

# 실리카 입자를 이용한 눈부심 방지용 박막의 제조 및 특성

안재범<sup>†</sup> · 노시태

한양대학교 공학대학 재료화학공학부 화학공학과  
(2008년 8월 25일 접수, 2008년 10월 4일 채택)

## The Synthesis and Characterization of Thin Film for Anti-Glare Using Silica Particles

Jae-Beom Ahn<sup>†</sup> and Si-Tae Noh

Department of Chemical Engineering, Hanyang University, Ansan 425-791, Korea  
(Received August 25, 2008; accepted October 4, 2008)

충전제의 종류 및 분산 시간에 따른 박막의 특성 평가를 실시하였으며, 그 결과 투과도 측면에서 유리한 중공 실리카를 선택하여 충전제의 함량별 그리고 코팅 두께별 haze, 투과도, 그리고 광택도에 대한 실험을 각각 실시하였다. 그 결과, 충전제의 함량이 증가할수록 haze값은 증가하고 광택도 값은 이와는 반대로 감소하였다. 또한, 필름 표면의 코팅 두께가 증가할수록 충전제의 함량변화 때와는 정 반대로 haze값은 감소하고 광택도는 증가하였다. 그리고 투과도의 경우에는 두 가지 경우 모두 거의 일정한 수준으로 변화를 보이지 않았다. 결론적으로 충전제로서 중공 실리카를 사용할 경우 함량 증가와 투과도면에서 매우 유리함을 알 수 있었다.

The effect of filler type and dispersion time on thin film characterization is studied. Hollow silica powders which have the advantage of transmittance are selected. In this paper, the characterization of haze, transmittance, and gloss are analyzed in terms of filler concentration and coating thickness, respectively. As a result, the value of haze and gloss increased with increasing of filler concentration and coating thickness, respectively. In addition, the variation of transmittance by filler concentration and coating thickness is not occurred. In conclusion, it is assumed that hollow silica powders as a filler have an advantage of concentration increment and transmittance.

**Keywords:** hollow silica, anti-glare, transmittance, haze, gloss

### 1. 서 론

디스플레이 부품 소재 중에서 광학용 필름의 세계 시장 및 국내 시장의 성장률이 최근에 급격하게 신장되고 있으나 고 기능성 광학 필름 소재의 대부분을 수입에 의존하고 있는 실정이고, 이에 따른 각 제조 공정 역시 고 난이도의 기술을 필요로 하고 있다. 이 중 광학 소자, 디스플레이 소자 등에서 저비용, 고효율의 반사 방지막 제조는 매우 필요하고 중요한 공정이다[1]. 일반적으로 빛의 반사에 의한 스크린 해상도의 저하로 사용자가 화면을 더 편하고 선명하게 보기 위해서는 이러한 표면에서의 빛의 반사를 줄여야 한다. 디스플레이 한쪽 표면에서의 반사율은 약 4~5%를 나타내는데 이러한 빛의 반사는 두 가지 방법으로 쉽게 제거 될 수 있다.

첫 번째는 굴절율이 다른 막을 교대로 코팅하여 코팅 막과 기판과의 계면에서 반사되는 빛의 간섭 효과를 통해 쉽게 제거될 수 있는데 즉, 고 굴절과 저 굴절 코팅을 교대로 배치시킴으로써 빛의 반사를 제거 할 수가 있다[2-5]. 그러나 이러한 방법은 다층 코팅을 필수적으로 실시해야 하고 이러한 다층 코팅 공정은 고 비용을 초래하기 때문에 자연적으로 제품의 단가 상승으로 이어질 수 있게

되어 기업에 부담을 주게 된다. 다른 한 가지 방법은 기재의 표면에 수십 또는 수백 나노미터 크기의 거칠기를 갖도록 요철 형상을 부여함으로써 외부 광의 산란을 유도하는 것인데 이는 다시 두 가지 방법으로 실현될 수 있다[6,7]. 첫째는 디스플레이의 최 외곽에 물리적으로 울퉁불퉁한 표면을 형성시켜 직접 반사를 줄이고 다양한 각도로 확산 반사를 시킴으로써 특정 각도에 위치하고 있는 관찰자의 시야에 들어가는 반사광 세기를 줄여 그 효과를 얻는 방식인데 이의 효과는 표면 요철의 크기와 분포에 의해 큰 영향을 받는다[8]. 예를 들면 요철의 형상이 매우 미세하면 빛의 반사 경로 변화에 영향을 미치지 않기 때문에 확산 반사에 의한 효과는 거의 없게 되고 점점 요철의 크기가 커지면 확산 반사의 비율이 늘어나 효과가 나타나지만 어느 수준 이상에서는 그 변화가 없어지고 오히려 외관상의 불균일성이 관찰되어 미적 효과의 저하뿐만 아니라 화상이 일그러져 보이는 현상이 발생 한다. 두 번째는 충전제를 도입하여 표면 요철을 제어하는 방법이 있다. 일반적으로 사용되는 충전제로서는 실리카가 사용되고 있는데 이때는 실리카의 크기가 매우 중요한 변수로 작용하게 된다[9-12]. 즉, 실리카의 크기가 작으면 눈부심 방지의 효과가 현저히 저하되고 반대로 너무 크게 되면 난반사의 효과는 발생하나 투과도 측면에 있어서는 매우 불리할 수밖에 없다. 충전제를 도입하는 방식을 살펴보면 사용하는 바인더와 충전제

<sup>†</sup> 교신저자 (e-mail: jbahn71@hanmail.net)

**Table 1. Recipe and Milling Process of UV Coating Solution with Filler**

공정	Material	Amounts (%)
분산공정	Ebecryl EB 1290	25.00
	TMPTA	15.00
	분산제	1.00
	n-Butanol	5.00
	Irgacure 184	1.95
	충전제(중공실리카 기준)	3.70
혼합공정	MIBK	43.83
	n-Butanol	4.52
	합계	100.00

의 종류에 따라서 구분할 수 있는데 첫째, 고분자 유기 충전제를 고분자 바인더 수지에 분산시키는 방법 둘째, 무기 충전제를 고분자 바인더 수지에 분산시키는 방법 셋째, 무기 충전제와 고분자 유기 충전제를 혼합하여 고분자 바인더 수지에 분산시키는 방법 등이 있다. 바인더로서는 실리코계의 열경화형 코팅제와 고분자 계열의 열경화형 코팅제 또는 경화형 수지 등을 사용할 수 있는데 코팅 막의 강도 및 생산성을 고려하여 경화형 제품이 많이 이용되고 있으며, 여기에 다양한 용매와 유기 충전제 또는 무기 충전제나 초음파 분쇄 등을 이용한 분산 방법에 의해서 충전제가 첨가된 용액을 제조하게 된다. 최근에는 디스플레이의 해상도가 증가하면서 형성된 요철에 의해서 이미지의 왜곡을 유발하는 문제가 발생되기 때문에 표면 조도의 조절이 매우 중요하게 되었다[13].

본 연구에서는 실리카 입자를 충전제로 사용하였다. 특히, 속이 빈 중공 실리카를 사용하여 입자의 크기를 증가 시켜도 속이 비어 있기 때문에 투과도 측면에서 매우 유리한 장점을 살려 눈부심 방지 효과를 최대화 하였다. 중공 실리카를 바인더와 혼합 사용하여 분산된 용액을 시간대별로 제조한 후 필름에 코팅함으로써 코팅 후 필름의 특성을 각각 살펴보았다. 즉, 충전제의 함량과 코팅 두께에 따라서 haze, 투과도 및 광택도의 관계를 각각 관찰하였다.

## 2. 실험

### 2.1. 물질

본 실험에서는 구형의 중공 실리카를 직접 제조하여 코팅에 사용하였다. 사용된 중공 실리카의 평균 입경은 대략 3  $\mu\text{m}$ 이었다. 또한 비교를 위한 유기 PMMA bead는 선진화학(주)의 제품으로 평균 입경은 대략 5  $\mu\text{m}$ 이고 구형 실리카는 평균 입경 2  $\mu\text{m}$ 인 일본 Mizusawa사의 제품을 사용 하였다. 유기 용매로는 MIBK (Duksan), n-Butanol (Duksan)을 추가정제 없이 사용하였다. UV경화형 광 개시제는 Irgacure 184 (1-Hydroxy-cyclohexyl-penyl-ketone)를 사용하였고 UV 경화형 바인더로는 6관능 Urethane acrylate인 Ebecryl 1290 (SK UCB 사, 이론 분자량 1000), 3관능 monomer인 TMPTA (Trimethylol propane triacrylate, 미원상사)를 추가 정제 없이 사용하였다.

**Table 2. Characterization of Thin Film according to Filler Type**

	중공실리카	구형실리카	PMMA	
입경( $\mu\text{m}$ )	3	2	2	
함량(%)	3.7	3	2.5	
점도 (Ford Cup #4)	11.1 sec	11.2 sec	11.2 sec	
연필경도(750 g)	3H	3H	3H	
부착력	100/100	90/100	100/100	
	20°	26.7	31.9	32.5
광택도	60°	60.0	59.9	59.4
	85°	62.7	66.4	53.5

### 2.2. Coating 용액의 제조

본 실험에서는 충전제를 2단계 공정을 이용하여 UV코팅액을 만들었다. 코팅제의 Recipe 및 공정은 Table 1에 표시하였다. 분산기는 BYK Gardener사의 Dispermat CV를 사용하였고 분산시 사용되는 Bead는 1 mm glass bead를 사용하였으며 분산의 정도는 grindometer를 이용하여 그 측정값이 5  $\mu\text{m}$ 를 넘지 않도록 하는 시점에서 분산을 종료하였고 각 시간마다 전자현미경으로 표면을 관찰하여 분산의 정도를 확인 하였다.

### 2.3. 박막 film의 제조

분산을 통해서 만들어진 UV 코팅액은 PET Film에 Bar coater를 이용하여 coating 후 80  $^{\circ}\text{C}$ 에서 5 min간 용제를 휘발시킨 후에 300 ~ 400  $\text{mJ}/\text{cm}^2$ 의 광량을 가진 UV 경화기를 통과시킨 후에 박막 Film을 제조 하였다.

### 2.4. 측정

코팅 도막은 현미경사진(BX51M, OLYMPUS, Japan)을 통해서 형상을 관찰하였고, Haze (HM-150, Murakami Color Research Laboratory, Japan), 투과도(HM-150, Murakami Color Research Laboratory, Japan), 그리고 광택도(Micro-Gloss, BYK-Gardner, Germany)의 측정을 행하였다. 그밖에 경도(Pencil hardness) 및 코팅액의 점도(Ford cup #4 점도계, 25  $^{\circ}\text{C}$ ), 부착성(Cross hatch법)을 측정하였다.

## 3. 결과 및 고찰

### 3.1. 충전제의 종류 및 분산 시간에 따른 박막 특성 평가

Table 2은 충전제의 종류에 따른 박막 특성을 나타낸 표이다. 세 가지 충전제, 즉 일반 구형의 실리카, 유기 비드로서 사용되는 PMMA, 그리고 속이 빈 중공의 실리카를 각각 적용하여 60° 광택의 값으로 고정 시킨 후 물성을 평가하였다. 코팅 방법으로는 PET 필름 위에 No. 6의 바코터를 사용하여 샘플을 제작하였다. Table 2에서 보듯이 60° 광택으로 고정된 상태에서 점도, 경도, 부착력의 값은 동일하였으나 첨가되는 함량 면에서는 중공 실리카가 다소 많이 첨가되는 결과를 보였다. 이는 다른 충전제에 비해서 중공 실리카가 속이 비어있는 상태이기 때문에 비중의 차이로 인한 결과로 사료된다.

Figure 1은 각 박막의 표면을 현미경 사진으로 측정된 결과이다. 세 가지 샘플의 표면을 비교해 본 결과 중공 실리카의 경우 다른

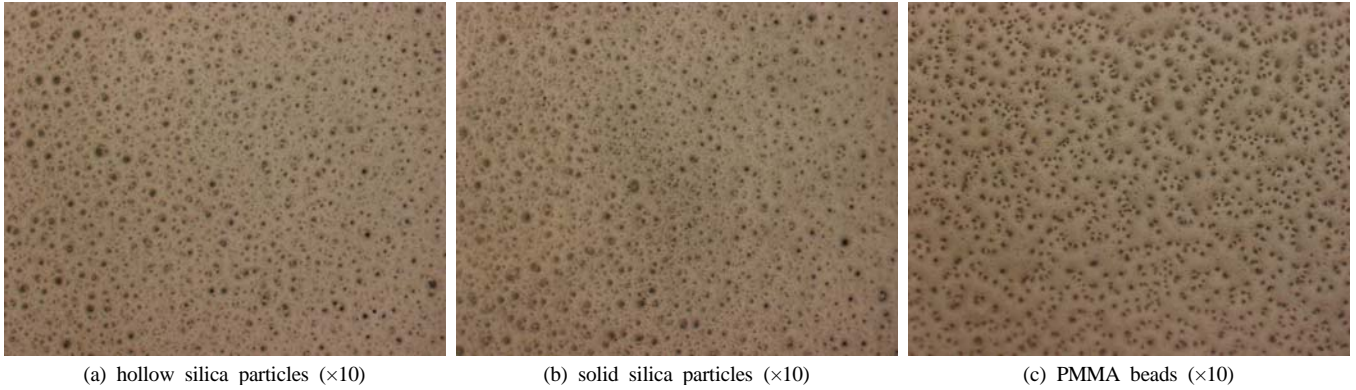


Figure 1. Photograph of film surface coated by fillers.

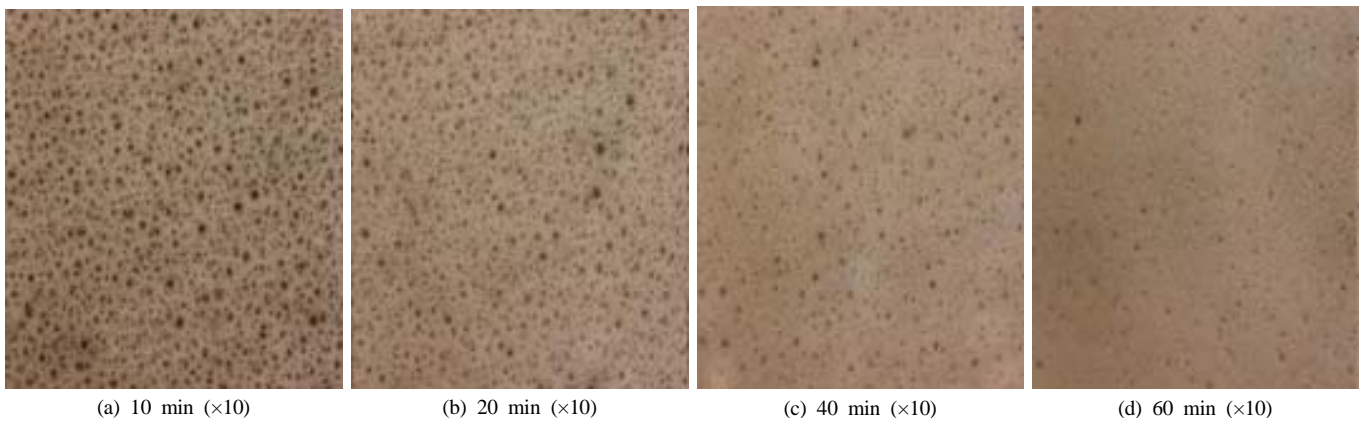


Figure 2. Effect of mixing time on dispersion and filler's morphology.

샘플 대비 필름 상에서 일정하게 분포되어 있는 것을 볼 수 있었으며, 특히 PMMA의 경우에는 분산이 제대로 이루어지지 않아 응집되어 있는 현상을 볼 수 있었다. Figure 2는 상기 세 가지 충전제 중 투과도 측면에서 가장 유리한 중공 실리카를 10, 20, 40, 60 min으로 분산 시간을 변화시켜 가면서 혼합한 후의 각 필름의 표면을 현미경 사진으로 촬영한 사진이다. Figure 2에서 보듯이 분산하는 시간이 증가할수록 필름 표면의 요철 부분이 상당 부분 제거되는 것을 볼 수 있다. 이는 분산 과정이 길어질수록 중공 실리카가 상당 부분 파괴되면서 바인더 속으로 묻히게 되어 눈부심 방지 효과의 원인이 되는 요철이 제거된 것으로 판단된다. 따라서 분산 시간은 10 min에서 20 min 정도가 가장 적절한 것으로 판단되었고, 40 min 이상으로 분산 시간이 증가할수록 필름의 표면은 매끄러워지는 것을 볼 수 있었다.

3.2. 충전제의 함량에 따른 막 특성

상기 실험 결과를 토대로 본 실험에서는 동일 실리카 내에서도 투과도 측면에서 유리한 중공 실리카를 사용하여 충전제의 함량 및 코팅의 두께에 따른 박막 특성을 살펴보았다. Figure 3은 충전제의 함량에 따른 필름의 haze 특성을 나타내는 그래프이다. Figure 3에서 보듯이 충전제의 함량이 증가할수록 거의 선형적으로 일정하게 필름의 haze는 증가하는 것을 볼 수 있다. 이는 충전제 양의 증가에 따라 필름 코팅 면에 존재하는 충전제의 양적 증가로 인해 haze의 특성치가 증가하는 것으로 사료된다. 또한, 충전제의 증가

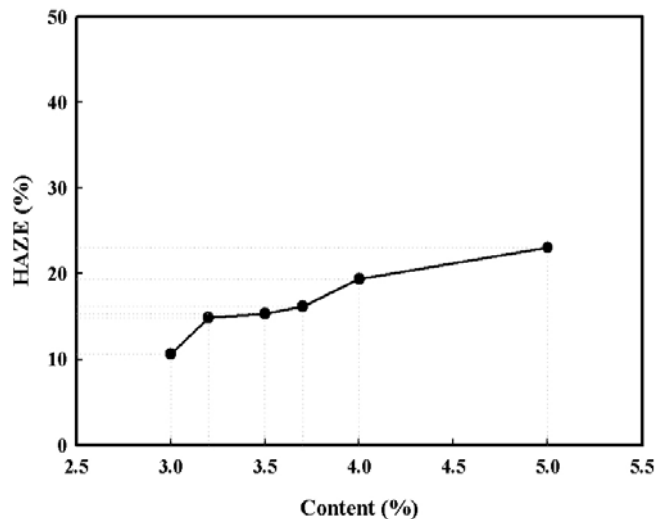


Figure 3. Effect of filler concentration on haze characterization.

에 따른 투과도 및 광택도에 대한 결과가 Figures 4와 5에 각각 보여진다. 먼저 Figure 4에서 보듯이 충전제의 함량이 증가해도 투과도에 있어서는 거의 88% 수준을 유지하는 것을 볼 수 있는데, 이는 충전제가 속이 빈 중공 실리카이기 때문에 다른 실리카와는 달리 함량의 증가에 거의 영향을 미치지 않을 정도로 투과도 측면에서

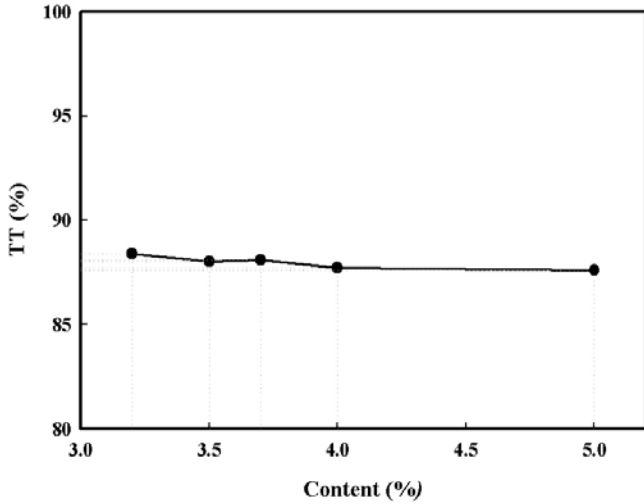


Figure 4. Effect of filler concentration on transmittance.

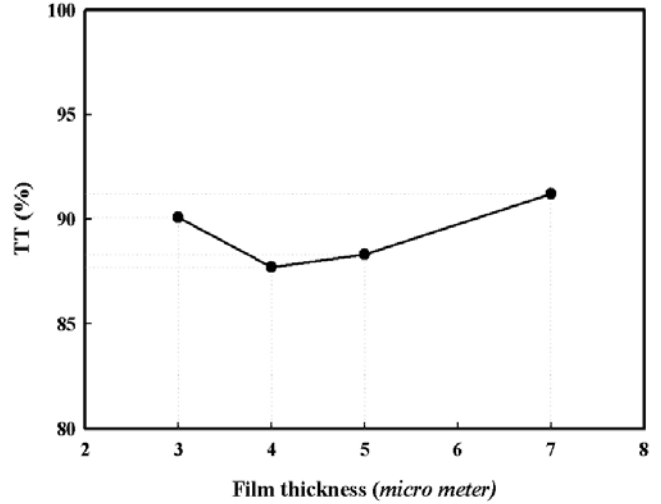


Figure 7. Effect of coating thickness on transmittance.

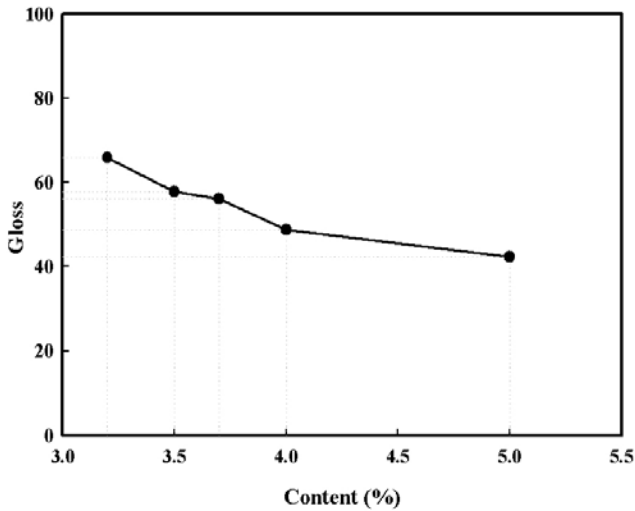


Figure 5. Effect of filler concentration on 60° gloss.

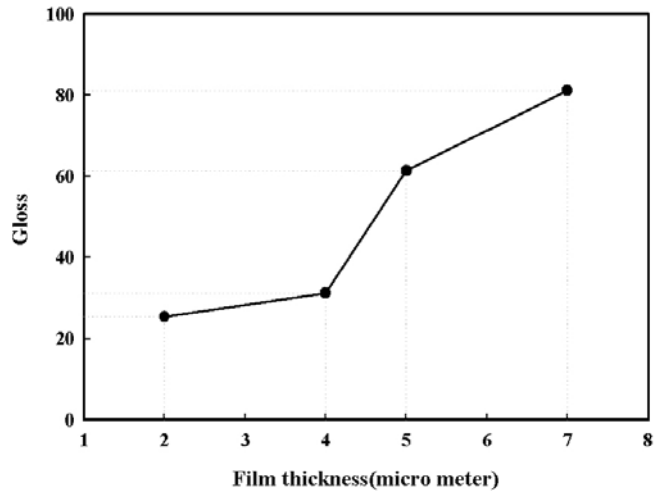


Figure 8. Effect of coating thickness on 60° gloss.

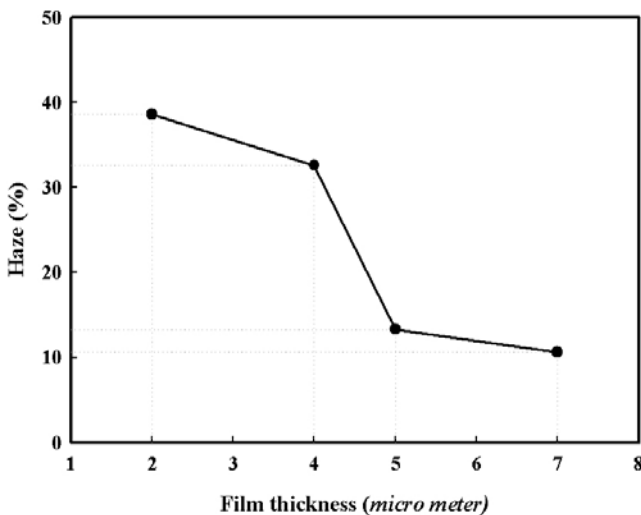


Figure 6. Effect of coating thickness on haze characterization.

는 매우 유리한 것으로 판단된다. Figure 5는 충전제 함량의 증가에 따른 광택도의 변화를 보여주는 그래프이다. 함량이 증가할수록 광택도의 값은 감소하는 것을 볼 수 있는데, 이는 충전제의 양이 증가하면서 발생하는 요철의 양도 상대적으로 증가하여 광택도가 감소한 것으로 판단된다.

### 3.3. 박막의 두께에 따른 특성 비교

필름에 코팅되는 두께에 따른 박막의 특성이 비교되었다. Figure 6은 코팅 두께에 따른 haze 특성의 변화를 보여주는 그래프이다. 필름에 코팅되는 두께가 증가할수록 haze의 특성치는 점점 감소하는 것을 볼 수 있는데, 이는 코팅 두께가 증가할수록 코팅면에 존재하는 충전제의 함량이 상대적으로 감소하고 이와는 반대로 유기 바인더 수지의 양은 증가하기 때문인 것으로 판단된다. 또한 Figure 7의 코팅 두께에 따른 투과도의 영향에서는 Figure 4에서와 마찬가지로 거의 변화가 없이 88% 수준을 유지하였는데 이 역시 증공 실리카라는 분말의 독특한 특성치로 인한 영향으로 판단된다. 마지막으로 Figure 8은 코팅 두께에 따른 광택도의 변화를 보여

준다. Figure 8에서 보듯이 코팅의 두께가 증가할수록 광택도가 점차 증가하는 것을 볼 수 있다. 이러한 결과는 충전제의 함량이 점차로 감소하고 상대적으로 유기 바인더 수지의 양이 증가함으로써 발생하는 결과로 추측된다.

#### 4. 결 론

충전제의 종류 및 분산 시간에 따른 박막의 특성 평가를 실시하였으며, 그 결과 투과도 측면에서 유리한 중공 실리카를 선택하여 함량 별 그리고 코팅 두께별 haze, 투과도, 그리고 광택도에 대한 실험을 각각 실시하였다 그 결과, 다음의 결론을 얻을 수 있었다.

1) 충전제의 함량이 증가할수록 haze값은 증가하고 광택도 값은 이와는 반대로 감소하였다. 또한 투과도의 경우에는 거의 일정한 수준으로 변화를 보이지 않았다.

2) 필름 표면의 코팅 두께가 증가할수록 충전제의 함량변화 때와는 정 반대로 haze값은 감소하고 광택도는 증가하였다. 그리고 투과도의 경우에는 마찬가지로 값의 변화를 보이지 않았다. 결론적으로 중공 실리카를 사용할 경우 일반 실리카와는 달리 충전제의 함량을 증가시켜도 투과도는 일정하며 다른 특성치는 양호하다는 것을 알 수 있으며, 코팅 두께에 따른 광학적 특성이 달라지므로 도막 두께에 따른 조건 설정이 중요함을 알 수 있었다.

#### 참 고 문 헌

1. G. R. Fowles, Introduction to Modern Optics, 2nd Ed. Dover Publications Inc., New York (1975).

2. M. Onodera, H. Matsuda, H. Mori, and T. Ito, A Color display tube with a high contrast and anti-reflection coating, *SID 94 DIGEST*, 823~826 (1994).

3. T. Kawamura, H. Kawamura, and K. Kobara, Anti-reflection coating for inner surface of CRT faceplate, *SID 91 DIGEST*, 49~52 (1991).

4. L. C. Klein and S.-G. Technology for Thin Films, Fibers, Preforms, Electronics, and Specialty Shapes, Noyes Publications, pp. 49~138 (1988).

5. F. C. Stedile and B. A. S. De Barros, Jr., Characterization of Tin Oxide Thin Films Deposited by Reactive Sputtering, *Thin Solid Films*, **170**, 285 (1989).

6. D. L. Dunkelberger and S. Fitzwater, ANTEC, 725 (1989).

7. S. Kobayashi, H. Shibata, and Y. Takahashi, IDW'99, 391 (1999).

8. B. E. Yoldas, Investigation of porous oxides as an anti-reflective coating for glass surfaces, *Appl. Optics*, **19**, 1425 (1980).

9. R. K. Iler, The chemistry of silica. Wiley, New York (1979).

10. C. L. Chang and H. S. Fogler, Controlled Formation of silica Particles from Tetraethyl Orthosilicate in Nonionic Water-in-Oil Microemulsion. *Langmuir*, **13**, 3295 (1997).

11. C. J. Brinker and G. W. Scherer. *Sol-Gel Science*. Academic press. San Diego. (1990).

12. F. J. Arriagada and K. Osseo-Asare, Phase and dispersion stability effects in the synthesis of silica nanoparticles in a non-ionic reverse microemulsion, *Colloids Surf.*, **69**, 105 (1992).

13. P. C. Hiemenz, *Principles of Colloid and Surface Chemistry*, Marcel Dekker Inc., New York (1986).