064] 면도칼을 이용하여 상기 자기치유 코팅재 및 비교용 코팅재에 손상을 발생시키고 48시간 방치하여 치유반응이 일어나도록 하였다. 비교용 코팅재의 표면을 주사식전자현미경(SEM)으로 관찰한 결과 균열이 치유가 되지 않았음을 확인할 수 있었다(도 2a).

[0065] 반면, 본 발명의 자기치유 코팅재는 치유 물질이 흘러나와 손상된 부위를 채움으로써 자기치유가 일어난 것이 확인되었다(도 2b).

[0066] 또한, 치유가 일어난 자기치유 코팅재를 진동시험기에 부착시키고 10 내지 30 Hz의 진동을 1시간동안 인가하였다. 자기치유 코팅재에 강한 진동을 인가한 경우에도 치유된 부위에 이차적 손상이 발생되지 않음을 확인하였다(도 2c).

도면

도면1



도면2

