



(19) 대한민국특허청(KR)  
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2009년06월17일  
(11) 등록번호 10-0903223  
(24) 등록일자 2009년06월09일

(51) Int. Cl.

C09C 3/00 (2006.01)

(21) 출원번호 10-2003-7014529  
(22) 출원일자 2003년11월07일  
    심사청구일자 2007년04월11일  
    번역문제출일자 2003년11월07일  
(65) 공개번호 10-2003-0097856  
(43) 공개일자 2003년12월31일  
(86) 국제출원번호 PCT/EP2002/004020  
    국제출원일자 2002년04월11일  
(87) 국제공개번호 WO 2002/90448  
    국제공개일자 2002년11월14일

(30) 우선권주장  
    01111320.6 2001년05월09일  
    유럽특허청(EPO)(EP)

(56) 선행기술조사문헌

US05540769 A1\*

US 4867793

JP 10279828

\*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

전체 청구항 수 : 총 7 항

심사관 : 정두한

(54) 유리 플레이크를 포함하는 효과안료

### (57) 요 약

본 발명은 박형 유리 플레이크(flake)를 기본으로 하는 효과안료(effect pigment), 및 이의 제조방법에 관한 것이다. 생성된 안료는, 지금까지 진주발색 안료가 사용되어온 용도, 예를 들어 플라스틱, 페인트, 잉크, 화장품 제제, 피복물(용매 또는 수성 자동차용 페인트 시스템을 포함함), 분말 피복물, 잉크 및 농업용 호일에 사용될 수 있다.

## 특허청구의 범위

### 청구항 1

두께가  $1.0\mu\text{m}$  이하이고, 평균 입자 크기가 5 내지  $150\mu\text{m}$ 인 유리 플레이크(flake)를 포함하는 효과안료(effect pigment)로서, 상기 유리 플레이크가 금홍석 개질된  $\text{TiO}_2$  층,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  층,  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  층,  $\text{TiFe}_2\text{O}_5$  층 또는  $\text{Ti}$  서브옥사이드(suboxide) 층 중 단 하나의 층으로 코팅되는 효과 안료.

### 청구항 2

제 1 항에 있어서,

상기 유리 플레이크의 연화점이  $800^\circ\text{C}$  이상인 것을 특징으로 하는, 효과안료.

### 청구항 3

삭제

### 청구항 4

삭제

### 청구항 5

삭제

### 청구항 6

제 1 항에 있어서,

상기 유리 플레이크가 금홍석 개질된  $\text{TiO}_2$  층인 것을 특징으로 하는 효과안료.

### 청구항 7

삭제

### 청구항 8

삭제

### 청구항 9

유리 플레이크를 습식 화학적 피복, 화학적 또는 물리적 증착 또는 전기분해 도금을 통해 피복하는 단계, 및 임의적으로 피복된 유리 플레이크를 하소시키는 단계를 포함하는, 제 1 항에 따른 효과안료의 제조방법.

### 청구항 10

플라스틱, 피복물, 분말 피복물, 페인트, 잉크, 인쇄용 잉크, 유리, 세라믹 제품, 농업용 호일 및 화장품용 제제에서 사용하기 위한 제 1 항에 따른 효과 안료.

### 청구항 11

전도성 안료, 자기성 안료 또는 종이류 및 플라스틱의 레이저-표식용 도편트로서 사용하기 위한 제 1 항에 따른 효과 안료.

### 청구항 12

제 1 항에 따른 효과안료를 함유하는 제제.

## 명세서

## 기술분야

<1> 본 발명은 박형 유리 플레이크(flake)를 기본으로 하는 효과안료(effect pigment), 이의 제조방법, 및 플라스틱, 페인트, 퍼복물, 분말 퍼복물, 잉크, 인쇄용 잉크, 유리, 세라믹 제품, 농업용 호일 및 화장품 제제에서의 이들의 용도에 관한 것이다.

## 배경 기술

<2> 40여년 전부터 무지개 광택 효과는 일명 "진주빛(nacreous) 안료" 또는 "진주발색(pearlescent) 안료"를 사용함으로써 수득될 수 있었다. 색상/광택 효과를 발생시키기 위한 다양한 대안이 개발되어 왔다. 이러한 안료의 제조를 위한 가장 중요하고, 경제적이며 통상적인 방식은 판형 캐리어를 고 굴절률 물질, 예를 들어  $TiO_2$ ,  $Fe_2O_3$ ,  $SnO_2$ ,  $ZrO_2$ ,  $Cr_2O_3$  또는 이들의 조합물, 또는 고 굴절률 및/또는 저 굴절률의 교대층으로 피복하는 것이다. 지금까지 사용된 캐리어는 거의 예외 없이 습식분쇄 백운모이었다. 습식분쇄 백운모는 저렴하고 쉽게 입수할 수 있으며 편평한 초박형의 판으로 쪼개기가 용이하다. 이들은 임의의 목적하는 입경 분포로 분류될 수 있다. 또한, 운모계 안료는 화학적, 기계적 또는 열적 처리에 대해 매우 안정하다. 그러나, 운모는 천연 생성물이어서 공급원마다, 심지어는 배치마다 동일하지 않다는 일부 단점을 갖는다. 이러한 단점은 공정 파라메터를 조정함으로써 극복되어야 한다. 천연 운모는 공정을 보다 복잡하게 만드는(분쇄 도구의 마모, 훠손) 석영, 또는 매스톤(masstone)을 흰색이 아닌 황색-회색화시키는 Fe, Mn 및 Cu 등의 불순물을 함유한다. 이로 인해, 분쇄시 판의 두께 및 직경의 분포가 넓어진다. 이러한 분포는 적절한 분류에 의해 축소될 수는 있으나, 결코 균일한 모양을 나타내지는 못한다.

<3> 지금까지, 전술한 단점은 갖지 않고 장점만을 나타내는, 운모에 상응하는 대체물을 찾고자 노력해왔다.

<4> 특히 문헌에서는 운모의 대체물로서 광범위한 기타 판형 물질을 제안하고 있다. 미국특허 제 3,123,485 호 및 제 3,219,734 호, 제 3,616,100 호 및 제 3,444,987 호, 제 4,552,593 호 및 제 4,735,869 호에 개시된 바와 같이 불용성 무기 물질, 예를 들어 유리, 에나멜, 고령토, 자기, 천연석 또는 기타 규소성 물질, 금속 물질, 및 유기 중합체 물질의 표면, 예를 들어 폴리카보네이트를 들 수 있다. 예를 들어, 유리는 미국특허 제 3,331,699 호에서와 같이 많은 경우에 사용가능한 것으로 언급되어 왔으나, 시판중인 진주발색 제품은 유리를 사용하여 제조되지 않으며 판 기재로서 유리를 사용하여 제조된 제품은 불량한 품질을 나타내는 것으로 밝혀졌다.

<5> 미국특허 제 3,331,699 호는, 먼저 유리 플레이크 위에 산성용액에 불용성인 핵형성화 물질이 침착된 다음, 금속 옥사이드의 반투명층이 침착됨으로써, 유리 플레이크가 고 굴절률을 갖는 금속 옥사이드, 예를 들어 양질의 티탄 디옥사이드 입자의 반투명 층으로 피복될 수 있음을 개시하고 있다. 위 특허는 간접 안료를 제조하는데 필요한, 입자가 아닌 편평한 투명막의 필요성을 언급하고 있지 않다. 위 특허는 유리의 성질은 중요치 않으며, 핵형성화된 표면의 존재가 중요하다고 교시하고 있다. 또한, 산성용액에 불용성이고 유리 플레이크 위에 핵형성화된 표면을 형성할 수 있는 금속 옥사이드 화합물이 소수 존재한다고 언급하면서, 이러한 물질로서 2개의 화합물, 즉 주석 옥사이드, 및 섬유성 베이크(boehmite) 형태의 알루미나 모노하이드레이트만을 개시하고 있다. 하기 실시예에 설명한 바와 같이, 위 특허의 교시내용에 따라 제조된 생성물은 품질이 불량하다.

<6> 미국특허 제 5,436,077 호는 티탄 디옥사이드와 같은 금속 옥사이드의 조밀한 보호 덮개층인 금속 덮개층이 형성된 유리 플레이크 기재를 교시하고 있다. 이 특허에서는, 유리의 성질이 중요하지 않으며 금속성 퍼복물이 목적하는 외관을 제공하고 금속 옥사이드의 보호용퍼복물(overcoating)이 존재하여 금속층을 부식성 환경으로부터 보호한다.

<7> 유럽특허 제 0 912 640 B1 호는 철 옥사이드 또는 금홍석 티탄 디옥사이드를 포함하는 제 1 퍼복물을 갖는 두꺼운 C-유리의 플레이크의 퍼복물을 교시하고 있다. C 유리의 단점은 열적 안정성이 제한된다는 점이다. 유럽특허 제 0 912 640 B1 호에 개시된 바와 같이, 해당 실시예에 따라 제조된 금홍석 안료는 600°C 이하의 온도에서 하소되었다. 하소 온도는, 잘 알려진 바와 같이 특히 옥외 용도의 금홍석 안료의 안정성에 대해 본질적으로 중요한 부분이다. 기재 위에 충분히 안정화된 금홍석  $TiO_2$  층을 수득하기 위해서는, 하소 온도가 800°C 이상이어야 한다.

<8> 진주발색 안료의 제조를 위해서는, 판상 기재의 투명성 및 두께가 매우 중요하다. 우선, 유럽특허 제 0 289 240 B1 호는 합리적인 비용으로 초박형 유리 플레이크의 제조를 개시하고 있다. 청구된 방법에 따르면, 유리 플레이크는 임의의 목적하는 조성물(예를 들어, 순수  $SiO_2$ 로부터의 조성물) 뿐만 아니라, 0.8 $\mu m$  미만의 두께가

요구되는 용도로 조정되어 제조될 수 있다.

### 발명의 상세한 설명

- <9> 본 발명의 목적은 종래 기술의 문제점을 해결하고 이로운 적용 특성을 갖는 신규한 효과안료를 제공하는 것이다. 이 목적은, 하기 특성을 갖는 초박형 유리 플레이크를 기본으로 하는 본 발명의 효과안료에 의해 달성된다:
- <10> (1) 1.0 $\mu\text{m}$  이하의 유리 플레이크 두께  
<11> (2) 고온 및 기계적 안정성  
<12> (3) 편평한 표면
- <13> 본 발명은 고 굴절률 및/또는 저 굴절률의 하나 이상의 층으로 피복된, 1.0 $\mu\text{m}$  이하의 두께를 갖는 유리 플레이크를 기본으로 하는 효과안료에 관한 것이다. 유리 플레이크의 두께는 바람직하게는 0.8 $\mu\text{m}$  이하, 특히 0.5 $\mu\text{m}$  이하이다. 800°C 이상의 연화점을 갖는 박형 유리 플레이크가 특히 바람직하다.
- <14> 유리는, 예를 들어 A 유리, C 유리, E 유리로서 분류될 수 있다.
- <15> 본 발명에서는, 석영 유리가 바람직하나 제조비용이 비싸다. 상기 요구되는 연화점을 특징을 만족시키는 유리 유형은 석영 유리, 및 800°C 이상의 연화점을 갖는 기타 임의의 유리 조성물이다. 상기 요건을 만족시키는 유리 플레이크로는, 예를 들어 스코트 듀란(Schott Duran) 또는 수퍼맥스(Supremax) 유형의 특별 유리를 들 수 있다. 본 발명의 연화점은 ASTM C338에 따라, 직경 0.55 내지 0.75mm, 길이 23.5cm의 균일한 유리 섬유에서 상부 10cm가 분당 5°C의 속도로 가열되는 경우 길이가 분당 1mm 만큼 증가할 때의 온도로서 정의된다.
- <16> 바람직하게는, 유럽특허 제 0 289 240 B1 호에 따라 제조된 적당한 유리 플레이크는, 5 내지 1000 $\mu\text{m}$ , 바람직하게는 5 내지 150 $\mu\text{m}$ 의 평균 직경을 갖는 것을 특징으로 한다. 바람직한 유리 플레이크의 직경은 평균 5 내지 150 $\mu\text{m}$ 이고, 두께는 0.1 내지 0.5 $\mu\text{m}$ , 바람직하게는 0.1 내지 0.3 $\mu\text{m}$ 이다. 유리 플레이크의 가로세로의 비는 10 내지 300, 바람직하게는 50 내지 200이다.
- <17> 유리 입자는 금속 옥사이드, 금속 서브옥사이드, 금속 플루오라이드, 금속 옥시할라이드, 금속 칼코제나이드(chalcogenide), 금속 니트라이드, 금속 설파이드, 금속 카바이드 또는 이들의 혼합물로 이루어진 군으로부터 선택된 하나 이상의 층으로 피복될 수 있다.
- <18> 적당한 금속 옥사이드의 예로는, TiO<sub>2</sub>, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, TiFe<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, Ti 서브옥사이드, Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, SiO<sub>2</sub>, ZrO<sub>2</sub>, ZnO, SnO<sub>2</sub>, CoO, Co<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, VO<sub>2</sub>, V<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Sn(Sb)O<sub>2</sub> 또는 이들의 혼합물을 들 수 있다. TiO<sub>2</sub>의 층은 금홍석 또는 아나타제(anatase)의 개질물일 수 있으며, 바람직하게는 TiO<sub>2</sub> 층은 금홍석이다. 특히 바람직한 것은 TiO<sub>2</sub> 및/또는 Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>으로 피복된 유리 플레이크이다.
- <19> 유리 플레이크 상의 금속 설파이드 피복물은 바람직하게는 주석, 은, 란탄, 희토류 금속, 바람직하게는 세륨, 크롬, 몰리브덴, 텅스텐, 철, 코발트 및/또는 니켈로부터 선택된다. 유리 플레이크는, 예를 들어 운모계 진주 광택 안료와 동일한 방식으로 피복될 수 있다. 금속 옥사이드로의 피복은 가열 또는 알칼리에 의해 금속 염을 가수분해시켜 수화된 금속 옥사이드를 침착시킨 다음, 임의적으로 하소시키는 것과 같은 임의의 공지된 방법으로 수행될 수 있다.
- <20> 일반적으로, 상기 방법에서는 박형 유리 플레이크 입자를 분산시키고, 이 분산액을 플레이크 상에 수화 금속 옥사이드 퍼막을 형성하는 전구체와 혼합한다.
- <21> 유리를 물에 분산시키고 적절한 용기에 배치한 후, 적절한 금속 염을 첨가한다. 금속 염을 첨가하는 동안, 적당한 염기, 예를 들어 나트륨 하이드록사이드를 동시에 공급하여 생성된 금속 염의 pH를 적절한 수준으로 유지시킴으로써 수화 금속 디옥사이드를 유리 플레이크 상에 침전시킨다. 수성 산, 예를 들어 염산을 사용하여 pH를 조정할 수 있다. 필요에 따라, 피복된 판상을 최종 안료로 하소시키기 전에 세척 및 건조시킬 수 있다. 이러한 방법은 미국특허 제 5,433,779 호 및 독일특허 제 14 67 468 호, 제 19 59 998 호, 제 20 09 566 호, 제 22 14 545 호, 제 22 15 191 호, 제 22 44 298 호, 제 23 13 331 호, 제 25 22 572 호, 제 31 37 808 호, 제 31 37 809 호, 제 31 51 343 호, 제 31 51 354 호, 제 31 51 355 호, 제 32 11 602 호 및 제 32 53 017 호에서 상세히 기술된다.

- <22> 본 발명의 효과안료는 바람직하게는 유리 플레이크의 습식-화학적 피복, 또는 휘발성 금속 화합물의 기체상 분해(CVD, PVD) 또는 전기분해 도금에 의해 제조된다.
- <23> 이러한 방식으로 수득된 효과안료는 하나 이상의 균일층이 균일한 박형 유리 플레이크를 입히는 것을 특징으로 한다.
- <24> 본 발명의 바람직한 효과안료는 다음과 같다:
- <25> 유리 플레이크 +  $TiO_2$ (금홍석)
- <26> 유리 플레이크 +  $Fe_2O_3$
- <27> 유리 플레이크 +  $Fe_3O_4$
- <28> 유리 플레이크 +  $TiFe_2O_5$
- <29> 유리 플레이크 +  $Cr_2O_3$
- <30> 유리 플레이크 +  $ZrO_2$
- <31> 유리 플레이크 +  $Sn(Sb)O_2$
- <32> 유리 플레이크 +  $BiOCl$
- <33> 유리 플레이크 +  $Al_2O_3$
- <34> 유리 플레이크 +  $Ce_2S_3$
- <35> 유리 플레이크 +  $MoS_2$
- <36> 일반적으로, 층 두께는 0.1 내지 1000nm, 바람직하게는 0.2 내지 300nm이다. 일반적으로, 광학 층의 두께는 특정 용도에 따라 조정된다. 바람직한 안료는 하나 또는 2개의 층으로 피복된다.
- <37> 광 안정성 및 기후 안정성을 향상시키기 위해서, 용도 분야에 따라 종종 피복된 유리 플레이크의 표면 처리가 제안될 수 있다. 유용한 표면 처리로는, 예를 들어 독일특허 제 DE-C 22 15 191 호, 제 DE-A 31 51 354 호, 제 DE-A 32 35 017 호 또는 제 DE-A 33 34 598 호, 독일특허 제 40 30 727 A1 호, 유럽특허 0 649 886 A2 호, 국제특허 공개공보 제 WO 97/29059 호, 제 WO 99/57204 호 및 미국특허 제 5,759,255 호에 기술된 공정을 들 수 있다. 이러한 표면 처리는 안료의 화학적 안정성을 추가로 향상시키고/향상시키거나 안료의 취급, 특히 다양한 적용 매질 속으로의 혼입을 용이하게 한다.
- <38> 본 발명의 효과안료는 다양한 목적, 예를 들어 플라스틱, 유리, 세라믹 제품, 농업용 호일, 장식용 화장품 제제, 및 특히 피복물(특히 자동차용 피복물) 및 잉크(인쇄용 잉크를 포함함)의 착색과 같은 다양한 목적에 유리하게 사용될 수 있다. 통상적으로 사용되는 모든 프린팅 공정은, 예를 들어 오프셋(offset) 프린팅, 음각 프린팅, 청동 프린팅, 플렉소 프린팅(flexographic printing)에 사용될 수 있다. 또한, 전도성 안료와 같은 기능성 안료, 자기성 안료로서 사용되거나, 매질, 예를 들어 플라스틱, 판 제품 및 종이류에 레이저 표식이 가능하도록 만드는데 사용될 수 있다.
- <39> 또한, 본 발명의 효과안료는 층전재 안료, 또는 투명 및 은폐 백색의 착색된 흑색 유기 및 무기 안료와의 혼합물; 및 금속 옥사이드 피복된 운모,  $TiO_2$  플레이크,  $SiO_2$  플레이크 또는  $Al_2O_3$  플레이크 및 피복되거나 피복되지 않은 금속 안료,  $BiOCl$  안료, 판형 철 옥사이드 또는 흑연 플레이크를 기본으로 하는 종래 기술의 투명한 착색된 흑색 광택 안료와의 혼합물로서의 이를 용도에서 유리하게 사용될 수 있다.
- <40> 또한, 본 발명의 안료 혼합물은 유기 또는 무기 착색제, 텍소트로피제(thixotropy agent), 습윤제, 분산제, 물, 유기 용매 또는 용매 혼합물 등을 함유할 수 있다.
- <41> 본 발명의 안료 혼합물은 취급이 간편하고 용이하다. 이러한 안료 혼합물은 단순 혼합에 의해 사용되는 시스템으로 혼입될 수 있다. 상기 안료에 대해 노동력이 요구되는 밀링(milling) 및 분산 과정은 필요하지 않다.
- <42> 본 발명의 피복된 유리 플레이크는 물질, 인쇄용 잉크, 플라스틱, 농업용 필름, 버튼 페이스트(button paste)의

착색 및/또는 피복; 종자의 피복; 식품의 착색, 식품, 약제 또는 화장품 제제의 피복에 사용될 수 있다. 시스템 중의 착색에 사용되는 안료의 농도는 일반적으로 시스템의 고체 총량을 기준으로 0.01 내지 50중량%, 바람직하게는 0.1 내지 5중량%이다. 이 농도는 일반적으로 특정 용도에 따라 좌우된다.

<43> 본 발명의 안료 혼합물을 0.1 내지 50중량%, 특히 0.5 내지 7중량%로 포함하는 플라스틱은 특히 광택이 우수한 것으로 주목된다.

<44> 피복 분야, 특히 자동차용 마무리에서, 유리 플레이크는 0.5 내지 10중량%의 양으로 사용된다.

<45> 예를 들어, 음각, 오프셋 또는 스크린 날염을 위한 페인트 및 인쇄용 잉크에서의 결합제 시스템의 착색에 있어서, 안료는 2 내지 50중량%, 바람직하게는 5 내지 30중량%, 특히 8 내지 15중량%의 양으로 인쇄용 잉크에 혼입된다.

<46> 또한, 본 발명은 피복된 유리 플레이크, 임의적으로 효과안료, 결합제, 및 필요한 경우 첨가제를 포함하고, 실질적으로 무 용매 및 자유-유동 과립의 형태로서 수행되는 안료의 제조방법을 제공한다. 이러한 과립은 본 발명의 안료를 95중량% 이하로 함유한다. 첨가제를 사용하거나 사용하지 않고 본 발명의 유리 플레이크를 결합제, 및 물 및/또는 유기 용매와 함께 반죽한 다음, 이 반죽을 건조하고 치밀한 미립자 형태, 예를 들어 과립, 펠릿, 브리켓(brquette), 마스터배치 또는 정제로 제조하는 안료 제조방법은, 인쇄용 잉크의 전구체로서 특히 적당하다.

<47> 또한, 본 발명은 본 발명의 안료를 함유하는 제제를 제공한다.

<48> 본 발명을 추가로 설명하기 위해, 다양한 비제한적 실시예를 하기에 기술한다. 다른 표시가 없는 한, 하기 실시예, 본원 명세서 및 청구범위에서 모든 부 및 %는 중량을 기준으로 하며 모든 온도는 °C이다.

## 실시예

<49> 실시예 1(금홍석 은 안료) 종래 기술

E-유리의 플레이크(두께:  $5\mu\text{m}$ ; 직경: 10 내지  $40\mu\text{m}$ ; 비표면적: 약  $0.2\text{m}^2/\text{g}$ ) 200g을 탈이온수 2ℓ에 혼탁시킨다. 격렬히 교반시키며 혼탁액을 80°C로 가열한다. 희석 HCl로 pH를 2.0으로 조정한 후, 이 혼탁액에  $\text{SnCl}_4 \times 5\text{H}_2\text{O}$ 의 용액(농축 HCl 10ml + 탈이온수 50ml 중의 용액) 3g을 공급하고 동시에 약 1시간 동안 10% NaOH로 중화시켜, 유리 플레이크 상에  $\text{SnO}_2$ 의 제 1 층을 침전시킨다. 이 반응을 완결하기 위해, 혼탁액을 추가로 15분 동안 교반한다. 희석 HCl을 사용하여 피복물의 pH를 1.8로 조정한 다음, 약 3시간 동안 10% NaOH로  $\text{TiCl}_4$  용액( $\text{TiCl}_4$  400g/탈이온수 1ℓ) 63.5ml를 적정한다. 목적하는 층 두께에 도달하면 피복을 중단하고 15분 동안 추가로 교반한 다음, 여과하고 탈이온수로 세척 및 건조시킨다. 30분 동안 800°C에서 하소시킨 후, 은백색 금홍석 안료를 수득한다.

<51> 실시예 2(금홍석 은 안료)

E-유리의 플레이크(두께:  $0.5\mu\text{m}$ ; 직경: 10 내지  $40\mu\text{m}$ ; 비표면적: 약  $1.7\text{m}^2/\text{g}$ ) 200g을 탈이온수 2ℓ에 혼탁시킨다. 실시예 1과 동일한 방식으로 피복을 수행한다. 적정 시간을 동일하게 유지하되, 상이한 염기 물질에 따라 용액의 양을 조정한다:

<53>  $\text{SnCl}_4 \times 5\text{H}_2\text{O}$ (농축 HCl 15ml + 탈이온수 75ml 중의 용액) 5g

<54>  $\text{TiCl}_4$  용액( $\text{TiCl}_4$  400g/탈이온수 1ℓ) 196.3ml

<55> 30분 동안 800°C에서 하소시킨 후, 빛나는 은백색 금홍석 안료를 수득한다.

<56> 실시예 3 및 4(금홍석 간섭 녹색 안료)

실시예 1 및 실시예 2와 동일한 방식으로 피복을 시작하되,  $\text{TiO}_2$ ( $\text{TiCl}_4$  400g/탈이온수 1ℓ)의 피복량을 증가시켜 녹색 간섭형 안료를 수득한다. 실시예 1 및 실시예 2에서 기술한 바와 같이 추가 단계를 재수행한다.

<58> 이들의 특성을 평가하기 위해, 상기 모든 안료로부터 드로우다운 카드(draw down card)를 제조한다. 추가적으로, 분사된 패널을 제조하였다.

<59>  $5.0\mu\text{m}$  내지  $0.5\mu\text{m}$ 의 두께를 갖는 유리 플레이크를 기본으로 하는 안료에 대하여, 착색효과 및 시각 성능을 체크 한다.

<60> 결과:

<61> -  $5.0\mu\text{m}$ 의 두께를 갖는 드로우다운 카드 및 패널 안료의 성능은 매우 약했으며, 이로 인해 "희석"효과가 나타난다. 은빛은 광택 및 은폐효과가 거의 없었으며, 녹색은 흐리고 광택이 거의 없었다.

<62> - 일광하에서는 일부 큰 플레이크들이 일종의 섬광을 나타내는, 약간 더 양호한 효과를 나타낸다.

<63> -  $0.5\mu\text{m}$  두께의 안료의 경우 상황이 완전히 다르다: 이들은 광휘, 광택 및 (녹색에 대한)채도에 있어서 필적하는 운모 안료보다 탁월한 효과를 나타낸다.

<64> - 선명한 색상과 혼합된 높은 투명도가 특히 두드러진다.

<65> - 현미경으로 관찰하여, 모든 안료의 표면이 양호하고 균일하게 피복되어 있으며, 이러한 차이가 주로  $5\mu\text{m}$  입자들의 불완전 배향으로부터 기인한다는 것을 알 수 있다.