Fe₂O₃가 코팅된 판상 mica의 적외선 반사용 적색안료 제조 및 차열도료의 열특성

이현진¹ · 김대성^{1†} · 이승호¹ · 임형미¹ · 최병기² · 강광중² · 정재일² · 조금성²

¹한국세라믹기술원 에코복합소재팀, ²(주)씨큐브

Preparation of Fe₂O₃ Coated on Mica for Infrared Reflectance Red Pigment and Thermal Property of Its Isolation-Heat Paint

Hyun Jin Lee¹, Dae Sung Kim^{1†}, Seung-Ho Lee¹, Hyung Mi Lim¹,
Byung-Ki Choi², Kwang-Jung Kang², Jae Il Jeong² and Kum-Sung Cho²

¹Eco-composite Materials Team, Korea Institute of Ceramic Engineering & Technology (KICET),
Seoul 153-801, Korea

²CQV Co, 144, Seongjung-ro, Jincheon-Eup, Jincheon-Gun, Chungcheong Buk-Do, Korea

(Received October 24, 2014 : Received in revised form December 23, 2014 : Accepted December 30, 2014)

Abstract Fe₂O₃ coated plate mica(Fe₂O₃/mica) for infrared reflectance red pigment was prepared under hydrothermal treatment. Fe₂O₃ was perfectly coated on mica via the difference of surface charge between Fe₂O₃ and mica particles at pH 3. Fe₂O₃/mica was then calcined at 800 °C to stabilize the coated layer on mica. The infrared(IR) reflectance pigments were characterized by X-ray diffraction, FE-SEM, zeta potential, and a UV-Vis-NIR spectrophotometer. In particular, the CIE color coordinate and IR reflectance properties of Fe₂O₃/mica pigments were investigated in relation to the thickness variation of the Fe₂O₃ layer coated on mica of various lateral sizes. The isolation-heat red paints containing the pigments were prepared and optimized with a thinner, settling agent, and dispersant. Then, the films were made. The thermal property of isolation-heat on these films was observed through the relationship of the IR reflectance value, which was based on the variation of the Fe₂O₃ layer's thickness coated on mica and mica's lateral size as IR reflectance pigment. With an increase in IR reflectance on these films, the thermal property of isolation-heat was effectively enhanced.

Key words infrared reflectance red pigment, Fe₂O₃ coated plate mica(Fe₂O₃/mica), surface charge, thermal property, isolation-heat paint.

1. 서 론

현재 여러 나라에서 급속도로 진행된 산업화로 도심지에 구조물들과 인구가 밀집되면서 각종 환경문제를 발생시키고 지구 온난화를 가속시키고 있다. 오존층의 파괴로 인하여 유입되는 태양광은 도심지역의 고층 건물에 의한 복사열로 실내·외 온도를 상승시키며 이로 인해 도심지역에는 열섬 현상을 빈번히 발생시키고 있다. 특히, 열섬 현상은 대기오염을 가중시키는 2차적인 악순환

을 일으킨다. 이를 방지하기 위한 방법으로 건물 등에 적외선을 차단시키기 위한 안료 및 도료연구가 시도되고 있다.¹⁻³⁾

단열안료는 전도, 대류를 효과적으로 제어할 수 있는 중공구 소재의 열 전달을 최소화할 수 있는 안료이며, 적외선 반사안료는 고 굴절률을 지닌 입자에 의해 복사열을 효과적으로 반사시킬 수 있는 소재로 구분할 수 있다. 이 안료들과 체질안료와 고분자 수지에 복합화된 형태로 적외선 차열도료가 제조되고 있다.^{4,5)} 이 도료들은

[†]Corresponding author

E-Mail : dskim@kicet.re.kr (D. S. Kim, KICET)

© Materials Research Society of Korea, All rights reserved.

This is an Open-Access article distributed under the terms of the Creative Commons Attribution Non-Commercial License (<http://creativecommons.org/licenses/by-nc/3.0>) which permits unrestricted non-commercial use, distribution, and reproduction in any medium, provided the original work is properly cited.

도심내의 열섬으로 인한 대기 오염 및 건축물 등의 에너지 저감을 위해 효과적이며, 건축 및 포장도로의 차열 방지, 군사용 위장, 비닐 창호의 표면코팅으로 인한 열손실 감소, 자동차 표면코팅의 과열방지로 응용분야가 다양하며,^{6,7)} 여름의 냉방 부하 저감, 단열성에 의한 겨울 난방을 효과적으로 제어할 수 있다.

특히, 그 중에 복사에너지만을 효과적으로 반사시킬 수 있는 적외선 반사안료는 고 굴절률을 지니는 입자들이 태양광의 열선인 근적외선을 반사하고 열의 침입을 차단하는 기능을 가진다. 주로, 열섬 현상의 주 원인중인 태양광의 분포로 자외선 5%, 가시광선은 43%, 적외선은 52%의 비율을 가지고 있으며, 적외선의 빛의 파장영역 중 열선으로 작용하는 근적외선(NIR) 영역인 780~2500 nm가 태양광 중에 45% 광량비율을 지니고 있다. 이 근적외선 영역의 에너지를 효과적으로 반사시킬 경우, 에너지 절약효과가 크며 반사율을 극대화하여 열원을 차단시킬 수 있다.⁸⁻¹⁰⁾

기존의 적외선 반사안료는 복합 금속 산화물로서, 블랙계 안료로는 $\text{Cr}_2\text{O}_3\text{-Fe}_2\text{O}_3$,¹¹⁾ 갈색계 안료로는 $\text{Fe}_2\text{O}_3\text{-Sb}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$,¹²⁾ $\text{Y}_{6-x}\text{-Pr}_x\text{MoO}_{12+6}$,¹³⁾ 적색계 안료로는 $\text{Fe}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$,¹⁰⁾ 녹색계 안료로는 $\text{Cr}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-V}_2\text{O}_5$ ¹⁴⁾ 및 $\text{Cr}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$, $\text{Cr}_2\text{O}_3\text{-ZnO}$ ¹⁰⁾ 등이 있으며 이 안료들은 가시 흡수 및 입사 방사선의 NIR을 차단시킬 수 있다. 이 중에서도 커런덤 결정 구조를 갖는 Fe_2O_3 와 TiO_2 는 높은 적외선 반사율을 가지며, 착색안료로서 사용되고 있다.¹¹⁾

그러나, 유색이 첨가된 적외선 반사안료의 경우 착색안료의 색상 및 특성으로 인해 반사율이 급격히 낮아지는 문제점이 발생한다.¹⁵⁾ 이러한 문제를 해결하기 위해 Kim 등은 적외선 반사에 효과적인 판상형 세라믹 소재 표면에 광택성 및 균일성을 제어하여 $\text{Fe}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]_3$ 와 같은 착색안료를 코팅함으로써 적외선 반사율을 향상시킬 수 있음을 보고한 바 있다.¹⁶⁾ 특히, 적외선 반사 적색안료로서 굴절률이 높고 나노크기에서 붉은색을 가지고 있

는 산화철을 반사 금속산화물을 판상 세라믹 표면에 코팅하여 광학적으로 반사, 굴절, 투과를 효과적으로 제어하여 색상 및 적외선 반사특성을 향상시키고자 하였다.

본 연구에서는 나노크기의 Fe_2O_3 를 판상기재인 mica의 표면에 수열처리로 코팅하여 적외선 반사용 적색안료를 제조하였다. Fe_2O_3 가 코팅된 mica 기재의 입자표면에 Fe_2O_3 의 코팅 유무 및 Fe_2O_3 의 코팅 층 두께에 따라 제조된 안료를 도료로 적용하여 도막의 색도 및 적외선 반사율의 영향을 연구하였다. Fe_2O_3 가 코팅된 판상기재의 적외선 반사안료와 수지가 복합된 도막의 적외선 반사 특성은 적외선 반사율(Infrared reflectance) 및 차열 성능평가를 통하여 적외선 반사특성을 비교 관찰하였다.

2. 실험 방법

2.1 적외선 반사 적색안료 제조

Fe_2O_3 가 코팅된 마이카($\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{mica}$) 적외선 반사 적색안료를 제조하기 위해 증류수 100 ml가 들어있는 1 L 비커에 mica(입자크기분포 9-45 μm) 10 g을 넣고, 30분간 교반시켰다. 이때, 0.5 mol/L의 염산을 사용하여 pH를 2~5로 조절하여 전처리 후 금속산화물 Fe_2O_3 를 코팅하기 위해서 먼저, 1 mol/L의 $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (KANTO chemical. Co. INC, 98%)와 3 mol/L의 NaOH(대정화금, 97%) 수용액을 제조한다. 위에서 전처리된 판상기재와 증류수를 삼구 플라스크에 넣고 일정 온도를 유지하면서 교반시킨 후 pH 2~9 사이에서 pH 영향에 따른 Fe_2O_3 의 코팅 특성을 관찰하기 위해 실험을 진행하였다. 교반 속도는 200rpm에서 교반하면서 $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 와 NaOH 수용액을 정량펌프를 이용하여 동시에 2시간 동안 첨가하였다. 반응이 완료된 용액은 70 °C에서 16시간 동안 교반하면서 숙성시켰다. 증류수를 이용하여 감압 여과한 후 얻어진 분말은 건조기를 사용하여 100 °C에서 6시간 건조하였다. 이 분말은 800 °C에서 3시간 소성하여 $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{mica}$ 적외선 반사 적색안료를 합성하였다. 합성 공정 변수에

Table 1. $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{mica}$ prepared under different synthesis conditions.

Sample	Synthesis condition				Thickness of Fe_2O_3 layer coated on mica (nm)
	mica* (wt%)	NaOH (wt%)	$\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (wt%)	pH	
R1				2	-
R2				3	200-220
R3	64	16	20	6	-
R4				9	-
R5	89.2	4.8	6		50-60
R6	83.6	7.2	9	3	75-85
R7	82	8	10		95-105

*Synthetic mica : lateral size 9-45 μm , thickness 200~500 nm

따라 제조된 이 적색안료들을 Table 1에 정리하여 나타내었다.

2.2 적외선 반사 적색도료 제조

적외선 반사도료 제조에는 Fe₂O₃/mica 적외선 반사 적색안료 20 wt%, 아크릴수지 60 wt%, 실리콘계 소포제 12 wt%, N-에틸피롤리돈계 침강방지제 2 wt%, 아민계 분산제 6 wt%를 사용하여 균일하게 혼합하였다. 이 때, 소포제, 침강방지제, 분산제는 BYK사 제품을 사용하였다. 도료 제조 시 균일한 도막을 형성시키기 위해 Fe₂O₃/mica 적외선 반사 적색안료는 325mesh 체로 응집입자 등을 분리 제거한 후 사용하였다. 원료 혼합을 거친 후 안료의 고른 분산을 위하여 300rpm으로 20분간 분산하였다. 이 혼합 도료는 분산 후 공자전 탈포기를 이용하여 3분간 탈포를 진행하였으며, 안정화를 거쳐 최종적으로 은폐지 및 강철판(50 mm × 50 mm) 표면에 어플리케이션을 사용하여 균일하게 적색 도막을 형성 후에 상온에서 24시간 건조시켰다. 도막의 두께는 150 μm(± 10)으로 조정하였다.

2.3 적외선 반사 적색안료 특성 분석

Fe₂O₃/mica 적외선 반사 적색안료는 FE-SEM(Field Emission Scanning Electron Microscope, JSM-6700F, JEOL)을 사용하여 입자의 형상 및 크기, XRD(X-Ray Diffraction, D/MAX-2500V, Rigaku)는 측정 조건은 400 kv, 20 mA, scan speed 5°/min와 측정 범위는 2θ = 5~80°에서 결정구조를 확인하였다. 특히, 안료의 두께 및 코팅된 부분은 FIB(Focused ion beam, Helios NanoLab 600, FEI Korea)로 입자를 절단하여 마이카 및 Fe₂O₃ 코팅층의 두께를 관찰하기 위해 활용하였다.

코팅에 사용된 mica와 Fe₂O₃ 입자들의 표면 전위를 측정하기 위해서 ELS-Z(Otsuka Electronics)를 사용하여 코팅에 최적조건인 pH를 확인하였다. 측정하기 위한 시료는 증류수를 사용하여 0.05 wt% 농도로 희석하여 1시간 교반 후 기포 제거를 위하여 1분간 초음파 처리를 하였다. 시료의 pH는 NaOH 혹은 HCl을 사용하여 조절하였다. 가능한 측정 간의 입자 이동도의 오차를 줄이기 위하여 샘플 중앙(cell center)을 정확한 Z축에 맞추었다. 또한, 신뢰도를 향상하기 위하여 총 4회 반복하여 측정된 평균값을 사용하였으며, 시료에 걸어준 70 Volt의 전장에 대한 입자의 이동도는 유체 흐름과 정지면에서 측정된 값이다.

2.4 적외선 반사 적색안료 및 도막의 적외선 반사율 및 표면온도측정

Fe₂O₃/mica 적외선 반사 적색안료의 색차와 적외선 반사율을 측정하기 위하여 JIS K 5602 규격에 따라 은폐

지를 사용하여 아크릴수지에 반사안료를 분산하여 코팅 시편을 제작하였다. 색차와 반사율 측정은 UV-VIS-NIR Spectrophotometer(V-570, JASCO)를 사용하여 분석하였다. 가시광 파장영역 380~780 nm에서의 표준시편으로 베이스를 잡은 후 색차계를 측정하였다. CIE 색좌표는 명도(L*)가 100 일 때 흰색을 나타내며, 0일 때는 검정색을 나타낸다. (a*)가 (+)일 경우, 붉은색을 나타내며, (-)인 경우 초록색을 나타낸다. 또한, (b*)는 (+)일 때, 노란색을 나타내며, (-)인 경우 파란색을 나타낸다. 또한, 전체 파장영역 300~2500 nm에서의 표준시편으로 베이스를 잡은 후 반사율을 측정하였다. 측정된 적외선 반사율은 ASTM 규격번호 E891-87에 따라 780~2500 nm 파장 범위의 가중 평균으로 계산하였다.¹⁷⁾ 아래의 식을 통해 정의된다.

$$\text{Infrared reflectance(\%)} = \frac{\int_{780}^{2500} R_{\lambda} \cdot I_{\lambda}}{\int_{780}^{2500} I_{\lambda}}$$

여기서, R_λ는 물체에 반사하는 파장, I_λ물체에 입사하는 파장으로 정의된다.

표면온도 측정은 250 W 적외선 램프(필립스), 온도측정기(Tecple, D307B)를 사용하여 표면온도 시스템을 구성하였다. 온도는 초기 5분은 20초 간격으로 측정한 후 15분은 1분 간격으로 20분동안 측정하였다. 또한 적외선 램프와 도료시편과의 거리를 20 cm를 유지하였으며, 램프에서 나오는 적외선으로부터 도료시편을 제외한 부분에 영향을 미치지 않도록 단일 공간 내에서 실험하였다.

3. 결과 및 고찰

3.1 pH 영향에 따른 Fe₂O₃/mica 적색안료 제조

Fe₂O₃/mica 적외선 적색 반사안료는 Fe₂O₃ 나노 입자가 mica 표면에 균일하게 코팅될 수 있는 최적조건을 찾기 위해 코팅단계에서 최종 pH를 2, 3, 6, 9로 각각 변화를 주면서 제조하였다. 이때, mica와 Fe₂O₃입자의 표면전하를 Zeta 전위로 두 입자간의 전위차를 확인하여 어느 영역의 pH 구간에서 코팅하기 유리한 지를 Zeta 전위 곡선으로 확인하였다. Fig. 1는 제타 전위계를 이용하여 mica와 Fe₂O₃입자의 표면 전하를 측정한 결과이다. 여기에서 mica 입자의 Isoelectric point(IEP)는 pH 6.5 근처이며, Fe₂O₃의 IEP는 약 pH 2.2였다. 이는 코팅하기 좋은 pH 영역은 약 2.5~6 정도일 것으로 보인다.

Fig. 2는 R1~R4 시료에 대한 pH에 따른 Fe₂O₃가 코팅된 mica 표면의 형상을 FE-SEM으로 관찰한 이미지를 나타낸 것이다. 최종 pH를 2로 맞춘 조건에서는 Fig. 2(a)와 같이 Fe₂O₃와 mica 입자의 표면전하가 (+)값을 띄고 있어서 정전기적 반발력에 의해서 mica 표면에 코팅되

Fig. 1. Zeta potential curves of mica and Fe₂O₃ suspension obtained by the variation of pH level.

지 않은 것을 확인할 수 있다. 반면에 최종 pH를 3으로 맞춘 조건 Fig. 2(b)에서는 20~60 nm의 Fe₂O₃ 입자가 균일하게 코팅된 것을 보였다. 이는 Fig. 2에서 보는 바와 같이 mica 입자와 Fe₂O₃는 Zeta 전위의 전기음성도 차이가 크므로 코팅이 잘 되는 것을 확인할 수 있었다. 최종 pH 6에서는 Fig. 2(c) 보는 바와 같이 Fe₂O₃가 mica 표면에 균일하게 코팅은 되지 않았고, pH가 9 조건의 Fig. 2(d)에서는 mica 입자와 Fe₂O₃ 입자의 표면전하가

Fig. 3. Cross-sectional FE-SEM image of Fe₂O₃/ mica (R2 sample) displayed on Fig. 2(b).

(-)을 띠고 있어서 정전기적 반발력에 의해 Fe₂O₃ 입자끼리의 응집된 덩어리가 mica 표면에 불균일하게 붙어 있는 것으로 보인다. Fig. 2의 FE-SEM 이미지에 의하면 Fe₂O₃/mica 입자의 코팅 피복율은 각각 Fig. 2(a)는 10 %, Fig. 2(b) 99 % 이상, Fig. 2(c) 60 % 미만, Fig.

Fig. 2. FE-SEM images of Fe₂O₃/mica red pigments prepared by the variation of final pH. (a) pH 2 at R1, (b) pH 3 at R2, (c) pH 6 at R3, and (d) pH 9 at R4.

Fig. 4. Powder XRD patterns of (a) mica and (b) Fe₂O₃/ mica of R2 sample.

2(d) 50 % 이하임을 관찰하였다.

판상기재 mica에 Fe₂O₃가 코팅되어 있는 R2 시료인 Fig. 2(b)의 적색 반사안료 옆면을 FIB로 절단하여 관찰한 FE-SEM 이미지를 Fig. 3에 나타내었다. 이미지를 분석한 결과 mica의 두께는 300~310 nm이며, Fe₂O₃의 코팅두께는 200~220 nm 사이였다. 이 때 Fe₂O₃ 코팅두께에 따라 채도 값도 증가하여 점점 반사안료의 색상이 붉은색에 가깝게 짙어지는 것을 눈으로 확인할 수 있었다.

Mica 및 Fe₂O₃/mica 적외선 반사안료의 X-선 회절분

석 측정 결과를 Fig. 4에 나타내었다. Fig. 4(a)는 mica 분말의 XRD 패턴을 측정한 결과, JCPDS No. 16-0344의 회절패턴과 일치하였으며 구조는 Phlogopite를 나타내었다. Fig. 4(b)는 Fe₂O₃/mica 분말의 XRD 패턴을 측정하였으며, 표면에 코팅된 물질이 Hematite 구조의 Fe₂O₃ JCPDS No. 13-0534와 회절패턴이 일치함을 확인하였다.

3.2 Fe₂O₃ 코팅두께에 따른 색상 제어 및 적외선 반사율의 영향

mica 표면에 Fe 전구체를 이용하여 나노크기로 코팅된 Fe₂O₃의 코팅두께에 따른 영향을 관찰하기 위해서 두께에 따른 색상과 적외선 반사율과의 상관성을 관찰하였다. Table 2는 R2, R5~R7 시료의 Fe₂O₃의 코팅두께에 따른 적외선 반사율과 CIE 색좌표를 나타낸 것이다. 이때, 나노크기의 Fe₂O₃(Sunchemical. Co. Ltd.) 안료 자체의 색은 (a*)의 수치가 높지 않아, 적색보다는 갈색계통의 색상을 나타내었다. Fe₂O₃의 코팅두께가 증가할수록 (a*)의 값이 증가되면서 색상이 적색에 가까워지는 것을 알 수 있으며, 색상이 적색에 가까워 질수록 적외선 반사율은 전반적으로 증가하였지만, R2의 시료 같은 경우에는 색상은 적색을 띄지만, Fe₂O₃의 코팅 층이 두꺼워 가시광 영역을 R7 시료보다 많이 흡수하기 때문에 적외선 반사율이 R7 시료보다는 낮게 나오는 것을 확인할 수 있다. 또한, Fe₂O₃의 코팅두께가 100 nm 이하이면 적외선 반사율은 높게 나오지만 색상 구현에 있어서

Table 2. CIE color coordinates and infrared reflectance for Fe₂O₃/mica pigments.

Sample	Color (L*, a*, b*)			Thickness of Fe ₂ O ₃ layer coated on mica (nm)	Infrared Reflectance (%)
	L*	a*	b*		
Fe ₂ O ₃	50.15	2.5	14.55	-	54.8
R5	69.56	18.95	35.98	50-60	77.2
R6	65.56	26.54	25.65	75-85	79.1
R7	55.46	32.89	13.08	95-105	79.6
R2	56.28	33.65	12.26	200-220	69.8

L*: Brightness, a*: Red-Green index, b*: Yellow-Blue index

Fe₂O₃: nanosized pigment purchased by Sunchemical Co.

Fig. 5. Cross-sectional FE-SEM images of Fe₂O₃/ mica powders prepared with the thickness variation of Fe₂O₃ layer coated on mica surface. (a) R5: T 50-60 nm, (b) R6: T 75-85 nm, (c) R7: T 95-105 nm (T: thickness).

Table 3. CIE color coordinates and infrared reflectance for these films prepared by $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{mica}$ pigments.

Sample	Color (L*, a*, b*)			Infrared Reflectance (%)	
	L*	a*	b*		
Fe ₂ O ₃ -f	39.36	30.76	20.05	Dark reddish orange (#38)	52.8
R5-f	65.23	17.56	32.56	Moderate orange (#53)	62.5
R6-f	60.23	25.46	24.56	Grayish reddish orange (#39)	67.5
R7-f	51.41	31.56	10.66	Moderate red (#15)	75.8
R2-f	50.46	32.57	11.48	Moderate red (#15)	68.9

문제가 있는 것을 확인할 수 있었다.

Fig. 5는 Fe_2O_3 의 코팅두께에 따라 제조된 R5~R7 시료의 FE-SEM 이미지를 나타내었다. Fig. 5(a)는 R5 시료로서 Fe_2O_3 의 코팅두께가 50~60 nm로 코팅되어 있는 것을 확인할 수 있으며, Fig. 5(b)는 R6 시료로서 코팅두께가 75~85 nm로 코팅되어 있는 것을 확인할 수 있었다. Fig. 5(c)의 R7 시료로서 코팅두께는 95~105 nm로 보여진다. Fig. 5(a)-(c)에서 판상체 중간에 마이카 입자가 200~500 nm 두께를 지니고 있고 판상체의 윗면과 아랫면에 각각 50~100 nm 두께로 Fe_2O_3 가 균일하게 코팅되어 있음을 관찰할 수 있다. Table 2에서 보는 바와 같이 Fe_2O_3 의 코팅두께에 따라 50~85 nm(오렌지색), 95~105 nm(적색), 그 이상의 두께에서는 갈색 등으로 색상의 채도 값이 높아지면서 적절한 두께에서 붉은색의 안료로 색 제어가 가능한 것을 알 수 있었다. 이는 Fe_2O_3 의 코팅 두께에 따라 빛의 굴절로 인한 은폐력 뿐만 아니라 색상 구현에 영향을 가져다 준다.¹⁸⁾

3.3 적외선 반사용 적색도료의 적외선 반사율 및 차열특성 평가

적외선 반사용 적색도료는 아크릴 수지 내에 Table 1에서 제조된 R2, R5~R7 시료의 $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{mica}$ 적색안료를 복합화하여 도장한 두께는 약 150 μm (± 10)로 일정하게 은폐지 및 강철판에 도장하여 제조하였다. 도막의 코팅두께의 오차에 따른 적외선 반사율은 1~2 % 정도의 차이만 있었다. 적외선 반사용 적색안료를 수지 내에 안정화 및 균일하게 분산시키기 위해서 다양한 첨가제를 이용하여 차열 도막을 최적화하였다. Table 3은 상용제품으로 사용되는 Fe_2O_3 나노 입자(Sunchemical. Co.)를 비교대상으로 하여 차열 도막의 적외선 반사율과 색차를 비교 분석한 결과를 나타낸 것이다. 이 때, 시료명

Fig. 6. UV-Vis-NIR spectra of isolation-heat films prepared with (a) $\text{Fe}_2\text{O}_3\text{-f}$, (b) R2-f, and (c) R7-f.

에 붙은 f는 적색안료가 첨가된 차열 도막을 의미한다.

판상기체에 코팅소재로 사용된 Fe_2O_3 안료만을 사용하여 $\text{Fe}_2\text{O}_3\text{-f}$ 차열 도막을 만든 후, 적외선 반사율을 측정 한 결과 52.8 %를 나타내었다. $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{mica}$ 적외선 반사 적색 도막의 적외선 반사율과 비교하였을 때, Fe_2O_3 의 코팅두께에 따라 제조된 R5-f, R6-f, R7-f, R2-f 차열 도막의 적외선 반사율은 각각 62.5, 67.5, 75.8, 68.9 %로 Fe_2O_3 를 단독으로 사용하여 제조한 차열 도막보다 높은 적외선 반사율을 나타냄을 알 수 있었다. 최대 20 % 정도 적색 반사 도막의 적외선 반사율이 높게 나와 효과적으로 780~2500 nm 영역의 근적외선을 반사시킬 수 있음을 알 수 있었다. 이는 내부로의 열 전달 되는 복사열을 최소화할 수 있음을 의미한다.

Fig. 6은 Table 3에서 대표적으로 3가지의 도막인 $\text{Fe}_2\text{O}_3\text{-f}$ 와 R2-f, R7-f의 적외선 반사 적색 도료를 JIS K 5602 규격에 따라 은폐지에 도장하여 측정한 UV-Vis-NIR 스펙트럼을 보여주고 있다.

차열도료는 열전도 및 대류를 최소화 할 수 있는 중공구조와 복합화하여 차열특성을 극대화 할 수 있는데, 본 연구에서는 Fig. 6과 7의 결과와 같이 적외선 반사안료만을 도막으로 제조하여 열 차폐 특성을 비교 실험하였다.

Fig. 7은 $\text{Fe}_2\text{O}_3\text{-f}$, R2-f, R7-f 차열 도막을 차열 성능 평가 시스템하에서 온도변화를 관찰한 그래프이다. Fig. 7(a)는 $\text{Fe}_2\text{O}_3\text{-f}$ 를 이용하여 제조한 차열 도막의 표면 온도 그래프이며, 도막의 표면 온도는 54 $^{\circ}\text{C}$ 를 나타내었다. Fig. 7(b)는 R2-f 차열 도막의 표면온도를 나타낸 것이며, 도막의 표면 온도는 45 $^{\circ}\text{C}$, Fig. 7(c)는 R7-f의 차열 도막의 표면온도이며, 도막의 표면 온도는 43 $^{\circ}\text{C}$ 를 나타내었다. 이는 Table 3에서 측정된 적외선 차열 도막의 적외선 반사율과 표면온도와의 상관성을 갖고 있음을 알 수

Fig. 7. Graph of surface temperature of isolation-heat film prepared by (a) Fe₂O₃-f, (b) R2-f, and (c) R7-f, recorded by the variation of the irradiation time under 250watt IR lamp.

있는데, 적외선 반사율의 값이 높을수록 표면온도가 낮아짐을 알 수 있다. 여기에서 Fe₂O₃-f의 차열 도막과 비교하여 적외선 반사 도막이 최대 11 °C정도 열을 차단시킬 수 있는 효과를 보였다. 또한, Fe₂O₃를 단독으로 사용하여 제조한 차열 도막보다는 Fe₂O₃/mica 적외선 반사안료를 사용하여 만든 차열 도막의 적외선 반사율 및 차열 성능에서 효율이 우수함을 알 수 있었다.

4. 결과 및 고찰

Mica 표면에 나노크기의 Fe₂O₃가 코팅된 Fe₂O₃/mica 적외선 반사 적색안료를 수열 및 소성처리에 의해 제조하였다. 수열합성을 통하여 적외선 반사 적색안료를 코팅할 때 최적의 조건은 pH 3, 온도 70 °C로 조절했을 경우 99 % 이상 균일하게 코팅 및 분산된 최적의 효율을 나타내었다. Fe₂O₃의 코팅두께는 Fe전구체의 함량변화에 의해 50~200 nm의 두께로 조절하면서 마이카 표면에 균일하게 코팅하였다. 적외선 반사율과 색차를 분석한 결과, Fe₂O₃의 코팅두께가 증가할수록 적색을 나타내는 a*의 (+)값의 채도가 증가하여 적색으로 가까워짐을 확인할 수 있었다. 그러나, Fe₂O₃의 코팅두께가 100 nm 이하일 경우 적외선 반사율은 높게 나오지만 적색을 구현하는데 문제가 있는 것을 알 수 있었다. Fe₂O₃ 나노 분말 자체의 적외선 반사율은 54.8 %를 나타내었지만, Fe₂O₃ 나노입자를 판상 mica에 코팅(Fe₂O₃/mica)한 적외선 반사 적색안료의 경우는 68~79.6 %로 높게 얻어졌다. 적외선 반사 적색도료를 도막으로 제조하여 적외선 반사율 및 색차와 차열 특성을 평가하였다. Fe₂O₃ 나노분말이 적용된 차열 도막의 표면온도는 54 °C였으나, Fe₂O₃/

mica 적외선 반사 적색안료의 차열 도막의 표면온도는 45~43 °C로 측정되었다. 즉, Fe₂O₃/mica 적색안료가 적용된 차열도막이 9~11 °C 정도로 온도가 낮아지며 차열 효과가 우수함을 확인하였다. 또한, 적외선 반사율에 비례하여 차열 평가에 의한 도막의 표면 온도 역시 낮아지는 효과를 관찰하였다.

감사의 글

본 연구는 중소기업융복합기술개발과제(과제번호 : SD-122692)의 지원으로 수행되었으며 이에 감사드립니다.

References

1. A. Synnefe, M. Santamouris and K. Apostolakis, Sol. Energy, **81**(4), 488 (2007).
2. T. Thongkanluang, P. Limsuwan and P. Rakkwamsuk, Int. J. Appl. Ceram. Technol., **8**(6), 1451 (2011).
3. K. A. Gray and M. E. Finster, Univ Northwestern. Depart. Civ. Eng., (1999).
4. J. Z. Liang and F. H. Li, Polym. Test., **26**(8), 1025 (2007).
5. J. Z. Liang and F. H. Li, Polym. Test., **25**(4), 527 (2006).
6. K. L. Uemoto, N. Sato and V. M. John, Energy Build., **42**(1), 17 (2010).
7. S. E. Bretz and H. Akbari, Energy Build., **25**(2), 159 (1997).
8. H. S. Kil, Y. H. Kim and S. W. Rhee, Green Home Energy Tech., **2**(1), 19 (2012) (in Korean).
9. R. Levison, P. Berdahl, H. Akbari, W. Miller, I. Joedicke, J. Reilly, Y. Suzuki and M. Vondran, Sol. Energy Mater. Sol. Cells, **91**(4), 304 (2007).
10. A. K. Bendiganavalc and V. C. Malshe, Recent Pat. Chem. Eng., **1**(1), 67 (2008).
11. P. Jeevanandam, R. S. Mulukutla, M. Phillips, S. Chaudhuri, L. E. Erickson and K. J. Kalbunde, J. Phys. Chem., **111**(5), 1919 (2007).
12. T. Thongkanluang, N. Chirakanphaisarn and P. Limsuwan, Procedia Engineering., **32**, 895 (2012).
13. G. George, V. S. Vishnu and M. L. P. Reddy, Dyes Pigments., **88**(1), 109 (2011).
14. T. Thongkanluang, T. Kittiauchawal and P. Limsuwan, Ceram. Int., **37**(2), 543 (2011).
15. W. Shen, Z. Li and Y. Liu, Recent Pat. Chem. Eng., **1**(1), 27 (2008).
16. H. Y. Jung, D. S. Kim, H. Y. Lee, S. H. Lee, H. M. Lim, B. K. Choi, K. J. Kang and J. S. Chio, Korean J. Mater. Res., **23**(12), 672 (2013) (in Korean).
17. V. Sarasamma Vishnu and M. L. Reddy, Sol. Energy Mater. Sol. Cells, **95**(9), 2685 (2011).
18. N. Horiishi, H. Kathrein, S. Krieg, G. Pfaff, U. Pitzer, C. Ronda, E. Schwab, R. Besold and G. Buxbaum, Industrial Inorganic Pigments., Wiley-VCH, 195 (2005).