

## 이산화티탄을 코팅한 운모의 제조 및 특성화 연구

박종필, 하백현, 오성근  
한양대학교 화학공학과

## Preparation and characteristics of titanium dioxide coated mica

Jong-Pil Park, Baik-Hyon Ha, Seong-Geun Oh  
Dept. of Chemical Engineering, Hanyang University

## 서론

진주광택안료(Pearlescent Pigments)는 진주광택 또는 금속광채를 부여하기 위해 사용되는 특수한 광학적 효과를 갖는 안료이다. 1650년경 프랑스에서 민물고기의 비늘로부터 구아닌 결정을 추출, 이를 젤라틴용액에 분산시켜 속이 빈 유리구에 주입하여 고정화한 모조진주를 만든 이래 약 300년간 모조진주의 발전과 함께 진주광택안료의 제조 및 관련 기술이 점차로 개선되었다. 그러나 어획고에 따른 가격 및 신선도에 따른 품질의 불균일 등의 결점으로 염가이고 품질이 안정된 무기화합물을 주체로 한 합성펄안료를 개발하게 되었다. 초기에는 염화제일수은, Lead Hydrogen Phosphate, Lead Hydrogen Arsanate, Bismuthoxichloride 등의 합성진주광택안료가 등장하였으나 안전성에 문제가 있어 사용이 제한되었다. 그 후 1965년 DUPON사에서 운모(mica)의 표면에 이산화티탄( $TiO_2$ )을 코팅한 안료가 개발되었으며 그 이전의 진주광택안료와 비교할 때 독성이 없고 다른 물성에 있어서도 우수한 점을 가지고 있어서 운모티탄(titanium dioxide coated mica, titania mica)이라고 하는 안료가 현재 진주광택안료의 주류를 이루고 있다.[1][2][3]

진주광택안료는 화장품, 도료 및 안료로써 다양한 분야에 사용되고 있으며 시장규모가 점점 증가하고 있다. 또한 많은 특허들이 공개되어 있으나 상세한 연구내용은 특허에 등록되어 있기 때문에 발표되어 있지 않다.

따라서 본 연구에서는 운모의 표면에 가수분해법을 이용하여 이산화티탄을 코팅하였으며 여러 가지 반응변수를 통해 운모와 이산화티탄의 합성조건에 대하여 연구하였다.

## 광택원리

운모를 이용한 진주광택안료는 판상의 운모표면에 높은 굴절율(Refractive Index)을 가지고 있는 이산화티탄이나 다른 금속산화물을 코팅하여 만들어진다. 운모표면에 코팅된 이산화티탄층에서 빛의 간섭효과(Light Interference Effect)와 반사(Reflection)로 인하여 광택이 발생하게 된다.[4]

Fig.1은 알루미늄입자(aluminium particle)이고 Fig.2는 운모티탄( $TiO_2$  coated mica)이다. Fig.1의 알루미늄입자는 빛을 표면에서 전부 반사하는 광학적 특성으로 인하여 색을 낼 수 있는 범위가 한정되어 있다. 반면 Fig.2의 운모티탄은 낮은 굴절율의 운모와 높은 굴절율의 이산화티탄층을 빛이 일부는 반사하고 일부는 투과하는 굴절율의 차이를 통해 빛의 산란 및 간섭현상을 일으켜 특유의 진주광택을 나타낸다.

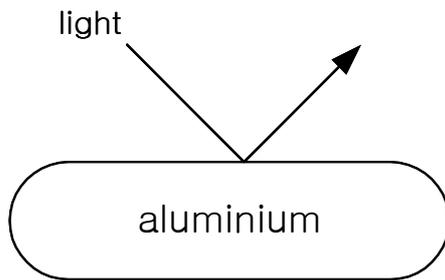
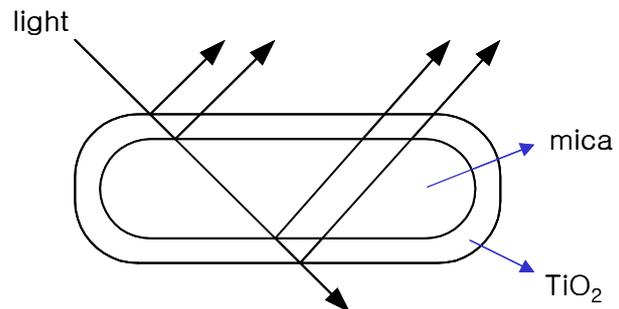


Fig. 1. aluminium particle

Fig. 2. TiO<sub>2</sub> coated mica

## 실험

### 1. 운모 정제(mica sieving)

운모는 인도산 백운모(muscovite)를 사용하였고 일정한 크기의 운모를 사용하기 위해서 체(sieve) 100메쉬(mesh)와 150메쉬를 사용하여  $106\mu\text{m} \sim 150\mu\text{m}$ 로 입도를 조정하였다. 입도 분석기(Laser Diffraction Particle Size Analyser)를 이용하여 분석한 결과 정제를 하기전 운모의 크기가 평균  $180\mu\text{m}$ 에서 정제한 후 평균  $130\mu\text{m}$ 로 조정된 것을 확인하였다.

### 2. Titanium 용액제조

Titanium Sulfate( $\text{Ti}(\text{SO}_4)_2$ )와 증류수를 일정비율 혼합하여 1시간 동안 교반한 후에 사용하였다. 본 실험에서는 Titanium Sulfate와 증류수의 혼합비율을 변화시켜 농도를 다르게 하여 실험하였다.

### 3. 운모티탄( $\text{TiO}_2$ coated mica) 제조

- ① 반응기내에 운모 2g과 증류수 200ml를 넣고 승온시키면서 교반하여 운모슬러리(mica slurry)용액을 만든다.
- ② 운모슬러리 용액이 반응온도에 도달하면 titanium 용액을 첨가하고 온도를 일정하게 유지하며 정해진 반응시간동안 교반한다.
- ③ 교반 후에 필터를 통과시켜 여과시킨다.
- ④ 증류수 1000ml로 수세하고  $100^\circ\text{C}$ 에서 12시간이상 건조한다.
- ⑤ 건조한 분말을 소성로(furnace)에서 일정시간 소성(Calcination)한다.

## 결과 및 고찰

### 1. SEM분석

운모표면에 코팅된 이산화티탄( $\text{TiO}_2$ )입자의 표면상태를 관찰하기 위해서 주사전자현미경을 이용하였다. Fig.3은 정제한 운모의 사진이고 Fig.4는 운모표면에 코팅된 이산화티탄입자들의 사진이다. Fig.4을 통해 이산화티탄입자가 구형모양으로 형성되었고 약 30nm의 지름을 갖는 여러 입자들이 서로 붙어서 형성되어 있는 것을 확인할 수 있었다. 본 연구에서 운모티탄 제조시 반응시간, Titanium 용액 첨가량, 농도, 반응온도, 소성온도 등 여러 반응변수로 실험하였다. 반응조건에 따라 운모 위에 코팅된 이산화티탄입자의 크기와 형상 및 코팅 상태가 달라지는 것을 확인하였다.

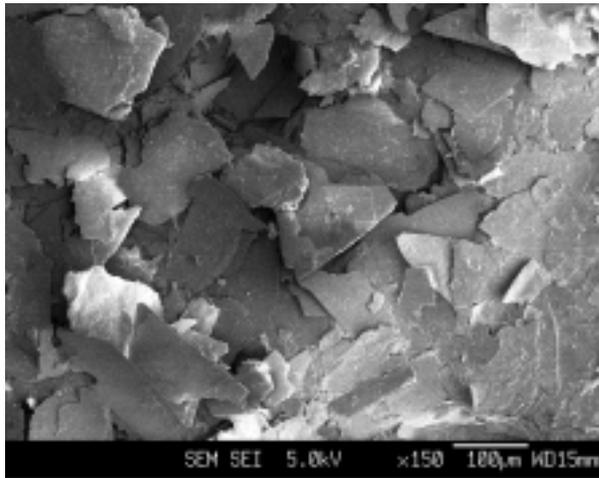
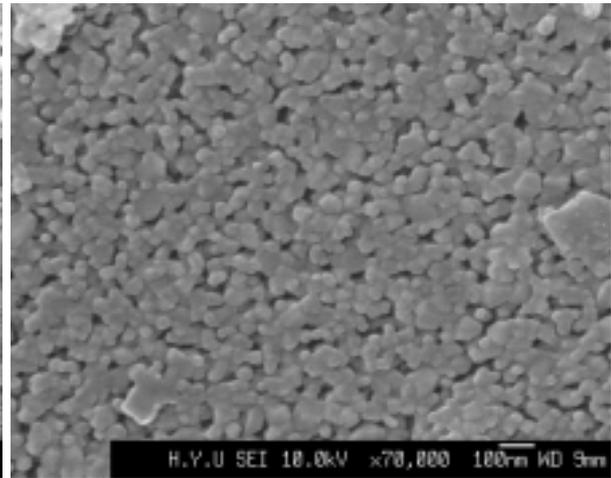


Fig. 3. mica

Fig. 4. TiO<sub>2</sub> particles coated on mica

## 2. 분광광도계(Spectrophotometer) 분석

색채측정기기인 분광광도계를 이용해서 운모티탄에 빛을 쬐었을 경우 나타나는 각각의 파장에 따른 빛 성분이 어느 정도의 비율로 포함되어 있는가를 그래프한 반사스펙트럼을 측정하였다. 그리고 균등한 간격을 가진 색공간에서 색을 수치화 할 수 있는 표색방법인 L a b 색좌표를 측정하였다.

Table 1.은 L a b 색좌표를 통해 나타낼 수 있는 L a b 값(L a b values)을 나타낸 것이다. L a b 색좌표는 명도 L를 세로축으로 하며 적색에서 녹색의 a축과 황색에서 청색을 가진 b축으로 +a는 적색(Red)방향, -a는 녹색(Green)방향, 그리고 +b는 황색(Yellow)방향, -b는 청색(Blue)방향을 표시한다. Table 1.의 L a b값을 통해 운모티탄의 L값과 b값이 운모와 비교하였을 때 증가한 것으로 나타났다. 즉 운모 위에 이산화티탄이 코팅되어 백색도를 증가시켰고 황색의 경향성이 커졌다는 것을 가늠할 수 있다.[5]

Fig.5는 운모와 운모티탄의 반사스펙트럼(Spectral reflectance)을 비교한 것이다. 반사스펙트럼에서 운모에 비해 운모티탄의 분광반사율이 전체적으로 증가한 것으로 나타났다. 특히 500nm~700nm, 즉 빨강~노랑에 해당하는 파장의 빛이 가장 많이 반사한 것으로 나타났다. L a b값에서 a 와 b 값이 증가한 것과 비교하여 상관관계가 있음을 알 수 있다. 분광광도계 분석을 통해서도 반응조건에 따라 L a b값 및 반사스펙트럼이 변화하는 것을 확인할 수 있었다.

Table 1. L a b values of mica and TiO<sub>2</sub> coated Mica

sample name	D65/10°		
	L*	a*	b*
Mica	79.6619	0.8932	6.0502
TiO <sub>2</sub> coated Mica	87.878	3.0253	12.083

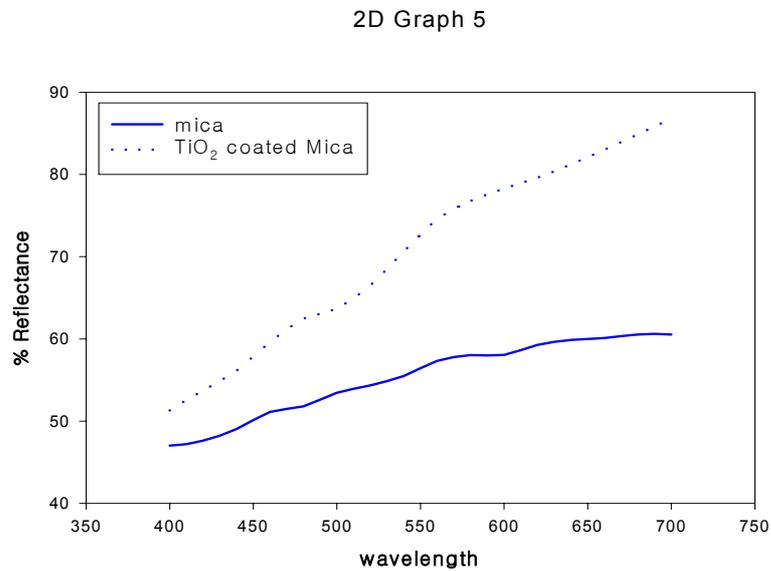


Fig. 5 Spectral reflectance of mica and TiO<sub>2</sub> coated Mica

참고문헌

- [1]Ralph Emmert, Cosmetics and Toiletries, 104, 57-65(1989)
- [2]이향우, Journal of Korean Oil Chemists' Soc., vol. 11, no. 2, 7-15(1994)
- [3]Gerhard Pfaff and Peter Reynders, Chem. Rev. 1999, 99, 1963-1981
- [4]Zhu Yingo and Zhang Gaoke, Journal of Wuhan University of Technology, vol.12, no.1-2, 74-77(1997)
- [5]Billmeyer and Saltzman's, Principles of Color Technlogy, Wiley(2000)