



(19) 대한민국특허청(KR)

(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2019년02월13일

(11) 등록번호 10-1921769

(24) 등록일자 2018년11월19일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C09C 1/00 (2006.01) C09C 1/24 (2006.01)
C09D 7/40 (2018.01)

(21) 출원번호 10-2013-7024006

(22) 출원일자(국제) 2012년03월15일

심사청구일자 2017년03월15일

(85) 번역문제출일자 2013년09월11일

(65) 공개번호 10-2014-0011333

(43) 공개일자 2014년01월28일

(86) 국제출원번호 PCT/US2012/029172

(87) 국제공개번호 WO 2012/125789

국제공개일자 2012년09월20일

(30) 우선권주장

13/419,772 2012년03월14일 미국(US)

61/452,804 2011년03월15일 미국(US)

(56) 선행기술조사문헌

KR1020080081841 A*

KR1020100066460 A

JP2002146236 A

EP0969451 A1

*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자

바스프 코퍼레이션

미국 뉴저지주 07932 플로르햄 파크 파크 애비뉴 100

(72) 발명자

시오쓰, 제임스

미국 10598 뉴욕주 요크타운 하이츠 토니 코트 657

키라일, 토마스

미국 06810 코네티컷주 덴버리 그레이니어 드라이브 4

오카, 베티

미국 10562 뉴욕주 오썬닝 가농 드라이브 63

(74) 대리인

양영준, 이귀동, 장수길, 위혜숙

전체 청구항 수 : 총 9 항

심사관 : 강민구

(54) 발명의 명칭 **흑색 효과 안료**

(57) 요약

본 발명은 흑색 효과 안료 및 상기 안료의 제조 방법에 관한 것이다. 상기 안료는, SnO₂ 및/또는 SnO₂ 수화물 및 Fe₃O₄가 코팅되고 금속 산화물, 예컨대 SiO₂, TiO₂, ZrO₂ 및 ZnO₂가 임의로 코팅된 판상 기재를 포함한다. 기재 상으로 SnO₂ 및/또는 SnO₂ 수화물을 침착시키면 접착력이 개선되고, 판상 표면, 특히 운모 표면 상으로 산화철을 침착시키기 위한 기재 표면이 제조된다. 상기 안료는 코팅, 분말 코팅, 인쇄 잉크, 플라스틱, 세라믹 재료, 유리, 화장품 배합물, 레이저 마킹 안료, 안료 조성물 또는 건조 제제와 같은 응용예에 사용될 수 있으며, 상기 안료는 특히 화장품 응용예에 대해 적합하다.

명세서

청구범위

청구항 1

a) 판상 기재 상의 SnO_2 및/또는 수화된 SnO_2 의 적어도 부분 층, 및

b) Fe_3O_4 의 적어도 부분 층

을 포함하는 흑색 효과 안료이며,

여기서 흑색 효과 안료는 c) 금속 산화물의 추가의 층

을 추가로 포함할 수 있고,

Fe_3O_4 의 적어도 부분 층은 수산화제2철(ferric hydroxide) 및 Fe_2O_3 을 추가로 함유할 수 있고,

SnO_2 및/또는 수화된 SnO_2 층 또는 층들은 흑색 효과 안료의 총 중량을 기준으로 0.5 내지 4 중량%의 중량 범위이고,

Fe_3O_4 층 또는 층들은 흑색 효과 안료의 총 중량을 기준으로 20 내지 70 중량%의 중량 범위인,

흑색 효과 안료.

청구항 2

제1항에 있어서, SnO_2 및/또는 수화된 SnO_2 층(들) 및/또는 Fe_3O_4 층(들)이 판상 기재 상에서 연속 코팅(들) 또는 층(들)을 캡슐화하거나 또는 형성하는 것인 흑색 효과 안료.

청구항 3

제1항 또는 제2항에 있어서, 추가의 층 c)가 SiO_2 , TiO_2 , ZrO_2 , Al_2O_3 및 ZnO_2 로 이루어진 금속 산화물 군으로부터 선택된 것인 흑색 효과 안료.

청구항 4

제1항 또는 제2항에 있어서, 판상 기재가 산화알루미늄, 판상 유리, 필라이트, 알루미늄, 천연 운모, 합성 운모, 옥시염화비스무트, 판상 산화철, 판상 흑연, 브론즈, 스테인레스 스틸, 천연 진주, 질화붕소, 이산화규소, 구리 박편, 구리 합금 박편, 아연 박편, 아연 합금 박편, 산화아연, 에나멜, 차이나 점토(china clay), 포셀린(porcelain), 산화티타늄, 이산화티타늄, 아산화티타늄, 제올라이트, 카올린 및 그의 조합으로 이루어진 군으로부터 선택된 것인 흑색 효과 안료.

청구항 5

삭제

청구항 6

제1항 또는 제2항에 있어서, Fe_3O_4 코팅 층에 접합하는 SnO_2 및/또는 SnO_2 수화물 코팅 또는 층이 TiO_2 코팅 또는 층 내로 혼입되지 않는 것인 흑색 효과 안료.

청구항 7

제1항 또는 제2항에 있어서,

판상 기재/ SnO_2 및/또는 SnO_2 수화물 + Fe_3O_4 (동일 층 내),

판상 기재/ SnO_2 및/또는 SnO_2 수화물 + Fe_3O_4 (동일 층 내)/ SiO_2 ,

판상 기재/SnO₂ 및/또는 SnO₂ 수화물/Fe₃O₄,

판상 기재/SnO₂ 및/또는 SnO₂ 수화물/Fe₃O₄/SiO₂,

판상 기재/SnO₂ 및/또는 SnO₂ 수화물/Fe₃O₄/TiO₂,

판상 기재/SnO₂ 및/또는 SnO₂ 수화물/Fe₃O₄/ZnO₂,

판상 기재/SnO₂ 및/또는 SnO₂ 수화물/Fe₃O₄/ZrO₂,

판상 기재/TiO₂ + SnO₂/Fe₃O₄/SiO₂,

판상 기재/SnO₂ 및/또는 SnO₂ 수화물/TiO₂ + SnO₂/Fe₃O₄/SiO₂,

판상 기재/TiO₂ + SnO₂/SnO₂ 및/또는 SnO₂ 수화물/Fe₃O₄/SiO₂,

판상 기재/SnO₂ 및/또는 SnO₂ 수화물/Fe₃O₄/TiO₂ + SnO₂/Fe₃O₄/SiO₂,

판상 기재/SnO₂ 및/또는 SnO₂ 수화물/Fe₃O₄/SiO₂/SnO₂/Fe₃O₄/SiO₂,

판상 기재/SiO₂/SnO₂ 및/또는 SnO₂ 수화물/Fe₃O₄/TiO₂, 및

판상 기재/SnO₂/TiO₂/SnO₂/Fe₃O₄/SiO₂

의 층 구조를 가지며,

여기서, 판상 기재가 산화알루미늄, 판상 유리, 필라이트, 알루미늄, 천연 운모, 합성 운모, 옥시염화비스무트, 판상 산화철, 판상 흑연, 브론즈, 스테인리스 스틸, 천연 진주, 질화붕소, 이산화규소, 구리 박편, 구리 합금 박편, 아연 박편, 아연 합금 박편, 산화아연, 에나멜, 차이나 점토, 포셀린, 산화티타늄, 이산화티타늄, 아산화티타늄, 제올라이트, 카올린, 보로실리케이트 또는 그의 조합으로 이루어진 군으로부터 선택된 것인 흑색 효과 안료.

청구항 8

제1항에 따른 흑색 효과 안료를 포함하는 페인트, 코팅, 분말 코팅, 인쇄 잉크, 레이저 마킹 안료, 화장품 배합물, 안료 조성물 또는 건조 제제로부터 선택되는 물품.

청구항 9

수산화제2철(ferric hydroxide) 또는 산화제2철(ferric oxide)을 추가로 포함할 수 있는 Fe₃O₄의 코팅 또는 층을, 수화된 SnO₂를 추가로 포함할 수 있는 적어도 부분적으로 코팅되거나 층상화된 SnO₂ 코팅 판상 기재 상에 적용하는 단계

를 포함하며, 추가의 금속 산화물 코팅을 적용하는 단계를 추가로 포함할 수 있는 것인

제1항에 따른 흑색 효과 안료의 제조 방법.

청구항 10

0.5 내지 4 중량%의 SnO₂ 및/또는 SnO₂ 수화물을 판상 기재 상에 침착시키는 것을 포함하는, 20 내지 70 중량%의 후속 Fe₃O₄ 침착을 위한 판상 기재의 제조 방법이며, 여기서 상기 중량%는 침착된 기재의 총 중량을 기반으로 하며,

상기 침착은 a) 0.5 내지 4 중량%의 SnO₂ 및/또는 SnO₂ 수화물로 판상 기재를 적어도 부분적으로 코팅시키는 단계, 및

b) 20 내지 70 중량%의 Fe₃O₄를, 단계 a)의 적어도 부분적으로 코팅된 판상 기재에 적용하는 단계를 포함하며,

c) 추가의 금속 산화물 코팅을 적용하는 단계를 추가로 포함할 수 있고,

Fe_3O_4 의 층은 수산화제2철(ferric hydroxide) 및 Fe_2O_3 을 추가로 함유할 수 있고,

Fe_3O_4 의 판상 기재로의 접착력은 증가되는 것인

방법.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본원은, 그 전문이 본원에 참고로 포함된 2011년 3월 15일 출원된 미국 가 출원 번호 61/452,804의 이점을 주장한다.

배경 기술

[0002] 진주빛 안료 또는 진주광택 안료로 또한 공지된 효과 안료는, 재료에 진주빛 광택, 금속성 광택 및/또는 무지개 빛에 가까운 다중색채 효과를 제공하는데 사용된다. 예를 들어, 박편 형태의 기재에 기초한 흑색 효과 안료가 화장품 분야에서 특히 관심받고 있다. 화장품 응용예에 대해 승인된 주요한 흑색 효과 안료 중 하나에는, Fe_3O_4 기재의 효과 안료가 포함된다.

[0003] 미국 특허 번호 3,926,659, 7,303,622 및 미국 공개 번호 2007/0032573에는 Fe_3O_4 기재의 효과 안료가 개시되어 있다.

[0004] Fe_3O_4 기재의 효과 안료는, 많은 색채에 기초한 안료, 예컨대 카민과 마찬가지로 매우 안정하며 분해되지 않는 경향이 있다. 그러나, Fe_3O_4 기재의 효과 안료는 일반적으로 충분한 흑색도(blackness)를 제공하지 않는다.

[0005] 또한, Fe_3O_4 는 판상(platy) 기재에 잘 결합되지 않는다. 예를 들어, 운모 및 필라이트와 같은 기재로의 Fe_3O_4 접착력은 약하다. 따라서, 일단 Fe_3O_4 코팅된 기재에 기계적 전단력이 가해지면, 예컨대 라커 중에서 생성물을 수동 혼합시키면, Fe_3O_4 층 또는 코팅은 기재 표면으로부터 쉽게 제거된다. 기재로부터 Fe_3O_4 코팅 또는 층의 이러한 제거는 "얼룩형성(staining)" 문제를 일으킬 수 있다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0006] 따라서, 판상 기재에 대한 개선된 접착력 및 개선된 흑색도를 갖는 흑색 효과 안료 조성물이 당업계에서는 여전히 요구되고 있다.

과제의 해결 수단

- [0007] 발명의 개요
- [0008] 본 발명자들은, Fe_3O_4 기재의 효과 안료에서 이러한 단점들의 일부는 본원에 개시된 다양한 실시양태를 사용함으로써 해소될 수 있음을 발견하였다.
- [0009] 본 발명의 주요 실시양태는,
- [0010] · 신규한 흑색 효과 안료,
- [0011] · 본 발명의 흑색 효과 안료를 포함하는 페인트, 코팅, 인쇄 잉크, 화장품 배합물, 레이저 마킹, 안료 조성물 또는 건조 제제, 특히 화장품 배합물,
- [0012] · 상기 흑색 효과 안료의 제조 방법, 및
- [0013] · Fe_3O_4 의 기재로의 접착력을 증가시키는 방법
- [0014] 에 관한 것이다.

- [0015] 따라서, 본 발명은,
- [0016] a) 기재 상의 SnO_2 및/또는 수화된 SnO_2 의 적어도 부분 층,
- [0017] b) Fe_3O_4 의 적어도 부분 층, 및
- [0018] c) 임의로, 금속 산화물의 추가의 층
- [0019] 을 포함하고,
- [0020] 바람직하게는 금속 산화물 층이 투명하며,
- [0021] 여기서 Fe_3O_4 의 적어도 부분 층은 수산화제2철(ferric hydroxide) 및 Fe_2O_3 을 추가로 함유할 수 있는 것인 흑색 효과 안료에 관한 것이다.
- [0022] 본 발명의 흑색 효과 안료를 포함하는 페인트, 코팅, 인쇄 잉크, 화장품 배합물, 레이저 마킹, 안료 조성물 또는 건조 제제, 특히 화장품 배합물은 본 발명의 중요한 실시양태이다.
- [0023] 상기 흑색 효과 안료의 제조 방법은,
- [0024] Fe_3O_4 의 코팅 또는 층을, 적어도 부분적으로 코팅되거나 층상화된 SnO_2 코팅 기재 상에 적용하는 단계, 및 임의로 추가의 금속 산화물 코팅을 적용하는 단계를 포함한다.
- [0025] 대안적으로, 이 방법은 Fe_3O_4 가 후속 침착되는 기재를 제조하기 위한, SnO_2 및/또는 SnO_2 수화물의 용도로 표현될 수 있다.
- [0026] 기재에 대한 Fe_3O_4 의 접착력을 증가시키는 방법은,
- [0027] a) 기재를 SnO_2 및/또는 SnO_2 수화물로 적어도 부분적으로 코팅시키는 단계,
- [0028] b) Fe_3O_4 를, 단계 a)의 적어도 부분적으로 코팅된 기재에 적용하는 단계, 및
- [0029] c) 임의로, 추가의 금속 산화물 코팅을 적용하는 단계
- [0030] 를 포함하고, 여기서 Fe_3O_4 의 부분 층은 수산화제2철 및 Fe_2O_3 을 추가로 함유할 수 있다.
- [0031] 대안적으로, 이 방법은, 기재 상의 후속적인 Fe_3O_4 층에 대한 접착 촉진제로서의, SnO_2 및/또는 SnO_2 수화물의 용도로 표현될 수 있다.

도면의 간단한 설명

- [0032] 도 1 내지 4는, 그 위에 Fe_3O_4 가 침착되는 산화주석 처리된 운모의 대표도이다. 흑색 점은 Fe_3O_4 를 나타낸다. 도 1 내지 4는 니콘 LV-100 상에서 400배 배율로 촬영한 것이다. 도 5는 100배 배율로 촬영한 것이다. 도 1은 운모 상의 0.39 중량% SnO_2 및/또는 SnO_2 수화물 층, 및 39 중량% Fe_3O_4 층을 나타낸다. 도 2는 운모 상의 3.2 중량% SnO_2 및/또는 SnO_2 수화물 층, 및 31 중량% Fe_3O_4 층을 나타낸다. 도 3은 운모 상의 2.6 중량% SnO_2 및/또는 SnO_2 수화물 층, 및 40 중량% Fe_3O_4 층을 나타낸다. 도 4는 운모 상의 1.92 중량% SnO_2 및/또는 SnO_2 수화물 층, 및 18.4 중량% Fe_3O_4 층을 나타낸다. 도 5는 운모 상의 25 중량% Fe_3O_4 층을 나타낸다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0033] 상세한 설명
- [0034] 정의
- [0035] 본 발명의 목적상 용어 "기재"는, 판상의 무기 또는 유기 처리되거나 처리되지 않은 재료를 의미한다. 예를

들어, 그러한 판상 재료에는 산화알루미늄, 판상 유리, 펄라이트, 알루미늄, 천연 운모, 합성 운모, 옥시염화비스무트, 판상 산화철, 판상 흑연, 판상 실리카, 브론즈, 스테인레스 스틸, 천연 진주, 질화붕소, 구리 박편, 구리 합금 박편, 아연 박편, 아연 합금 박편, 산화아연, 에나멜, 차이나 점토(china clay), 포셀린(porcelain), 산화티타늄, 판상 이산화티타늄, 아산화티타늄, 카올린, 제올라이트 및 그의 조합이 포함될 수 있다.

[0036] 이상에서 정의된 바대로, 기재는 처리되거나 처리되지 않을 수 있다. 예를 들어, 상기 기재는 실질적으로 임의의 제제, 예컨대 실리콘 및 커플링제로 처리될 수 있다. 대안적으로, 상기 기재는 표면이 매끄러워지도록 기계적으로 처리될 수 있거나, SnO_2 및 Fe_3O_4 의 적어도 일부 코팅을 적용하기 전에 표면이 활성화되도록 플라즈마 또는 복사선 처리될 수 있다.

[0037] 바람직한 실시양태에서, 기재는 천연 운모, 합성 운모, 펄라이트, 판상 유리, 옥시염화비스무트 및 알루미늄으로 이루어진 군으로부터 선택될 수 있다. 천연 운모 (천연 및 합성)가 특히 중요하다.

[0038] 본원에 사용된 용어 "판상"은 당업계에서 널리 이해되고 있다. 상기 용어 "판상"은, 박편, 박편 유사, 판 유사, 소판(platelet) 형태 및 박편형과 상호교환적으로 사용될 수 있다.

[0039] 용어 "흑색"이 사용되는 경우, 이것은 실제로 흑색을 의미한다.

[0040] "실제로 흑색"은 본 발명의 목적 상, 흑색 색채가 충분한 흑색도로 구별됨을, 즉 낮은 L 값을 그리고 "a" 및 "b" 값은 0점 근처에 있음을 의미한다. 흑색은 다른 색채, 예컨대 금색, 적색, 녹색 등의 오버톤(overtone)을 함유할 수 있다. "a" 및 "b" 값을 규정된 대로 조정하면 금색, 적녹색 또는 청색 색조를 갖는 흑색 간접 안료가 얻어질 수 있다.

[0041] 표현 "적어도 부분 층 또는 코팅"은 SnO_2 , Fe_3O_4 또는 임의적인 금속 산화물 코팅, 층 또는 스택을 지칭하며, 상기 코팅이 불완전하거나 부분적일 수 있음을, 즉 전체 판상 표면을 덮는 완전히 연속적인 층이 아니라 판상 표면의 단지 일부임을 의미한다.

[0042] 본원에 인용된 각각의 그리고 모든 특허, 특허 출원서, 및 공보의 개시내용은 그 전문이 본원에 참고로 포함되어 있다.

[0043] 기재

[0044] 이상에서 설명된 바와 같이, 판상 기재는 유기 또는 무기일 수 있지만 바람직하게는 무기이다.

[0045] 기재는 여러 방법으로 추가로 특성화될 수 있다. 예를 들어, 판상 기재 직경은 약 0.1 내지 약 350 마이크로미터, 바람직하게는 약 5 내지 약 250 마이크로미터, 가장 바람직하게는 약 1 내지 약 150 마이크로미터의 범위일 수 있다.

[0046] 판상 기재는 또한 동일하거나 상이한 기재의 혼합물일 수 있고, 각각은 다양한 입자 크기를 갖는다. 기재 혼합물은 2개, 3개 또는 그 초과 상이한 기재로 이루어질 수 있다. 하나의 기재, 예를 들어 천연 운모 또는 합성 운모가 바람직하다.

[0047] SnO_2

[0048] 중요한 실시양태에서, SnO_2 및/또는 수화된 SnO_2 은 기재를 부분적으로 또는 완전히 코팅할 수 있고, 상기 부분적으로 코팅되거나 완전히 코팅된 기재는 Fe_3O_4 의 적어도 일부 코팅 또는 층으로, 인접하게 그리고 직접적으로 코팅된다.

[0049] 상기 SnO_2 코팅 또는 층은 기재 상에 직접적으로 접합하거나 접합하지 않을 수 있다. 그러나, SnO_2 코팅 또는 층은 하나 이상의 Fe_3O_4 층, 스택 또는 코팅과 직접적으로 접촉될 것이다.

[0050] 또 다른 중요한 실시양태는, 판상 기재, 특히 운모에 SnO_2 가 씨딩된 다음 인접 TiO_2 층에 의해 또는 그로써 씨딩될 수 있는 것이다. 따라서, SnO_2 를 함유하는 TiO_2 층은, 그 위에 Fe_3O_4 코팅이 적용되는 인접 층으로서 사용될 수 있다.

[0051] 그러나, Fe_3O_4 코팅 층 상에 접합하는 SnO_2 코팅 또는 층이, TiO_2 코팅 또는 층 내로 혼입되지 않는 것이 바람직하다.

[0052] 판상 표면 상으로 침착되어야 하는 SnO_2 및/또는 수화된 SnO_2 화합물의 양은 가변될 수 있다. 그러나 전형적으

로 산화주석 및/또는 그 수화물의 최소 양은 효과 안료의 총 중량을 기준으로 적어도 약 0.01 중량%, 바람직하게는 0.1 중량% 및 가장 바람직하게는 약 0.5 중량%의 SnO_2 및/또는 그 수화물의 범위이다.

[0053] 따라서, 효과 안료의 중량%로서 SnO_2 및/또는 SnO_2 수화물의 양은 효과 안료의 총 중량을 기준으로 적어도 0.01 내지 20 중량%, 바람직하게는 0.1 내지 10 중량%, 가장 바람직하게는 0.5 내지 4 중량%의 범위이다.

[0054] 본 발명의 흑색 효과 안료의 이점 중 하나는, 기재, 특히 운모 또는 합성 운모 상으로의 적어도 부분적인 SnO_2 또는 적어도 부분적인 수화된 SnO_2 코팅이, 인접 Fe_3O_4 층 또는 코팅의 적용을 위한 훨씬 더 개선된 기재 표면을 제공한다는 것이다. 이에 의해, 기재와 결합되지 않은 Fe_3O_4 입자로서보다 오히려 판상 기재에 접촉되는 Fe_3O_4 의 양이 더 많아지게 된다. 이에 의해 얼룩형성 문제가 거의 없거나 전혀 없는 더욱 변치않고(true) 더욱 짙은 흑색 효과 안료, 더욱 낮은 농도에서 효과적인 효과 안료가 얻어지게 된다.

[0055] 따라서, 후속적인 Fe_3O_4 를 침착시키기 위한 기재의 제조를 위해 사용되는 SnO_2 및/또는 SnO_2 수화물의 용도로서, 상기 기재가 산화알루미늄, 판상 유리, 필라이트, 알루미늄, 천연 운모, 합성 운모, 옥시염화비스무트, 판상 산화철, 판상 흑연, 브론즈, 스테인리스 스틸, 천연 진주, 질화붕소, 이산화규소, 구리 박편, 구리 합금 박편, 아연 박편, 아연 합금 박편, 산화아연, 에나멜, 차이나 점토, 포셀린, 산화티타늄, 이산화티타늄, 아산화티타늄, 제올라이트, 카올린, 제올라이트 및 그 조합물; 바람직하게는 천연 운모, 합성 운모, 필라이트, 판상 유리 및 알루미늄; 가장 바람직하게는 천연 운모 또는 합성 운모로 이루어진 군으로부터 선택되는 용도가, 본 발명의 중요한 실시양태이다.

[0056] 다양한 주석 염은 산화주석 및/또는 산화주석 수화물 화합물의 공급원으로서 사용될 수 있고, 제1주석(stannous) 및 제2주석(stannic) 염 둘 다가 이용가능하다. 용액이 회색 시에 용이하게 가수분해되어 양으로 하전되는 매우 콜로이드성의 현탁액을 형성시키는 것이 많은 주석 염의 특징이다. 산화주석 화합물의 핵형성 표면의 불용화는 열에 의해, 또는 분리된 박편의 건조에 의해 또는 슬러리를 비교적 고온으로 가열함에 의해 용이하게 실시된다.

[0057] Fe_3O_4

[0058] 마그네타이트 층 또는 Fe_3O_4 층은 습식 화학적 방법, 화학적 기상 침착 (CVD), 물리적 기상 침착 (PVD)에 의해 직접적으로 적합한 판상 기재 상에 침착될 수 있다. 대안적으로, 판상 기재는 먼저 산화철(III)로 코팅될 수 있고, 상기 산화철(III)은 후속적으로 산화철(II)을 함유하는 층으로 환원된다.

[0059] Fe_3O_4 가 형성되거나 기재 상으로 침착되는 경우에, 소량의 수산화제2철 및 Fe_2O_3 가 형성되고 아마도 또한 존재할 것임에 주목하는 것이 중요하다.

[0060] 전형적으로, Fe_3O_4 코팅은 본 발명의 흑색 효과 안료 총 중량의 약 20 내지 약 70 중량%, 바람직하게는 약 25 내지 약 65 중량%, 약 35 내지 약 60 중량%의 범위이다.

[0061] SnO_2 및/또는 수화된 SnO_2 층(들) 및/또는 Fe_3O_4 층(들)을 함유하는 흑색 효과 안료는 기재 상에서 연속 코팅(들) 또는 층(들)을 캡슐화하거나 형성할 수 있다. 반드시 어느 하나의 코팅이 부분적이어야 하는 것은 아니다.

[0062] 금속 산화물 코팅

[0063] 본 발명의 또 다른 실시양태는, 기재 표면 상의 Fe_3O_4 의 접촉이 추가적인 금속 산화물 코팅을 사용하여 추가로 개선될 수 있다는 것이다. 이러한 코팅은 Fe_3O_4 층이 전단 시 제거되는 것로부터 보호하는, 내부 Fe_3O_4 층 또는 층들에 대한 외부 보호 층으로 기능할 수 있다. 이러한 추가의 금속 산화물 코팅은 또한 Fe_3O_4 를 추가 산화로부터 보호할 수 있다.

[0064] 또한, 금속 산화물 층은 기저에 있는 Fe_3O_4 층(들)을 평탄화시켜서 효과 안료가 피부 및 화장품 응용예에 대해 더욱 적합해지도록 한다.

[0065] 이러한 임의적인 보호 층은 실제로 임의의 금속 산화물, 바람직하게는 투명한 금속 산화물로부터 선택될 수 있다. 예를 들어, 금속 산화물, 예컨대 SiO_2 , TiO_2 , ZrO_2 , Al_2O_3 및 ZnO_2 가 계획된다.

- [0066] 임의적인 금속 산화물 층 c)에 대한 바람직한 실시양태는, SiO_2 , TiO_2 및 ZnO_2 , 가장 바람직하게는 SiO_2 및 TiO_2 , 특히 SiO_2 로 이루어진 군으로부터 선택된 금속 산화물이다.
- [0067] 이러한 임의적인 보호 층 또는 금속 산화물 외부 층은 약 1 nm 내지 약 350 nm, 바람직하게는 약 5 nm 내지 약 100 nm, 특히 10 nm 내지 약 100 nm의 범위일 수 있다.
- [0068] 지금까지 논의된 실시양태는 3층, a) SnO_2 또는 수화된 SnO_2 층 또는 코팅, b) Fe_3O_4 층 또는 코팅, 및 c) 금속 산화물 층에 대한 것이긴 하지만, 본 발명의 흑색 효과 안료는 이러한 3층으로 제한되지 않는다. 다른 변형에 가 가능하다. 예를 들어, 하기 층 순서의 간접 안료가 계획되지만 이들로 제한되지 않는다:
- [0069] 기재/ SnO_2 및/또는 SnO_2 수화물 + Fe_3O_4 (동일 층 내),
- [0070] 기재/ SnO_2 및/또는 SnO_2 수화물 + Fe_3O_4 (동일 층 내)/ SiO_2 ,
- [0071] 기재/ SnO_2 및/또는 SnO_2 수화물/ Fe_3O_4 ,
- [0072] 기재/ SnO_2 및/또는 SnO_2 수화물/ Fe_3O_4 / SiO_2 ,
- [0073] 기재/ SnO_2 및/또는 SnO_2 수화물/ Fe_3O_4 / TiO_2 ,
- [0074] 기재/ SnO_2 및/또는 SnO_2 수화물/ Fe_3O_4 / ZnO_2 ,
- [0075] 기재/ SnO_2 및/또는 SnO_2 수화물/ Fe_3O_4 / ZrO_2 ,
- [0076] 기재/ TiO_2 + SnO_2 / Fe_3O_4 / SiO_2 ,
- [0077] 기재/ SnO_2 및/또는 SnO_2 수화물/ TiO_2 + SnO_2 / Fe_3O_4 / SiO_2 ,
- [0078] 기재/ TiO_2 + SnO_2 / SnO_2 및/또는 SnO_2 수화물/ Fe_3O_4 / SiO_2 ,
- [0079] 기재/ SnO_2 및/또는 SnO_2 수화물/ Fe_3O_4 / TiO_2 + SnO_2 / Fe_3O_4 / SiO_2 ,
- [0080] 기재/ SnO_2 및/또는 SnO_2 수화물/ Fe_3O_4 / SiO_2 / SnO_2 / Fe_3O_4 / SiO_2 ,
- [0081] 기재/ SiO_2 / SnO_2 및/또는 SnO_2 수화물/ Fe_3O_4 / TiO_2 ,
- [0082] 기재/ SnO_2 / TiO_2 / SnO_2 / Fe_3O_4 / SiO_2 .
- [0083] 상기 층 순서에서, 기재는 산화알루미늄, 판상 유리, 펠라이트, 알루미늄, 천연 운모, 합성 운모, 옥시염화비스무트, 판상 산화철, 판상 흑연, 브론즈, 스테인리스 스틸, 천연 진주, 질화붕소, 이산화규소, 구리 박편, 구리 합금 박편, 아연 박편, 아연 합금 박편, 산화아연, 에나멜, 차이나 점토, 포셀린, 산화티타늄, 이산화티타늄, 아산화티타늄, 제올라이트, 카올린, 보로실리케이트 및 그 조합물; 바람직하게는 천연 운모, 합성 운모, 펠라이트, 판상 유리 및 알루미늄; 가장 바람직하게는 천연 운모 또는 합성 운모로 이루어진 군으로부터 선택된다.
- [0084] 이상에서 설명된 바와 같이, 본 발명의 흑색 안료는 또한 한 층에 존재하는 SnO_2 및 Fe_3O_4 , 및 두 개의 개별 층에 존재하는 SnO_2 및 Fe_3O_4 를 구현한다.
- [0085] 흑색 효과 안료의 제조
- [0086] 청구된 안료 조성물에 유용한 효과 안료는 당업계에 공지된 임의의 방법으로 형성될 수 있다. 이것은 한 예로, 금속 산화물을 층상화된 판상 기재 미립자 상으로 침전시키고 그 후 코팅된 미립자를 하소시켜 금속 산화물 코팅된 박편 형태 안료를 제공함으로써 실시될 수 있다.
- [0087] 일반적으로, 효과 안료의 제조 과정에는 기재, 특히 판상 기재를 분산시키고 그 분산액을 전구체와 조합시켜서 전구체 산화물을 기재 상으로 침착시키는 것이 포함된다. 예를 들어, 산화티타늄의 경우에, 염화티타닐 또는 사염화티타닐이 전구체로 사용될 수 있다. 산화철의 경우에, 전구체 공급원 재료는 황산제1철(ferrous sulfate)일 수 있고, 산화주석 및/또는 그 수화물의 경우에, 전구체는 SnCl_2 일 수 있다. 생성되는 슬러리의 pH

는 산화철(들)을 판상 기재 상으로 침전시키기 위해서 적합한 염기, 예컨대 수산화나트륨을 사용하여 철 염의 첨가 동안 적절한 수준에서 유지된다. 필요한 경우, 산화티타늄, 산화규소, SnO_2 및 산화철 (또는 다른 금속)의 추가의 층이 후속적으로 침착될 수 있다.

- [0088] 다른 코팅 과정, 예컨대 화학적 기상 침착 (CVD) 또는 물리적 기상 침착 공정 (PVD)이 또한 청구된 조성물에 유용한 효과 안료를 제조하는데 사용될 수 있다.
- [0089] 따라서, 실질적으로 흑색 효과 안료의 제조 방법에는,
- [0090] Fe_3O_4 의 코팅 또는 층을, 적어도 부분적으로 코팅되거나 층상화된 SnO_2 또는 수화된 SnO_2 코팅 기재 상에 적용하는 단계; 및 임의로, 추가의 금속 산화물 코팅을 적용하는 단계가 포함된다.
- [0091] 습식 화학적 방법이 특히 중요하다. 하나 이상의 가수분해가능한 금속 염을 가수분해에 적합한 pH에서 첨가하면서, 기재를 일반적으로 액체, 특히 물 중에 현탁시키거나 분산시킨다. pH는, 금속 산화물 또는 금속 산화물 수화물이 2차 침전물을 형성시키지 않으면서 박편 상으로 직접적으로 침전되도록 선택된다. 산 또는 염기의 동시적인 계량에 의해 pH가 일정하게 유지될 수 있다.
- [0092] 본 발명의 흑색 효과 안료의 경우에, SnO_2 및/또는 SnO_2 수화물 처리된 판상 기재를, 환원 조건을 사용하거나 사용하지 않고 염기성 pH에서 가수분해가능한 철 염, 예컨대 Fe_2SO_4 의 존재 하에서 액체 중에 분산시킬 수 있다.
- [0093] 판상 기재 상으로 SnO_2 및/또는 SnO_2 수화물의 침전은 건조 또는 하소와 함께 별도로 실시된 다음, Fe_3O_4 층을 형성시킬 수 있다. 대안적으로, 산화주석 및/또는 그 수화물 코팅을 제 1 단계에서 건조 또는 하소없이 산성 조건 아래에서 적용시킨 다음, 염기성의 환원 또는 비환원 조건 아래에서 Fe_3O_4 를 침착시킬 수 있다.
- [0094] 본 발명은 또한 판상 기재, 예를 들어 운모 또는 합성 운모에 대한 Fe_3O_4 의 접착력을 개선시키는 신규한 방법 또는 용도에 관한 것이다.
- [0095] a) 기재, 특히 운모 (합성 또는 천연)를 SnO_2 및/또는 수화된 SnO_2 로 적어도 부분적으로 코팅시키는 단계;
- [0096] b) Fe_3O_4 를, 단계 a)의 적어도 부분적으로 코팅된 기재에 적용하는 단계; 및
- [0097] c) 임의로, 추가의 금속 산화물 코팅을 적용하는 단계
- [0098] 를 포함하고, 여기서 Fe_3O_4 의 부분 층은 수산화제철 및 Fe_2O_3 을 추가로 함유할 수 있는 것인 방법은, Fe_3O_4 의 재료의 접착력 증가를 수반한다.
- [0099] 본 발명의 흑색 효과 안료는, 이 효과 안료에 소수성 또는 친수성 특성을 제공하도록 추가로 코팅될 수 있다. 그러한 처리는 배합물 상용성을 개선시키거나 피부 상의 안료의 촉감 또는 터치를 개선시킬 수 있다. 예를 들어, 미국 공개 출원 번호 2008/0213322에는 효과 안료를 세틸디메틸콘으로 코팅시켜서 안료의 소수성을 증가시키는 것이 기재되어 있다. 소수성 처리의 다른 예에는, 안료를, 가능한 코팅제의 단지 몇몇을 열거한, 시클로테트라디메틸실록산, 시클로펜타디메틸실록산, 시클로헥사디메틸실록산, 디메틸실록산/메틸옥틸실록산의 시클로 공중합체, 헥실펃타메틸트리실록산, 라우로일 리신 및 옥틸헵타메틸트리실록산으로 처리하는 것이 포함될 것이다.
- [0100] 본 발명의 흑색 효과 안료의 응용예
- [0101] 본 발명에 따른 효과 안료는 모든 통상적인 목적으로, 예를 들어 다량의 중합체, 코팅 (자동차 분야에 대한 효과 마감재(effect finishes)를 포함하는 효과 마감재를 포함함) 및 인쇄 잉크 (오프셋 인쇄, 요판 인쇄, 그라비아, 브론징 및 플렉소 인쇄를 포함함)를 착색시키기 위해, 그리고 또한 화장품, 잉크젯 인쇄에서의 응용예를 위해, 식물 염색을 위해, 및 종이 및 플라스틱의 레이저 마킹을 위해 사용될 수 있다. 그러한 응용예는 예를 들어 참고 문헌 ["Industrielle Organische Pigmente" (W. Herbst and K. Hunger, VCH Verlagsgesellschaft mbH, Weinheim/New York, 2nd, completely revised edition, 1995)]에 공지되어 있다.
- [0102] 본 발명의 흑색 효과 안료를 포함하는, 페인트, 코팅, 인쇄 잉크, 플라스틱, 화장품 배합물, 레이저 마킹, 안료 조성물 또는 건조 제제, 특히 화장품 배합물이, 본 발명의 중요한 실시양태이다.

- [0103] 하나의 실시양태에서, 조성물은 화장품 조성물 부분이다. 화장품 조성물의 형태는, 화장품에 대해 일반적으로 사용된 임의의 형태, 예컨대 크림, 에멀전, 폼, 젤, 로션, 밀크, 무스, 연고, 페이스트, 파우더, 스프레이 또는 현탁액일 수 있다. 상기 화장품 조성물은 피부, 머리카락, 눈 또는 입술에 사용된 임의의 색조 화장품, 예컨대 컨실링 스틱, 파운데이션, 단계별 메이크업, 마스크라 (케익 또는 크림), 아이섀도우 (리퀴드, 포마드, 파우더, 스틱, 압축형 또는 크림), 모발 염색제, 립스틱, 립 글로스, 콜(kohl) 펜슬, 아이라이너, 블러셔, 아이브로우 펜슬, 및 크림 파우더일 수 있다. 화장품 조성물의 다른 예에는, 네일 에나멜, 피부 글로서(glosser) 스틱, 헤어 스프레이, 페이스 파우더, 레그-메이크업, 곤충 퇴치용 로션, 네일 에나멜 리무버, 피프 로션, 및 모든 타입 (젤 또는 리퀴드)의 샴푸가 포함된다. 또한, 청구된 조성물은 면도용 크림 (에어로졸 농축물, 무브러쉬, 거품형성), 헤어 그룹(hair groom), 코롱 스틱, 코롱, 코롱 연화제, 거품 목욕제, 바디 로션 (수분공급, 세정, 진통, 수렴성), 면도후 로션, 목욕후 밀크 및 선스크린 로션에 사용될 수 있다. 화장품 응용예에 대한 리뷰는 문헌 [Cosmetics: Science and Technology, 2nd Ed., Eds: M. S. Balsam and Edward Sagarin, Wiley-Interscience (1972) and deNavarre, The Chemistry and Science of Cosmetics, 2nd Ed., Vol 1 and 2 (1962), Van Nostrand Co. Inc., Vol 3 and 4 (1975), Continental Press]에서 확인할 수 있으며, 상기 둘 다의 문헌은 본원에 참고로 포함된다.
- [0104] 화장품 조성물은 임의로 하나 이상의 화장품적으로 허용되는 보조제를 포함한다. 화장품적으로 허용되는 보조제에는, 담체, 부형제, 유화제, 계면활성제, 보존제, 향료, 피프 오일, 증점제, 중합제, 젤 형성제, 염료, 흡수 안료, 사진 보호제, 농도 조절제, 항산화제, 소포제, 대전방지제, 수지, 용매, 용해 촉진제, 중화제, 안정화제, 멸균제, 추진제, 건조제, 불투명화제, 화장품 활성 성분, 헤어 중합제, 헤어 및 피부 조절제, 그래프트 중합제, 수용성 또는 수분산성 실리콘-함유 중합제, 표백제, 케어제, 착색제, 틴트제, 태닝제, 보습제, 재지방화제, 콜라겐, 단백질 가수분해물, 지질, 완화제 및 연화제, 틴트제, 태닝제, 표백제, 케라틴-경화 물질, 향균성 활성 성분, 광필터 활성 성분, 반발성 활성 성분, 발적성 물질, 각질용해 및 각질진정 물질, 비듬방지 활성 성분, 염증치료제, 각지화(keratinizing) 물질, 항산화제로 및/또는 자유 라디칼 스캐빈저로 작용하는 활성 성분, 피부 수분공급 또는 보습제 성분, 재지방화 활성 성분, 탈취 활성 성분, 세보스타틱(sebostatic) 활성 성분, 식물 추출물, 항발적 또는 항알레르기 활성 성분 및 그 혼합물이 포함되지만, 상기 열거된 것들로 제한되지 않는다. 화장품 배합물은 당업계에 공지되어 있다. 이에 대해서는 예를 들어, 미국 공개 번호 2008 0196847 및 2010 0322981을 참고하기 바란다.
- [0105] 본 발명의 흑색 효과 안료는 페인트, 코팅, 인쇄 잉크, 고분자량 유기 물질, 화장품 배합물, 레이저 마킹, 안료 조성물 또는 건조 제제에, 임의의 착색에 효과적인 양으로 첨가될 수 있다.
- [0106] 상기 흑색 효과 안료는, 재료의 총 중량을 기준으로 0.0001 내지 약 90 중량%, 예를 들어 약 0.001 내지 약 80 중량%, 특히 0.01 내지 약 50 중량% 범위의 농도로, 페인트, 코팅, 인쇄 잉크, 고분자량 유기 물질, 화장품 배합물, 레이저 마킹, 안료 조성물 또는 건조 제제로서 재료에 첨가될 수 있다.
- [0107] 화장품 배합물에 대해서, 본 발명의 흑색 효과 안료는 화장품 배합물의 총 중량을 기준으로 약 0.0001 내지 90 중량%로 첨가될 수 있다. 상기 화장품 배합물은 아마도 약 10 내지 약 90 중량% 범위의 화장품적으로 적합한 담체 물질을 추가로 함유할 것이다. 상기 화장품적으로 적합한 담체 물질은 바람직하게는 물과는 다르다.
- [0108] **실시예**
- [0109] 조성물 및 사용 방법을, 하기 실험예를 참고로 상세하게 추가로 설명한다. 이러한 실시예는 단지 예시를 목적으로 제공된 것이고, 다른 것을 특정하지 않는다면 제한되는 것으로 의도되지 않는다. 따라서, 조성물 및 사용 방법은 어떠한 방식으로든 하기 실시예로 제한되는 것으로 해석되지 않아야 하며, 오히려 본원에 제공된 교시내용의 결과로 자명해지게 되는 임의의 그리고 모든 변형예를 포함하는 것으로 해석되어야 한다.
- [0110] 실시예 1
- [0111] 100 g의 천연 운모를 3L 플라스크 내 1000 ml의 증류수 중에서 슬러리화시켰다. 균일해지도록 슬러리를 교반시키고 82℃로 가열하였다. HCl을 사용하여 pH를 1.4로 조정하였다. SnCl₄를 조절된 속도에서 첨가하고 NaOH를 사용하여 pH를 1.4에서 유지하였다. 첨가 후에, 교반을 30 내지 60분 동안 계속하였다. 슬러리를 냉각시키고, 여과시키고, 세척하고 하소시킨 다음, 1000 ml의 증류수 중에서 재슬러리화시킬 수 있었다. 슬러리를 다시 교반시키고 85℃로 가열하고, pH를 8.2로 조정하고, NaNO₃을 첨가하였다. N₂를 슬러리를 통해 버블링시켜 산소를 퍼지시켰다. FeSO₄ (산화된) 용액을 조절된 속도에서 펌프 주입하였다. NaOH를 사용하여 pH를 8.2에서 조절

하였다. 샘플을 제거하고, 진공 여과시키고, 세척하고, 건조시키고, 평가하였다.

[0112] 실시예 2

[0113] 100 g의 합성 운모를 3L 플라스크 내 1000 ml의 증류수 중에서 슬러리화시켰다. 균일해지도록 슬러리를 교반하였다. HCl을 사용하여 pH를 1.6으로 조정하였다. SnCl_4 를 조절된 속도에서 첨가하고 NaOH를 사용하여 pH를 1.6에서 유지하였다. 첨가 후에, 교반을 30 내지 60분 동안 계속하였다. 슬러리를 85℃로 가열하고, pH를 8.2로 조정하고, N_2 를 슬러리를 통해 버블링시키고, NaNO_3 을 첨가하였다. FeSO_4 (산성화된) 용액을 조절된 속도에서 펌프 주입하였다. NaOH를 사용하여 pH를 8.2에서 조절하였다. 샘플을 제거하고, 진공 여과시키고, 세척하고, 건조시키고, 평가하였다.

[0114] 실시예 3

[0115] 100 g의 합성 운모를 3L 플라스크 내 1000 ml의 증류수 중에서 슬러리화시켰다. 균일해지도록 슬러리를 교반시키고 85℃로 가열하였다. HCl을 사용하여 pH를 1.6으로 조정하였다. SnCl_4 를 조절된 속도에서 첨가하고 NaOH를 사용하여 pH를 1.6에서 유지하였다. 첨가 후에, 교반을 30 내지 60분 동안 계속하였다. 슬러리를 냉각시키고, 여과시키고, 세척하고 하소시켰다. 파우더를 재슬러리화시키고, 교반시키고, 85℃로 가열하고, pH를 8.2로 조정하고, N_2 를 버블링시키고, NaNO_3 을 첨가하였다. FeSO_4 (산성화된) 용액을 조절된 속도에서 펌프 주입하였다. NaOH를 사용하여 pH를 8.2에서 조절하였다. 샘플을 제거하고, 진공 여과시키고, 세척하고, 건조시키고, 평가하였다. 표면에 Fe_3O_4 를 캡슐화하기 위해서, 금속 산화물 층을 Fe_3O_4 상에 침착시킬 수 있었다. 20% 나트륨 메타 실리케이트를 pH 8.0, 72℃의 온도 및 HCl로 평형맞춰진 pH에서 첨가할 수 있었거나, TiOCl_2 를 pH 1.4 내지 2.2에서 또는 NaOH를 사용하여 평형 맞춰진 pH에서 첨가하여 TiO_2 를 형성시킬 수 있었다.

[0116] 실시예 4

[0117] 100 g의 천연 운모를 3L 플라스크 내 1000 ml의 증류수 중에서 슬러리화시켰다. 균일해지도록 슬러리를 교반시키고 82℃로 가열하였다. HCl을 사용하여 pH를 1.4로 조정하였다. SnCl_4 를 속도를 조절하면서 첨가하고 NaOH를 사용하여 pH를 1.4에서 유지하였다. 첨가 후에, 교반을 30 내지 60분 동안 계속하였다. 슬러리를 85℃로 가열하고, pH를 8.2로 조정하고, NaNO_3 을 첨가한 다음, Fe_3SO_4 (산성화된) 용액을 그 내부로 펌프 주입하였다. NaOH를 사용하여 pH를 8.2에서 조절하였다. 샘플을 제거하고, 진공 여과시키고, 세척하고, 건조시키고, 평가하였다. 표면에 Fe_3O_4 를 캡슐화하기 위해서, 금속 산화물 층을 Fe_3O_4 상에 침착시킬 수 있었다. 20% 나트륨 메타 실리케이트를 pH 8.0, 72℃의 온도 및 HCl로 평형맞춰진 pH에서 첨가할 수 있었거나, TiOCl_2 를 pH 1.4 내지 2.2, 및 NaOH를 사용하여 평형 맞춰진 pH에서 첨가할 수 있었다.

[0118] 실시예 5 (비교 실시예)

[0119] 100 g의 천연 운모를 3L 플라스크 내 1000 ml의 증류수 중에서 슬러리화시켰다. 슬러리를 85℃로 가열하고, pH를 8.2로 조정하고, NaNO_3 을 첨가한 다음, Fe_3SO_4 (산성화된) 용액을 그 내부로 펌프 주입하였다. NaOH를 사용하여 pH를 8.2에서 조절하였다. 샘플을 제거하고, 진공 여과시키고, 세척하고, 건조시키고, 평가하였다.

[0120] 실시예 6

[0121] 100 g의 펄라이트를 3L 플라스크 내 1000 ml의 증류수 중에서 슬러리화시켰다. 균일해지도록 슬러리를 교반시키고 82℃로 가열하였다. HCl을 사용하여 pH를 1.4로 조정하였다. SnCl_4 를 조절된 속도에서 첨가하고 NaOH를 사용하여 pH를 1.4에서 유지하였다. 첨가 후에, 교반을 30 내지 60분 동안 계속하였다. 슬러리를 냉각시키고, 여과하고, 세척하고 하소시킨 다음, 1000 ml 증류수 중에서 재슬러리화시킬 수 있었다. 상기 슬러리를 다시 교반시키고, 85℃로 가열하고, pH를 8.2로 조정하고, NaNO_3 을 첨가하였다. N_2 를 슬러리를 통해 버블링시켜 산소를 퍼지시켰다. FeSO_4 (산성화된) 용액을 조절된 속도에서 그 내부로 펌프 주입하였다. NaOH를 사용하여 pH를 8.2에서 조절하였다. 샘플을 제거하고, 진공 여과시키고, 세척하고, 건조시키고, 평가하였다.

[0122] <표 I> X-라이트(Rite) MA68II 상에서 수행한 색채 측정

	흑색			백색			입자 크기			%FeSO ₄ 중량%	SnO ₂ 중량%
	L	C	H	L	C	h	D ₁₀	D ₅₀	D ₉₀		
실시예 1	36.09	1.62	275.69	44.81	0.91	288.64	9.893	20.683	38.88		
2	36.4	4.63	267.52	36.46	4.23	269.59	21.16	44.193	85.295		
3 ¹	40.54	2.16	272.66	43.09	1.96	270.88	32.796	66.129	120.522		
4 ²	48.42	1.44	290.33	54.84	1.13	292.47	22.725	48.553	92.353	37.46	1.78
4a ³	38.85	4.65	277.06	46.36	3.18	275.61	36.085	73.153	133.432		
5	31.42	2.18	274.75	37.06	0.95	330.17	8.804	19.429	37.486		

- [0123]
- [0124] 1. 실시예 3은 기재/SnO₂/Fe₃O₄/SiO₂이다.
- [0125] 2. 실시예 4는 기재/SnO₂/Fe₃O₄/SiO₂이다.
- [0126] 3. 실시예 4a는 기재/SnO₂/Fe₃O₄/TiO₂이다.
- [0127] 적용 실시예
- [0128] 압축시킨 아이섀도우 파우더 및 네일 에나멜 드로우다운(drawdown)
- [0129] 압축시킨 아이섀도우 파우더의 조성

성분	중량 비율(%)
압축시킨 파우더 베이스	59 %
액체 결합제	6.00
흑색 안료 조성물 ¹ a 내지 d	35.00

[0130]

[0131] 네일 에나멜 드로우다운의 조성

상	성분	%w/w
A	네일 에나멜 베이스	94.00
	UV 흡수제	충분량(q.s.)
B	안료	6.0
과정		
프로펠러 혼합기가 장착된 적절한 크기의 용기에 상 A를 첨가하였다. 배치(batch)가 균일해질 때까지 혼합하면서 상 B를 상 A에 첨가하였다.		

- [0132]
- [0133] 흑색 안료 조성물의 샘플
- [0134] a) 실시예 1 및 2로부터의 본 발명의 흑색 안료 (운모/SnO₂/약 38 중량% Fe₃O₄)-(JAS-0287-1). 합성 운모 (D₁₀은 20.77 마이크론이고, D₅₀은 44.84 마이크론이고, D₉₀은 81.45 마이크론이다).
- [0135] b) 상업적인 흑운모 (운모/TiO₂/47 내지 53% Fe₃O₄). (CLE-100052A).
- [0136] c) 기재로 펄라이트를 사용하는 것을 제외한 본 발명의 흑색 안료 (펄라이트/SnO₂/약 55 중량% Fe₃O₄)-(JAS-0286-1). 펄라이트에 대한 입자 크기 분포는 D₁₀ 8.50이고, D₅₀ 24.32이고, D₉₀은 52.68이다.
- [0137] d) 합성 운모 유사물 (CLM-100050A)은 62 중량%의 합성 운모와 38 중량%의 Fe₃O₄의 혼합물이다. 상기 합성 운모의 입자 크기 분포는 a)와 같았다.
- [0138] e) 합성 운모/48% Fe₃O₄/SiO₂로부터의 본 발명의 흑색 안료.

[0139] f) 천연 운모/48% Fe₃O₄/SiO₂로부터의 본 발명의 흑색 안료.

[0140] 결과

[0141] 압축시킨 아이새도우 파우더 및 네일 에나멜 드로우다운

[0142] 본 발명의 흑색 안료 a) (JAS-0287-1), a), c), e) 및 f)는, 압축시킨 파우더 또는 네일 드로우다운 중 어느 하나 내로 혼입시킨 경우에, b) 및 d)와 비교하여 더욱 어둡고/더욱 강한 색채를 나타냈다. 이것은, 상업적인 흑운모가 더욱 많은 중량%의 Fe₃O₄를 함유하고 있기 때문에 b)에 대하여 매우 놀라운 것이었다.

[0143] d)를 본 발명의 흑색 안료 a)와 나란히 살펴보면, 본 발명의 흑색 안료 a)는 또한 더욱 어두웠다. 또한, 본 발명의 흑색 안료는 유사물 d)와 비교한 경우에 양호한 분산성을 나타냈다.

[0144] 본 발명의 흑색 안료를 함유하는 추가의 배합물

[0145] 바다 스플래쉬(body splash)

상	성분	% w/w
A	탈이온수	28.70
	이나트륨 EDTA	0.02
	아크릴레이트/C ₁₀₋₃₀ 알킬 아크릴레이트 크로스폴리머 (카르보폴(CARBOPOL ETD 2020)) ¹ (2% 수성 분산액)	10.00
	2-아미노 2-메틸 프로판올 (amp-95) ²	0.10
	글리세린 (및) 글리세릴 폴리아크릴레이트 (히스파겔(HISPAGEL) 오일, 저 점도) ³	2.00
B	향료	충분량
	폴리소르베이트 20 (및) PEG 40 피마자 오일	1.00
	글리세레이트-26 (프로타켄(Protachem) GL-26) ⁴	1.00
C	메틸프로판디올 (MP 디올 글리콜) ⁵	2.00
	알콜 (SD 39C)	55.00
	펄(Pearl) G 130L의 리플렉스(Reflecks) TM 편포인트 (칼슘 나트륨보로실리 케이트 (및) TiO ₂)	0.12
	치온(Chione) TM 스노우폴 화이트 S130D (합성 플루오르폴로고파이트 (및) TiO ₂) ⁶	0.01
	실시예 1, 3, 4 및/또는 6으로부터의 본 발명의 흑색 안료 (운모/SnO ₂ /Fe ₃ O ₄ , 운모/SnO ₂ /Fe ₃ O ₄ /SiO ₂ , 운모/SnO ₂ /Fe ₃ O ₄ /TiO ₂ , 펄라이트/SnO ₂ /Fe ₃ O ₄ /SiO ₂)	0.05
	과정 I. 적절하게 교반하면서 실온에서 상 A로부터의 성분을 나열된 순서로 물에 첨가하고, 균일해질때까지 혼합하였다. 통기되지 않게 하였다. II. 실온에서 상 B 내지 C를 별도로 사전혼합하였다. 상 B 내지 C를 합하고, 적절하게 교반하면서 상 A에 첨가하였다. 균일해질 때까지 혼합하였다. 통기되지 않게 하였다.	
	공급업체 및 상표 소유권자 1. 디 루브리졸 코퍼레이션(The Lubrizol Corporation) 2. 다우 케미컬 캄파니(Dow Chemical Company) 3. 히스파노 퀴미카 에스.에이.(Hispano Quimica S.A.)/센터켄, 인크.(Centerchem, Inc.) 4. 프로타민 케미컬스 인크.(Protameen Chemicals, Inc.) 5. 리온델 케미컬 캄파니(Lyondell Chemical Company) 6. 바스프	

[0146]

[0147] 컨실러 스틱

상	성분	% w/w
A	밀랍 (화이트 비스왁스) ¹	9.00
	수소화 올리브 오일/올레아 유로파에아 (올리브) 비누화불가능 프룻 오일 (올리왁스(OLIWAX)) ²	12.00
	코페르니시아 세리페라 왁스(Copernicia Cerifera Wax)(카르나우바(CARNAUBA) T-3) ¹	3.00
	크람베 아비시니카(Crambe Abyssinica) 종자 오일 및 셰어 버터 추출물 (판코르 아비셰어(FANCOR ABYSEA)) ³	15.00
	메도우폼 에스토리드(Meadowfoam Estolide)(판코르 메도우에스토리드) ³	3.00
	프러누스 아미그달루스 둘시스(Prunus Amygdalus Dulcis) 종자 오일(스위트 아몬드 오일) ⁴	12.00
	리시누스 커뮤니스(Ricinus Communis)/종자 오일 (피마자 오일) ⁵	6.00
	루비톨(Luvitol) [®] 라이트 (수소화 폴리이소부텐) ⁶	10.00
B	크람베 아비시니카 종자 오일 (판코르 아비시니안 오일(FANCOR ABYSSYNIAN OIL)) ³	10.00
	크로마-라이트(Chroma-Lite) [®] 마우베(Mauve) CL4511 (운모/옥시염화비스무트/산화철) ⁶	7.00
	실시예 1, 3, 4 및/또는 6으로부터의 본 발명의 흑색 안료 (운모/SnO ₂ /Fe ₃ O ₄ , 운모/SnO ₂ /Fe ₃ O ₄ /SiO ₂ , 운모/SnO ₂ /Fe ₃ O ₄ /TiO ₂ , 펄라이트/SnO ₂ /Fe ₃ O ₄ /SiO ₂)	3.00
	치온 [™] 스노우펄 화이트 S130D (합성 플루오르폴로고파이트/ TiO ₂) ⁶	5.00
	데저트 리플렉션스(Desert Reflections) [®] 캐년 선셋 332D (운모/TiO ₂ /산화철) ⁶	5.00
	항산화제 보존제	충분량 충분량
	과정 I. 상 B를 사전분산시켰다. II. 모든 상 A 성분을 용기 중에 칭량하고, 85±3℃로 가열하고, 용융되고 균일해질 때까지 교반하였다. III. 사전혼합된 상 B를 상 A에 첨가하고, 완전하게 교반하면서 온도를 82±3℃에서 30분 동안 유지시켰다 (진공이 사용되지 않는 경우, 이에 의해 탈기될 수 있을 것이다). IV. 온도를 75±3℃으로 감소시켰다. V. 금형으로 부었다.	
	공급업체 및 상표 소유권자 1. 코스터 큐넨, 엘엘씨(Koster Keunen, LLC) 2. B & T 캄파니 3. 판코르 리미티드(Pancor Ltd.) 4. 진 인터내셔널 코퍼레이션(Jeen International Corporation) 5. 알조 인터내셔널 인크.(Alzo International Inc.) 6. 바스프	

[0148]

[0149] 크림 파운데이션

상	성분	% w/w
A	탈이온수 (100%에 대한 충분량)	47.94
	메틸프로판디올 (엠펙디올 글리콜) ¹	5.00
	마그네슘 알루미늄 실리케이트 (비검(VEEGUM)) ²	0.60
	크산탄 겜 (켈트롤(KELTROL) CG-T) ³	0.40
B	세테아릴 올리베이트/소르비탄 올리베이트 (올리벴(OLIVEM) 1000) ⁴	4.00
	수소화 올리브 오일/올레아 유로파에아 (올리브) 프룻 오일/올레아 유로파에아 (올리브) 비누화불가능 오일 (올리왁스) ⁴	2.00
	카프릴산/카프로산 트리글리세리드/디-PPG-3 메리스텔 에테르 아디페이트/소르비탄 이소스테아레이트	7.00
	메도우폼 에스톨리드/메도우폼 델타-락톤 (메도우덤(MEADOWDERM) 100) ⁶	2.00
	이소데실 네오펜타노에이트 (세라필(CERAPHYL) SLK) ⁷	5.00
	항산화제	충분량
	보존제	충분량
C	카울린(후버(HUBER) 90) ⁸	0.50
	폴리메틸 메타크릴레이트(PMMA H) ⁹	4.00
	이산화티타늄	3.14
	멀미카(mearlmica) [®] SVA(운모/라우로일 리신) ¹⁰	3.00
	실시에 1, 3, 4 및/또는 6으로부터의 본 발명의 흑색 안료 (운모/SnO ₂ /Fe ₃ O ₄ , 운모/SnO ₂ /Fe ₃ O ₄ /SiO ₂ , 운모/SnO ₂ /Fe ₃ O ₄ /TiO ₂ , 펄라이트/SnO ₂ /Fe ₃ O ₄ /SiO ₂)	0.12
D	탈이온수	10.00
	멀티리플렉션스 [™] 선플라워 스파클 380P (운모/TiO ₂ /SiO ₂) ¹⁰	3.00
	클로이손(cloisone) [®] 새틴 루즈 450M (운모/TiO ₂ /산화철) ¹⁰	2.30
	과정 I. 탈이온수 및 엠펙디올 글리콜을 주 용기에 첨가하고 균질화를 시작하였다. II. 비검 중에 살포시키고 균일해질때까지 균질화시켰다. III. 켈트롤 CG-T 중에 살포시키고 균일해질때까지 균질화시켰다. IV. 별도의 용기에서, 상 B를 60 내지 70℃로 가열하고 균일해질때까지 혼합하였다. V. 균질화시키면서, 70℃에서 상 B를 상 A에 첨가하였다. VI. 적절한 블렌딩 장치에서 상 C를 분쇄하였다. VII. 균질화시키면서, 균일한 색깔이 얻어질 때까지 상 C를 상 AB에 살포시켰다. 그런 다음, 휘저어 혼합하였다. VIII. 상 D를 사전혼합하고 상 ABC에 첨가하고, 배치(batch) 냉각을 시작하였다. IX. 배치를 40℃로 냉각시켰다.	

[0150]

공급업체 및 상표 소유권자 1. 리온텔 케미컬 캄파니 2. RT 반더빌트 인크.(RT Vanderbilt, Inc.) 3. CP 켈코(Kelco) 4. B & T 캄파니 5. 크로다(CRODA) 6. 판코르 리미티드 7. ISP 8. J.M. 후버 코퍼레이션(J.M. Huber Corporation) 9. 브렌텍 스페셜티즈, 인크.(Brenntag Specialties, Inc.) 10. 바스프	
--	--

[0151]

[0152] 데오도란트 스틱

상	성분	% w/w
A	탈이온수 (100%에 대한 충분량)	18.60
	프로필렌 글리콜	59.20
	PEG-200 수소화 피마자 오일/IPDI 공중합체 (폴리덤(POLYDERM) PPI-CO-200) ¹	12.00
	나트륨 스테아레이트 (지캠(JEECHEM) 나트륨 스테아레이트) ²	8.00
	이소스테아레이트-2 (헥톡솔(HETOXOL) IS-2) ³	2.00
	UV 흡수제	충분량
B	실시에 1, 3, 4 및/또는 6으로부터의 본 발명의 흑색 안료 (운모/SnO ₂ /Fe ₃ O ₄ , 운모/SnO ₂ /Fe ₃ O ₄ /SiO ₂ , 운모/SnO ₂ /Fe ₃ O ₄ /TiO ₂ , 펄라이트/SnO ₂ /Fe ₃ O ₄ /SiO ₂)	0.10
	셀리니(Cellini) [®] 그린 820CGBYF (운모/TiO ₂ + 블루 1 레이크 + 옐로우 5 레이크 + 수소화 폴리이소부텐 + 팔미트산) ⁴	0.10
C	함료	충분량
	과정 I. 프로필렌 글리콜 및 물을 혼합하고 80 내지 85℃로 가열하였다. II. 폴리덤을, 전부가 용융되고 용해될 때까지 조금씩 증가시켜서 첨가하였다. III. 나트륨 스테아레이트를 첨가하고 용액이 투명해질때까지 온도를 85℃에서 유지하였다. IV. 이소스테아레이트-2 알콜을 첨가하고 잘 혼합하였다. V. 상 B를 사전 분산시키고 상 A에 첨가하였다. VI. 상 C를 상 A 내지 B에 첨가하고, 균일해질 때까지 혼합하였다. VII. 적절한 용기로 채웠다.	
	공급업체 및 상표 소유권자 1. 알조 인터내셔널 인크. 2. 진 인터내셔널 코퍼레이션 3. 글로벌 세븐 인크.(Global Seven Inc.) 4. 바스프	

[0153]

[0154] 아이라이너

상	성분	% w/w
A	탈이온수 (100%에 대한 충분량)	45.00
	루비셋(Luviset) [®] 클리어 (VP/메타크릴아미드/비닐 이미다졸 공중합체) ¹	20.00
	D-판테놀 75W (판테놀) ¹	1.00
	글리세린 (및) 글리세릴 아크릴레이트/아크릴산 공중합체 (및) 프로필렌 글리콜 (및) PVM/MA 공중합체(루브라젤 오일(LUBRAJEL OIL)) ²	10.00
	항산화제 보존제	충분량 충분량
B	크산탄 겔 (겔트론 CG-T) ³	1.50
C	탈이온수	11.25
	진주빛 및 무지개빛 안료 실시에 1, 3, 4 및/또는 6으로부터의 본 발명의 흑색 안료 (운모/SnO ₂ /Fe ₃ O ₄ , 운모/SnO ₂ /Fe ₃ O ₄ /SiO ₂ , 운모/SnO ₂ /Fe ₃ O ₄ /TiO ₂ , 펄라이트/SnO ₂ /Fe ₃ O ₄ /SiO ₂) 리플렉스(Reflects) [™] 디멘션스 쉬머링 레드(Dimensions Shimmering Red) G430Z (칼슘 나트륨 보로실리케이트 (및) 이산화티타늄) ¹	1.25 10.00
	과정 I. 적합한 용기 중에서, 상 A 성분 전부를 첨가하였다. II. 신속하게 교반하면서 상 B를 상 A 중에 살포시켰다. III. 상 C를 사전혼합하고 상 AB에 첨가하였다. * 주해: 냉각 과정.	
	공급업체 및 상표 소유권자 1. 바스프 2. ISP 3. CP 켈코	

[0155]

[0156] 헤어 글로스

상	성분	% w/w
A	PEG-7 글리세릴 코코에이트 (테고소프트(TEGOSOFT) GC) ²	8.00
	크레모포르(Cremophor) [®] A 25 (세테아레트-25) ¹	22.00
	크레모포르 [®] WO 7 (PEG-7 수소화 피마자 오일) ¹	1.00
	프로필렌 글리콜	3.00
	PEG-8 메티콘 (마실(MASIL) SF 19 CG) ³	1.00
	진주빛 및 무지개빛 안료 실시에 1, 3, 4 및/또는 6으로부터의 본 발명의 흑색 안료 (운모/SnO ₂ /Fe ₃ O ₄ , 운모/SnO ₂ /Fe ₃ O ₄ /SiO ₂ , 운모/SnO ₂ /Fe ₃ O ₄ /TiO ₂ , 펄라이트/SnO ₂ /Fe ₃ O ₄ /SiO ₂)	0.05
B	탈이온수 (100%에 대한 충분량)	64.85
C	향료 (버베나(VERBENA) 민트 YY06-01079) ⁴ 보존제	0.10 충분량
	과정 I. 80℃에서 이상에 기재된 순서로 상 A 성분을 첨가하고 균일해질때까지 혼합하였다. 다음 첨가 전에 각각이 용해되었음을 확인하였다. II. 상 B를 80℃로 가열하고 상 A와 합하였다. III. 기포가 위로 빠져나오게 하고 포움을 용해시키면서 50℃로 냉각시켰다. 향료 및 보존제를 첨가하였다. IV. 액체 상태로 용기에 붓고 실온에 놓아두었다.	
	공급업체 및 상표 소유권자 1. 바스프 2. 에보닉 골드슈미트 게엠베하(Evonik Goldschmidt GmbH) 3. 더 루브리콜 코퍼레이션 4. 언저러 & 캄파니(Ungerer & Company)	

[0157]

[0158] 차가운 느낌(icy)의 겔 치약

상	성분	% w/w
A	탈이온수 (100%에 대한 충분량)	6.25
	소르비톨(리포닉(LIPONIC) 70-NC) ¹	54.30
	글리세린	10.00
	셀룰로스 겔	0.50
	PEG-32 (카르보왁스 PEG 1450) ²	3.00
B	탈이온수 나트륨 벤조에이트 나트륨 사카린	5.00 0.30 0.20
C	수화 실리카 (제오덴트(ZEODENT) 165) ³ 수화 실리카 (제오덴트 113) ³	5.00 15.00
D	풍미제 (스위트 민트 # 26037G) ⁴ 블루 1 (0.5% 수용액) 진주빛 및 무지개빛 안료 실시에 1, 3, 4 및/또는 6으로부터의 본 발명의 흑색 안료 (운모/SnO ₂ /Fe ₃ O ₄ , 운모/SnO ₂ /Fe ₃ O ₄ /SiO ₂ , 운모/SnO ₂ /Fe ₃ O ₄ /TiO ₂ , 펄라이트/SnO ₂ /Fe ₃ O ₄ /SiO ₂)	0.15 0.10 0.20
	과정 I. 물, 소르비톨 및 글리세린을 사전혼합하고, 완전히 분산될때까지 혼합하면서 셀룰로스 겔을 분산시켰다. II. PEG-32를 첨가하고 50℃로 가열하였다. III. 완전히 균일해질 때까지 혼합하면서 40℃에서, 사전혼합한 상 B를 상 A에 첨가하였다. IV. 교반하면서 상 C를 상 A 내지 B에 첨가하였다. V. 완전히 균일해질 때까지 혼합하면서 상 D 성분을 상 A-B-C에 하나씩 첨가하였다. VI. 적절한 용기에 채웠다.	
	공급업체 및 상표 소유권자 1. 리포 케미컬스, 인크.(Lipo Chemicals, Inc.) 2. 다우 케미컬 캄파니 3. J.M. 후버 코퍼레이션 4. 쇼 머지 & 캄파니(Shaw Mudge & Company) 5. 바스프	

[0159]

[0160] 립 밤

상	성분	% w/w
A	펜타에리트리톨 테트라이스스테아레이트 (크로다몰(CRODAMOL) PTIS (100%에 대한 충분량)	20.05
	리시너스 커뮤니스 (피마자) 종자 오일	11.60
	디-PPG-3 미리스틸 에테르 아디페이트 (크로몰리엔트(CROMOLLIENT) DP3A) ¹	11.50
	크람베 아비시니카 종자 오일 (판코르 아비시니안 오일) ²	10.50
	C10-30 콜레스테롤/라노스테롤 에스테르 (수퍼 스테롤 에스테르(SUPER STEROL ESTER)) ¹	6.25
	메도우폼 에스테리드 (메도우 에스테리드) ²	6.00
	메도우폼 에스테리드 (및) 메도우폼 델타-락톤 (및) 크람베 아비시니카 종자 오일 (및) 카르타무스 틴크토리우스(Carthamus Tinctorius)(잇꽃) 종자 오일 (및) 비누화불가능 올리브 오일 (및) 베타-시토스테롤 (노화방지 피부 복합체) ²	5.00
	유포르비아 세리페라(Euphorbia Cerifera)(칸델릴라) 왁스 (칸델릴라 왁스 SP 75) ³	8.00
	코페르니시아 세리페라 (카르나우바) 왁스 (카르나우바 왁스 SP 63) ³	2.00
	오조케라이트(Ozokerite) (오조케라이트 왁스 화이트 SP 1026) ³	3.00
	미세결정질 왁스 (멀티왁스 180-W) ³	3.00
	항산화제	충분량
	보존제	충분량
	향료	충분량
B	레드 6*	0.10
	진주빛 및 무지개빛 안료 실시예 1, 3, 4 및/또는 6으로부터의 본 발명의 흑색 안료 (운모/SnO ₂ /Fe ₃ O ₄ , 운모/SnO ₂ /Fe ₃ O ₄ /SiO ₂ , 운모/SnO ₂ /Fe ₃ O ₄ /TiO ₂ , 펄라이트/SnO ₂ /Fe ₃ O ₄ /SiO ₂)	4.00
C	향료	충분량
	과정 I. 용융되고 균일해질때까지 교반하면서 상 A 성분의 전부를 용기 중에 칭량하고 85±3℃로 가열하였다. II. 완만하게 교반하면서 30분 동안 82±3℃에서 온도를 유지하면서 사전 혼합한 상 B를 상 A에 첨가하였다 (진공이 사용될 수 없다면, 이에 의해 탈기될 수 있을 것이다). III. 75±3℃로 냉각시키고 향료를 첨가하고 용기로 부었다. *주해: 산화철 또는 유기 안료가 사용되는 경우, 이들은 먼저 리시너스 커뮤니스(피마자) 종자 오일 중에 분산시켜야 한다; 이 혼합물은 그 후 콜로이드 또는 롤러 밀 중에서 분쇄시켜야 한다.	
	공급업체 및 상표 소유권자 1. 크로다 2. 판코르 리미티드 3. 스트라홀 & 피셔, 인크.(Strahl & Pitsch, Inc.) 4. 바스프	

[0161]

[0162] 립스틱

상	성분	% w/w
A	크람베 아비시니카 종자 오일 (판코르 아비시니안 오일) ¹ (100%에 대한 충분량)	34.86
	유포르비아 세리페라 (칸델릴라) 왁스 (칸델릴라 왁스 SP 75) ²	3.00
	코페르니시아 세리페라 (카르나우바) 왁스 (카르나우바 왁스 SP 63) ²	1.50
	밀랍 (비즈왁스 화이트 SP 422) ²	1.00
	세레신 (세레신 왁스 화이트 SP 252) ²	6.00
	미세결정질 왁스 (멀티왁스 180-W) ³	1.50
	올레일 알콜 (노볼(NOVOL)) ³	3.00
	이소스테릴 팔미테이트 (지캠 ISP) ⁴	4.25
	카프릴산/카프르산 트리글리세리드	8.25
	비스-디글리세릴 폴리아실아디페이트-2 (소프트산(SOFTISAN) 649) ⁵	2.00
	아세틸화 라놀린 알콜 (지란(JEELAN) MOD) ⁴	2.50
	소르비탄 트리스테아레이트 (지캠 STS) ⁴	1.75
	오조케라이트 (오조케라이트 왁스 화이트 SP 1026) ²	6.75
	글리세릴 모노라우레이트 (울트라퓨어(ULTRAPURE) GML) ⁶	1.00
B	향산화제	충분량
	보존제	충분량
	UV 흡수제	충분량
	메도우폼 에스톨리드 (메도우에스톨리드) ²	2.00
	레드 6 레이크*	3.14
	펜타에리트리톨 테트라이소스테아레이트 (크로다몰 PTIS) ³	6.00
	치온 TM 스노우폴 화이트 S130D (합성 플루오르폴로그파이트 (및) 이산화티타늄) ⁷	9.00
	진주빛 및 무지개빛 안료 실시예 1, 3, 4 및/또는 6으로부터의 본 발명의 흑색 안료 (운모/SnO ₂ /Fe ₃ O ₄ , 운모/SnO ₂ /Fe ₃ O ₄ /SiO ₂ , 운모/SnO ₂ /Fe ₃ O ₄ /TiO ₂ , 펄라이트/SnO ₂ /Fe ₃ O ₄ /SiO ₂)	2.00

[0163]

C	에틸헥실 팔미테이트	0.20
	비주(Biju) [®] 울트라 UFC(옥시염화비스무트) ⁷	0.30
D	항료	충분량
	과정 I. 용융되고 균일해질때까지 교반하면서 상 A 성분의 전부를 용기 중에서 칭량하고 85±3℃로 가열하였다. II. 완전하게 교반하면서 30분 동안 82±3℃에서 온도를 유지하면서 사전혼합한 상 B를 상 A에 첨가하였다. III. 비주 [®] 울트라 UFC를 에틸헥실팔미테이트 중에 사전분산시키고 상 AB에 첨가하였다. IV. 75±3℃로 냉각시키고 항료를 첨가하였다. V. 용기 또는 구성요소 내로 부었다. *주해: 산화철 또는 유기 안료가 사용되는 경우, 이들은 먼저 크람베 아비시니카 종자 오일 중에 분산시켜야 한다; 이 혼합물은 그 후 콜로이드 또는 롤러 밀 중에서 분쇄시켜야 한다.	
	공급업체 및 상표 소유권자 1. 판코르 리미티드 2. 스트라홀 & 피셔, 인크. 3. 크로다 4. 진 인터내셔널 코포레이션 5. 사술 6. 울트라 케미컬, 인크. 7. 바스프	

[0164]

[0165] 아이 마스크라

상	성분	% w/w
A	카프릴릴 메티콘 (다우 코닝 트레이 FZ-3196) ¹	4.00
	라우릴 PEG/PPG-18/18 메티콘 (다우 코닝 5200 배합물 보조제) ¹	6.00
	코페르니시아 세리페라 (카르나우바) 왁스 (넘버 1 옐로우 카르나우바 왁스) ²	3.00
	C30-45 알킬디메틸실릴 폴리프로필실세스퀴옥산 (다우 코닝 SW-8005 C30 수지 왁스) ¹	2.00
	카프릴산/카프르산 트리글리세리드 (지캠 CTG) ³	3.00
	유니놀 [®] A 플러스 B*(에틸헥실 메톡시신나메이트) (및)	0.10
	디에틸아미노 히드록시벤조일 헥실 벤조에이트) ⁴ 보존제 O/S	충분량
	비타민 E 아세테이트 케어 (토코페릴 아세테이트) ⁴	0.25
B	이소도데칸 (퍼메틸 99A) ⁵ (100%에 대한 충분량)	25.00
	이소도데칸 (및) 디스테아르디모늄 헥토라이트 (및) 프로필렌 카르보네이트 (벤톤 젤 ISD V) ⁶	6.00
	폴리메틸 메타크릴레이트 (PMMA S) ⁷	5.00

[0166]

C	진주빛 및 무지개빛 안료 실시에 1, 3, 4 및/또는 6으로부터의 본 발명의 흑색 안료 (운모/SnO ₂ /Fe ₃ O ₄ , 운모/SnO ₂ /Fe ₃ O ₄ /SiO ₂ , 운모/SnO ₂ /Fe ₃ O ₄ /TiO ₂ , 펄라이트/SnO ₂ /Fe ₃ O ₄ /SiO ₂)	2.00
	리플렉스 [™] 디멘션스 루미너스 골드 G230M (칼슘 나트륨 보로실리케이트 (및) 이산화티타늄) ⁴	4.00
	탈이온수 프로필렌 글리콜 보존제 W/S	17.65 2.00 충분량
D	루비셋 [®] 웨이프 (폴리아크릴레이트-22) ⁴	20.00
	과정 I. 주 용기에서, 연속하여 혼합하면서 상 A 성분을 60℃로 가열하였다. II. 부 용기에서, 온도를 60℃로 유지하면서 상 B를 상 A 내로 사전혼합하였다. *주해: 흑색 안료 2는 먼저 이소도데칸 중에 분산시켜야 한다; 이 혼합물은 그 후 콜로이드 또는 롤러 밀에서 분쇄시켜야 한다. III. 부 용기에서, 상 C를 사전혼합하고 50℃로 가열하였다. IV. 균질화시키면서, 상 C를 상 AB에 첨가하였다. 휘저어 혼합하고 열을 50℃로 감소시켰다. V. 상 D를 상 ABC에 첨가하였다. VI. 적절한 용기 중에서 포장하였다. * 유니놀 [®] A 플러스 B는 USA 및 캐나다에서 승인된 선크린 활성 성분이 아니다. ** 카본 블랙 안료가 사용되는 경우에, 이것은 먼저 이소도데칸 및 벤톤 젤 ISD V 중에 분산시켜야 한다; 이 혼합물은 그 후 콜로이드 또는 롤러 밀에서 분쇄시켜야 한다.	
	공급업체 및 상표 소유권자 1. 다우 코닝 코포레이션 2. 프랭크 비. 로스 캄파니, 인크.(Frank B. Ross Company, Inc.) 3. 진 인터내셔널 코포레이션 4. 바스프 5. 프리스퍼스 엘엘씨(Presperse LLC) 6. 엘레멘티스 스페셜티스(Elementis Specialties) 7. 브렌텍 스페셜티스, 인크.	

[0167]

[0168] 네일 에나멜

상	성분	% w/w
A	네일 에나멜 베이스 (부틸 아세테이트 (및) 톨루엔 (및) 니트로셀룰로스 (및) 토실아미드/포름알데히드 수지 (및) 이소프로필 알콜 (및) 디부틸 프탈레이트 (및) 에틸 아세테이트 (및) 캄포르 (및) n-부틸 알콜 (및) 실리카 (및) 쿼터늄-18 헥토라이트)	97.90
B	레드 6 (10.50 내지 15.50% 톨루엔 비함유/포름알데히드 비함유 컬러 용액) 진주빛 및 무지개빛 안료 실시에 1, 3, 4 및/또는 6으로부터의 본 발명의 흑색 안료 (운모/SnO ₂ /Fe ₃ O ₄ , 운모/SnO ₂ /Fe ₃ O ₄ /SiO ₂ , 운모/SnO ₂ /Fe ₃ O ₄ /TiO ₂ , 펄라이트/SnO ₂ /Fe ₃ O ₄ /SiO ₂) 젬톤(Gemtone) [®] 탠(tan) 오팔(Opal) G005 (운모 (및) 이산화티타늄 (및) 산화철) ¹	1.10 0.20 0.80
	과정 I. 프로필러 혼합기가 장착된 적절한 크기의 용기에 상 A를 첨가하였다. II. 배치가 균일해질 때까지 혼합하면서 상 B를 상 A에 첨가하였다. III. 용기로 채웠다.	
	공급업체 및 상표 소유권자 1. 바스프	

[0169]

[0170] 압축시킨 파우더 아이섀도우

상	성분	% w/w
A	비-라이트 [®] 20 (운모 (및) 옥시염화비스무트) ¹ (100%에 대한 충분량) 카울린 (후버 90) ² 미세결정질 셀룰로스 (아비셀(AVICEL) PC 105) ³ 진주빛 및 무지개빛 안료 실시에 1, 3, 4 및/또는 6으로부터의 본 발명의 흑색 안료 (운모/SnO ₂ /Fe ₃ O ₄ , 운모/SnO ₂ /Fe ₃ O ₄ /SiO ₂ , 운모/SnO ₂ /Fe ₃ O ₄ /TiO ₂ , 펄라이트/SnO ₂ /Fe ₃ O ₄ /SiO ₂) 젬톤 [®] 탠 오팔 G005 (운모 (및) 이산화티타늄 (및) 산화철) ¹	21.50 15.00 12.50 9.50 28.50
B	크람베 아비시니카 종자 오일 (및) 부티로스퍼름 파키(Butyrospermum Parkii)(쉐어 버터) 추출물 (판콜 아비셰어) ⁴ 시몬드시아 키네티스 (호호바) 종자 오일 코코스 누시페라 (코코넛) 오일 항산화제 보존제	7.50 1.50 1.00 충분량 충분량
C	리플렉스 [™] 디멘션스 스파클링 블루 G630D (칼슘 나트륨 보로실리케이트) (및) 이산화티타늄) ¹	3.00

[0171]

	과정 I. 적절한 건조 블렌딩/분산 장치에서 상 A를 완전히 블렌딩시켰다. II. 균일해질 때까지 상 B를 사전분산시켰다. III. 상 B를 상 A 내로 분무시켰다. 분쇄시키고 블렌더로 다시 넣었다. IV. 상 C를 상 AB에 첨가하였다. 균일해질 때까지 흔들었다. V. 압축시켰다.	
	공급업체 및 상표 소유권자 1. 바스프 2. J.M. 후버 코포레이션 3. FMC 코포레이션 4. 판코르 리미티드	

[0172]

[0173] 샴푸

상	성분	% w/w
A	탈이온수 (100%에 대한 충분량) 아크릴레이트/아미노아크릴레이트/C10-30 알킬 PEG-20 이타코네이트 공중합체 (스트럭처 플러스(STRUCTURE PLUS) ₁)	15.40 7.00
B	탈이온수 컴퍼란(Comperlan) [®] 100 (코카미드 MEA) ²	15.00 0.50
C	텍사폰(Texapon) [®] NSO (나트륨 라우레트 술페이트) ² 코카미도프로필 베타인 (테고 베타인 L 7) ³ 이나트륨 라우레트 술포숙시네이트 (류오폴(REWOPOL) SBFA 30B) ³ 루비쿼트(Luviquat) [®] 센세이션 (폴리쿼터늄-87) ⁴ 보존제 향료 (스프링 플라워 # 0794029) ⁴ 진주빛 및 무지개빛 안료 실시에 1, 3, 4 및/또는 6으로부터의 본 발명의 흑색 안료 (운모/SnO ₂ /Fe ₃ O ₄ , 운모/SnO ₂ /Fe ₃ O ₄ /SiO ₂ , 운모/SnO ₂ /Fe ₃ O ₄ /TiO ₂ , 펄라이트/SnO ₂ /Fe ₃ O ₄ /SiO ₂) 블루 1 (1% 수용액)	35.70 13.50 7.80 1.84 충분량 0.500 0.16 0.25
D	시트르산 (10% 수용액)	2.35
	과정 I. 상 A 및 상 B의 성분을 별도로 칭량하고, 용액이 균질해질 때까지 교반하였다. II. 상 B를 상 A에 첨가하고 균일해질 때까지 교반하였다. III. 상 C를 상 AB에 첨가하고 균일해질 때까지 교반하였다. IV. 일정하게 교반하면서 시트르산을 사용하여 pH를 5.6으로 조정하였다.	
	공급업체 및 상표 소유권자 1. 내셔널 스타크 & 케미컬 캄파니(National Starch & Chemical Company) 2. 바스프 3. 에보닉 인더스트리즈 4. 벨 플레이비스 & 프래그런스, 인크.(Bell Flavors & Fragrances, Inc.)	

[0174]

[0175] 스프레이 하이라이터

상	성분	% w/w
A	SD 알콜 40 B (변성 알콜) ²	55.00
	아미노메틸 프로판올 (AMP-95) ³	0.88
	MEA 보레이트 (및) MIPA 보레이트 (모나코르(MONACOR) BE) ⁴	0.05
	유비놀 [®] MC 80 (에틸헥실 메톡시신나메이트) ¹	0.05
	시클로펜타실록산 (다우 코닝 245 플루이드) ⁵	0.10
	D-판테놀 75W (판테놀) ¹	0.10
	큐컴버 TEA 862157 (향료) ⁶	0.10
	루비머(Luvimer) [®] 100P (아크릴레이트 공중합체) ¹	2.00
	울트라홀드(Ultrahold) [®] 스트롱 (아크릴레이트 공중합체) ¹	3.00
B	치온 [™] 스노우폴 화이트 S130D (합성 플루오르폴로고파이트 (및) 이산화티타늄) ⁷	0.10
	진주빛 및 무지개빛 안료 실시예 1, 3, 4 및/또는 6으로부터의 본 발명의 흑색 안료 (운모/SnO ₂ /Fe ₃ O ₄ , 운모/SnO ₂ /Fe ₃ O ₄ /SiO ₂ , 운모/SnO ₂ /Fe ₃ O ₄ /TiO ₂ , 펄라이트/SnO ₂ /Fe ₃ O ₄ /SiO ₂)	0.90
C	히드로플루오로카본 152A ⁷	37.72
	과정 I. 적절하게 교반하면서 모든 성분을 기재된 순서로 혼합하였다. II. 적절한 용기 내로 채우고 추진제도 채웠다. 에어로졸 밀도: 0.85 g/mL 주위 온도에서 증기압: 55 psig 포장 캔: 엑살(Exal) 알루미늄 에폭시가 라이닝됨. 밸브: 씨퀴스트 퍼펙트 밸브(Seaquist Perfect Valve) XT-96 바디: XT ES BRB 013 ORIF N 스텝: 0.013 버진 나일론 액추에이터: XT-150 ES 0.013 미스티 디퓨브: 0.165 ID"	
	공급업체 및 상표 소유권자 1. 바스프 2. AAPER 알콜 앤드 케미컬 코포레이션 3. 다우 케미컬 캄파니 5. 다우 코닝 코포레이션 6. 드롬 프래그런스즈, 인크.(Drom Fragrances, Inc.) 7. 듀폰 캄파니(Dupont Company)	

[0176]

[0177] 부드러운 태양광 차단제

상	성분	% w/w
A	탈이온수	38.10
	D-판테놀 75W (판테놀) ¹	1.00
	플루라케어(Fluracare) [®] E400 NF (PEG-8) ¹	2.50
	에데타(Edeta) [®] BD (이나트륨 EDTA) ¹	0.10
	루비젤(Luvigel) [®] STAR (폴리우레탄-39) ¹	2.50
B	유비놀 [®] T 150 [*] (옥틸트리아존) ¹	2.00
	티노소르브(Tinosorb) [®] S [*] (베모트리지놀) ¹	3.00
	세티올(Cetiol) [®] 센소프트 (프로필헵틸 카프릴레이트) ²	5.00
	세티올 [®] CC (디카프릴릴 카르보네이트) ²	5.00
C	크레모포르 [®] A 25 (세테아레이트-25) ¹	2.50
	크레모포르 [®] GS 32 (폴리글리세릴-3 디스테아레이트) ¹	2.50
	크레모포르 [®] WO-7 (PEG-7 수소화 피마자 오일) ¹	0.50
	스테아릴 알콜 (라네트(LANETTE 18)) ²	2.50
	디메티콘 (다우 코닝 200 플루이드 50 CST) ³	1.50
	루비톨 [®] 라이트 (수소화 폴리이소부텐) ¹	1.50
	비타민 E 아세테이트 케어 (토코페롤 아세테이트) ¹	0.50
	비사볼롤(Bisabolol) 라세믹 (비사볼롤) ¹	1.00
D	탈이온수	10.00
	티노소르브 [®] M [*] (비속트리졸)	10.00
E	탈이온수 (100%에 대한 총분량)	5.50
	클로이손 [®] 새틴 골드 262MC (운모 (및) 이산화티타늄 (및) 산화철)	1.60
	진주빛 및 무지개빛 안료	0.20
	실시에 1, 3, 4 및/또는 6으로부터의 본 발명의 흑색 안료 (운모/SnO ₂ /Fe ₃ O ₄ , 운모/SnO ₂ /Fe ₃ O ₄ /SiO ₂ , 운모/SnO ₂ /Fe ₃ O ₄ /TiO ₂ , 펄라이트/SnO ₂ /Fe ₃ O ₄ /SiO ₂)	
	클로이손 [®] 새틴 브론즈 250M (운모 (및) 산화철) ¹	0.60
	클로이손 [®] 새틴 커피 350M (운모 (및) 산화철) ¹	0.20

[0178]

F	향료 (오렌지 넥타 향료 AD78-00997)⁴ 보존제 *주해: 티노소르브 S, 티노소르브 M 및 유비놀 T 150은 미국 및 캐나다에서 승인되지 않은 선스크린 활성 성분이다.	0.20 충분량
	과정 I. 상 A를 합하고 75 내지 80℃로 가열하였다. II. 상 B를 사전혼합하고 75 내지 80℃로 가열하였다. III. 상 C를 합하고 75 내지 80℃로 가열하였다. IV. 75 내지 80℃에서 유지하면서 상 B를 상 C에 첨가하고 잘 혼합하였다. V. 상 BC를 상 A에 첨가하고, 저속에서 75 내지 80℃에서 유지하면서 2 내지 3분 동안 균질화시켰다. VI. 휘저음 혼합을 위해 옅기고 냉각을 시작하였다. VII. 상 D를 사전혼합하고 이것을 50℃ 이하에서 배치에 첨가하였다. VIII. 상 E를 사전혼합하고 배치에 첨가한 다음 잘 혼합하였다. IX. 상 F를 하나씩 첨가하고 잘 혼합한 다음, 중단시켰다.	
	공급업체 및 상표 소유권자 1. 바스프 2. 코그니스(COGNIS) 3. 다우 코닝 코퍼레이션 4. 엉거러 & 캄파니	

[0179]

[0180] 탈크 비합유 미네랄 브론저(bronzer)

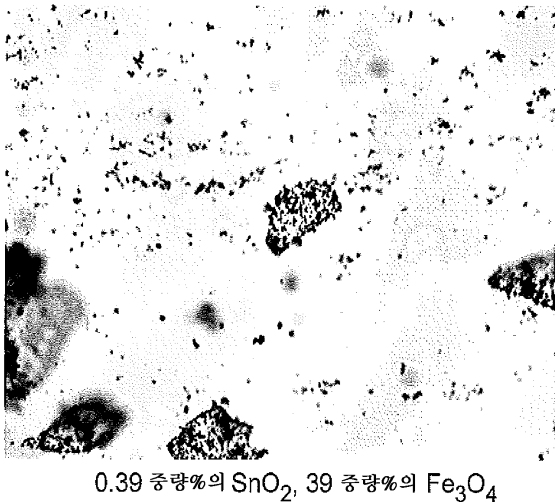
상	성분	% w/w
A	멀미카 [®] SVA (운모 (및) 라우로일 리신) ¹ (100%에 대한 충분량)	36.500
	플라멩코(Flamenco) [®] 스파클 레드 420J (운모 (및) 이산화티타늄) ¹	15.000
	Z-코트(Cote) [®] (산화아연) ¹	15.000
	클로이손 [®] 새틴 브론즈 (운모 (및) 산화철) ¹	20.000
	진주빛 및 무지개빛 안료 실시에 1, 3, 4 및/또는 6으로부터의 본 발명의 흑색 안료 (운모/SnO ₂ /Fe ₃ O ₄ , 운모/SnO ₂ /Fe ₃ O ₄ /SiO ₂ , 운모/SnO ₂ /Fe ₃ O ₄ /TiO ₂ , 펄라이트/SnO ₂ /Fe ₃ O ₄ /SiO ₂)	3.500
	질화붕소 파우더 (질화붕소) ²	5.000
B	루비톨 [®] 라이트 (수소화 폴리이소부텐) ¹	2.500
	옥틸도데실 네오펀타노에이트 (엘레팩(Elefac) I-205) ³	2.500
	향산화제 보존제	충분량 충분량
	과정 I. 적절한 건조 블렌딩/분산 장치 중에서 상 A를 완전히 블렌딩시켰다. II. 상 B를 사전분산시키고 상 A 내로 분무시켰다. III. 분쇄시키고 적절한 용기 내로 포장하였다.	
	공급업체 및 상표 소유권자 1. 바스프 2. 이에스케이 세라믹스(ESK Ceramics) 3. 알조 인터내셔널, 인크.	

[0181]

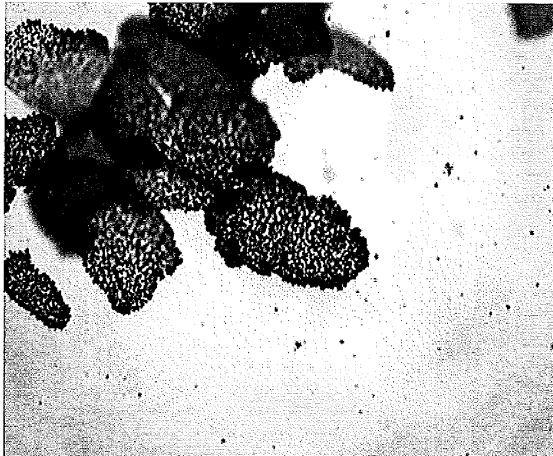
[0182] 조성물 및 이의 사용 방법을 특정의 실시양태를 참고로 개시하였지만, 설명된 조성물, 키트 및 사용 방법의 진정한 취지 및 범주를 벗어나지 않고 다른 실시양태 및 변형예가 당업자에 의해 고안될 수 있음이 자명하다. 첨부된 청구범위는 그러한 모든 실시양태 및 등가 변형예를 포함하도록 해석되어야 한다.

도면

도면1



도면2



3.2 중량%의 SnO_2 , 31 중량%의 Fe_3O_4

도면3



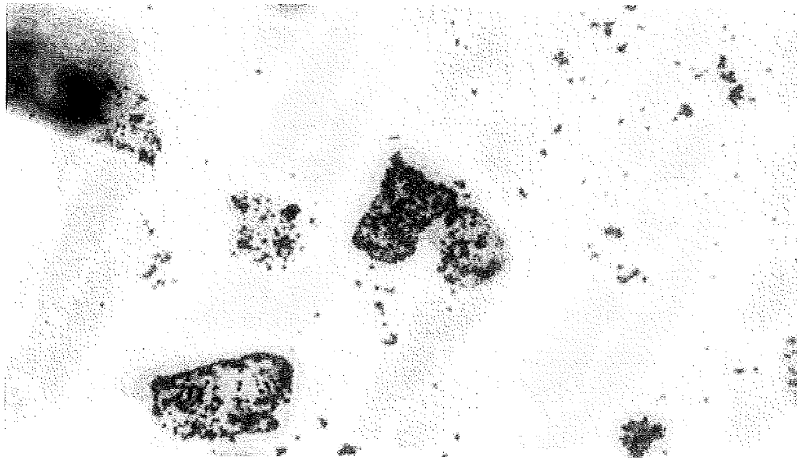
2.76 중량%의 SnO_2 , 40 중량%의 Fe_3O_4

도면4



1.92 중량%의 SnO_2 , 18.4 중량%의 Fe_3O_4

도면5



산화주석 비합유, 25 중량%의 Fe_3O_5

【심사관 직권보정사항】

【직권보정 1】

【보정항목】 청구범위

【보정세부항목】 청구항 7, 14줄

【변경전】

보로실리케이트 및 그의 조합으로 이루어진

【변경후】

보로실리케이트 또는 그의 조합으로 이루어진