



(19) 대한민국특허청(KR)

(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2014년07월16일

(11) 등록번호 10-1420469

(24) 등록일자 2014년07월10일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)  
*C09C 1/64* (2006.01) *C09C 3/08* (2006.01)  
*C09D 201/00* (2006.01) *C09D 5/02* (2006.01)  
 (21) 출원번호 10-2009-7022416  
 (22) 출원일자(국제) 2008년04월28일  
 심사청구일자 2013년01월24일  
 (85) 번역문제출일자 2009년10월27일  
 (65) 공개번호 10-2010-0015947  
 (43) 공개일자 2010년02월12일  
 (86) 국제출원번호 PCT/JP2008/058176  
 (87) 국제공개번호 WO 2008/139917  
 국제공개일자 2008년11월20일  
 (30) 우선권주장  
 JP-P-2007-124522 2007년05월09일 일본(JP)

(73) 특허권자  
 도요 알루미늄 가부시키키가이샤  
 일본국 오사카후 오사카시 츄오구 큐타로마치 3초  
 메 6반 8고  
 (72) 발명자  
 나카오 다카유키  
 일본 오사카후 오사카시 츄오구 큐타로마치 3초메  
 6방 8고 도요 알루미늄 가부시키키가이샤 나이  
 (74) 대리인  
 특허법인코리아나

(56) 선행기술조사문헌

US06602339 B2

전체 청구항 수 : 총 12 항

심사관 : 이지민

(54) 발명의 명칭 알루미늄 안료 및 그 제조 방법 그리고 그 알루미늄 안료를 함유하는 수성 금속 도료 조성물

### (57) 요약

알루미늄 입자의 표면에 피막이 형성되어 이루어지는 알루미늄 안료로서, 그 피복은 금속 아민염을 함유하고, 그 금속 아민염은, 조성식  $R_mH_mN^+O-M(=O)_2-OH$  (단, M 은 금속 원소, R 은 치환기를 가지고 있어도 되는 탄화수소 사슬, m 은 1 이상의 정수, n 은  $n = 4-m$  을 만족시키는 정수를 각각 나타낸다) 로 나타내는 알루미늄 안료를 제공한다.

## 특허청구의 범위

### 청구항 1

알루미늄 입자의 표면에 피막이 형성되어 이루어지는 알루미늄 안료로서,

상기 피막은 금속 아민염을 함유하고,

상기 금속 아민염은, 조성식  $R_mH_nN^+O-M(=O)_2-OH$  (단, M 은 금속 원소, R 은 치환기를 가지고 있어도 되는 탄화수소 사슬, m 은 1 이상의 정수, n 은  $n = 4-m$  을 만족시키는 정수를 각각 나타낸다) 로 나타내는 알루미늄 안료.

### 청구항 2

제 1 항에 있어서,

상기 금속 아민염을 구성하는 금속 원소 M 이, IVA 족, IVB 족, VA 족, VB 족, VIA 족, VIB 족 중 적어도 어느 하나에 속하는 원소에서 선택되는 적어도 1 종으로 이루어지는 알루미늄 안료.

### 청구항 3

제 2 항에 있어서,

상기 금속 원소 M 이 몰리브덴인 알루미늄 안료.

### 청구항 4

제 1 항에 있어서,

상기 금속 아민염을 구성하는 아민이, 알킬아민, 알릴아민, 아릴아민, 알칸올아민, 알콕실아민에서 선택되는 적어도 1 종으로 이루어지는 알루미늄 안료.

### 청구항 5

제 1 항에 있어서,

상기 알루미늄 입자 100 질량부에 대해, 상기 금속 아민염을 구성하는 금속 원소 M 의 함유량이 0.02 ~ 10 질량부의 범위 내인 알루미늄 안료.

### 청구항 6

제 1 항에 있어서,

상기 알루미늄 입자 100 질량부에 대해, 상기 금속 아민염을 구성하는 아민의 함유량이 0.01 ~ 100 질량부의 범위 내인 알루미늄 안료.

### 청구항 7

제 1 항에 있어서,

상기 알루미늄 입자 100 질량부에 대해, 질소 원소를 0.0045 ~ 45 질량부의 범위 내에서 함유하는 알루미늄 안료.

### 청구항 8

제 1 항에 있어서,

상기 금속 아민염의 함유량이, 상기 알루미늄 입자 100 질량부에 대해, 0.5 ~ 20 질량부의 범위 내인 알루미늄 안료.

### 청구항 9

제 1 항에 있어서,

상기 금속 아민염을 함유하는 상기 피막 상에, 유기 인 화합물을 함유하는 흡착층이 추가로 형성되어 이루어지는 알루미늄 안료.

#### 청구항 10

제 1 항에 기재된 알루미늄 안료를 얻기 위한 제조 방법으로서,

적어도 금속 아민염을 소수성 용매 또는 친수성 용매에 용해시켜 이루어지는 금속 아민염 용액을 조제하는 금속 아민염 용액 조제 공정과,

적어도 알루미늄 입자와 상기 금속 아민염 용액을 혼합함으로써, 금속 아민염을 함유하는 피막을 알루미늄 입자의 표면에 형성하는 피막 형성 공정을 포함하는 알루미늄 안료의 제조 방법.

#### 청구항 11

제 10 항에 있어서,

상기 피막 형성 공정 후, 유기 인 화합물을 함유하는 흡착층을 상기 피막 상에 형성하는 흡착층 형성 공정을 추가로 포함하는 알루미늄 안료의 제조 방법.

#### 청구항 12

제 1 항에 기재된 알루미늄 안료를 배합하여 이루어지는 수성 금속 도료 조성물.

### 명세서

#### 기술 분야

[0001] 본 발명은, 예를 들어 수성 금속 도료나 수성 금속 잉크 등에 사용되는, 내수성이 우수한 알루미늄 안료 및 그 제조 방법, 그리고 그 알루미늄 안료를 배합하여 이루어지는 수성 금속 도료 조성물에 관한 것이다.

#### 배경 기술

[0002] 종래, 알루미늄 안료를 수성 바니시에 배합하면, 알루미늄 안료와 바니시에 함유되는 물이 반응하여, 수소 가스가 발생되어 저장 중에 용기가 폭발하거나, 알루미늄 안료가 굳어져 덩어리를 발생시키는 등의 문제가 발생하는 것이 알려져 있다. 이 문제를 해결하기 위해 많은 기술이 개발되고 있다.

[0003] 일본 특허공보 평01-054386호 (일본 공표특허공보 평01-501631호, 특허 문헌 1) 에는, 알루미늄 안료를 크롬산으로 처리하는 방법이 개시되어 있다. 이 방법에 의하면 알루미늄 안료의 화학적 안정성은 개선되지만, 처리액의 반응성이 너무 강하기 때문에 입경이 작은 알루미늄 안료의 처리를 할 수 없는 점, 6 가 크롬 화합물을 사용하기 때문에 노동 위생면 혹은 환경면에서의 문제가 큰 점 등의 어려운 점에서 그다지 실용화되지 않았다.

[0004] 일본 공개특허공보 평04-318181호 (특허 문헌 2) 에는, 몰리브덴산 등의 산화제, 인산 이온 및 알칼리 토금속 이온을 함유하는 처리액으로 알루미늄 안료를 처리하는 방법이 개시되어 있다. 이 방법에 의하면 알루미늄 안료의 화학적 안정성은 개선되지만, 처리액에 함유되는 인산 이온이나 알칼리 토금속 이온이 도막의 내습성 그 밖의 물성을 저하시키는 경향이 있다.

[0005] 미국 특허 제5,296,032호 명세서 (특허 문헌 3) 에는, 인 몰리브덴산 등의 헥테로 폴리아니온으로 알루미늄 안료를 처리하는 방법이 개시되어 있다. 그러나 이 방법에서는, 알루미늄 안료에 충분한 화학적 안정성을 부여할 수 없는 데다가, 처리제에 함유되는 인산 이온이 도막 내습성 등의 물성을 저하시킨다.

[0006] 일본 공개특허공보 평06-057171호 (특허 문헌 4) 에는, 알루미늄 안료를 몰리브덴산암모늄으로 처리한 후, 몰리브덴산염 등을 첨가하여 더욱 알루미늄 안료를 안정화시키는 방법이 개시되어 있다. 이 방법에서 비교적 화학적 안정성이 양호한 알루미늄 안료를 얻을 수 있지만, 화학적 안정성은 반드시 충분하지 않고, 또 제조 공정이 번잡하다는 문제가 있다.

[0007] 일본 공개특허공보 평09-328629호 (특허 문헌 5) 에는, 과산화 폴리산에 의해 처리된 알루미늄 안료가 개시되어 있다. 과산화 폴리산에서 유도되는 피막은 치밀하고 내식성이 우수하기 때문에, 이것을 알루미늄 안료 표면에 형성함으로써 수성 도료나 수성 잉크용 바니시에 대해 화학적으로 안정된 알루미늄 안료를 얻을 수 있다.

이와 같이, 이 알루미늄 안료는 우수한 화학 안정성을 구비하고는 있지만, 알루미늄 안료의 분산성이 그다지 양호하지 않기 때문에, 도막화했을 경우에 덩어리가 발생하거나 외관이 나빠진다는 문제가 있다.

[0008] 상기와 같은 상황하, 먼저 본 출원인은, 과산화 폴리몰리브덴산에서 유도되는 피막이 형성되고, 또한 아민을 함유한 알루미늄 안료, 또한 그 피막 상에 추가로 유기 인 화합물의 흡착층을 부여한 알루미늄 안료가, 우수한 내수성을 나타내는 것을 알아내어 제안하였다 (국제 공개 제2002/031061호 팜플렛 (특허 문헌 6)).

[0009] 상기의 내수성이 우수한 알루미늄 안료는, 유기 용제를 함유하는 알루미늄 안료 조성물에, 아민과, 과산화수소수에 금속 몰리브덴을 용해시킨 용액과, 친수성 용제를 첨가하고, 가열 상태에서 교반 혼합함으로써 알루미늄 표면에 무기 피막을 형성하고, 필요에 따라 유기 인 화합물을 첨가하여 페이스트상의 알루미늄 안료로 하는 것이다. 그 알루미늄 안료는, 종래 페이스트상 알루미늄 안료와 동일하게 금속 안료로서 도료 제조시에 배합되어 사용되는 것이다. 이 페이스트상의 내수성 알루미늄 안료는 내수성이 특히 우수하고, 응집도 발생되기 어렵고, 또 이것을 배합 사용한 도막의 특성도 우수한 점에서 널리 사용될 수 있는 것이다. 그러나, 과산화 폴리몰리브덴산에서 유도되는 피막을 알루미늄 표면에 형성하기 위한 교반 혼합에 가열이 필요한 점, 또 과산화 폴리몰리브덴산과 알루미늄의 격렬한 반응에 의한 응집을 억제하기 위해 아민이 필요한 점 등에서, 공정적으로는 제어하기 어렵다는 문제점을 갖고 있었다.

[0010] 또, 상기 문제점을 해결하는 방법으로서, 일본 공개특허공보 2003-301131호 (특허 문헌 7) 에는, 과산화 폴리몰리브덴산에서 유도되는 피막을 알루미늄 표면에 가열에 의해 미리 형성한 알루미늄 페이스트를 사용하지 않아도, 과산화 폴리몰리브덴산과 알루미늄 안료와 물과 분산제를 단순히 교반 혼합했을 뿐의 알루미늄 안료 분산체를, 도료화시에 배합하는 것만으로 동일한 내수성이 얻어지는 것이 개시되어 있다. 그러나, 이 방법에서는 과산화 폴리몰리브덴산이 강산성 용액이기 때문에, 도료 수지의 종류, 조성에 따라서는 수지를 불안정화시켜, 도료 중에서 알루미늄 안료가 응집된다는 문제가 있었다.

[0011] 특허 문헌 1 : 일본 특허공보 평01-054386호 (일본 공표특허공보 평01-501631호)

[0012] 특허 문헌 2 : 일본 공개특허공보 평04-318181호

[0013] 특허 문헌 3 : 미국 특허 제5,296,032호 명세서

[0014] 특허 문헌 4 : 일본 공개특허공보 평06-057171호

[0015] 특허 문헌 5 : 일본 공개특허공보 평09-328629호

[0016] 특허 문헌 6 : 국제 공개 제2002/031061호 팜플렛

[0017] 특허 문헌 7 : 일본 공개특허공보 2003-301131호

## 발명의 상세한 설명

[0018] 발명의 개시

[0019] 발명이 해결하고자 하는 과제

[0020] 본 발명은 상기의 과제를 해결하여, 화학적 안정성이 양호하고, 조제시 및 저장시의 응집이 방지된 알루미늄 안료 및 그 제조 방법, 그리고 그 알루미늄 안료를 배합하여 이루어지는 수성 금속 도료 조성물을 제공하는 것을 목적으로 한다.

[0021] 과제를 해결하기 위한 수단

[0022] 본 발명은, 알루미늄 입자의 표면에 피막이 형성되어 이루어지는 알루미늄 안료로서, 그 피막은 금속 아민염을 함유하고, 그 금속 아민염은, 조성식  $R_mH_nN^+O-M(=O)_2-OH$  (단, M 은 금속 원소, R 은 치환기를 가지고 있어도 되는 탄화수소 사슬, m 은 1 이상의 정수, n 은  $n = 4-m$  을 만족시키는 정수를 각각 나타낸다) 로 나타내는 알루미늄 안료를 제공한다.

[0023] 본 발명의 알루미늄 안료에 있어서는, 금속 아민염을 구성하는 금속 원소 M 이, IVA 족, IVB 족, VA 족, VB 족, VIA 족, VIB 족 중 적어도 어느 하나에 속하는 원소에서 선택되는 적어도 1 종으로 이루어지는 것이 바람직하다.

[0024] 본 발명의 알루미늄 안료에 있어서는, 금속 원소 M 이 몰리브덴인 것이 바람직하다.

- [0025] 본 발명의 알루미늄 안료에 있어서는, 금속 아민염을 구성하는 아민이 알킬아민, 알릴아민, 아릴아민, 알칸올아민, 알콕실아민에서 선택되는 적어도 1 종으로 이루어지는 것이 바람직하다.
- [0026] 본 발명의 알루미늄 안료에 있어서는, 알루미늄 입자 100 질량부에 대해, 금속 아민염을 구성하는 금속 원소 M의 함유량이 0.02 ~ 10 질량부의 범위 내인 것이 바람직하다.
- [0027] 본 발명의 알루미늄 안료에 있어서는, 알루미늄 입자 100 질량부에 대해, 금속 아민염을 구성하는 아민의 함유량이 0.01 ~ 100 질량부의 범위 내인 것이 바람직하다.
- [0028] 본 발명의 알루미늄 안료는, 알루미늄 입자 100 질량부에 대해, 질소 원소를 0.0045 ~ 45 질량부의 범위 내에서 함유하는 것이 바람직하다.
- [0029] 본 발명의 알루미늄 안료에 있어서는, 금속 아민염의 함유량이, 알루미늄 입자 100 질량부에 대해, 0.5 ~ 20 질량부의 범위 내인 것이 바람직하다.
- [0030] 본 발명의 알루미늄 안료에 있어서는, 금속 아민염을 함유하는 피막 상에 유기 인 화합물을 함유하는 흡착층을 추가로 형성할 수 있다.
- [0031] 본 발명은 또, 상기 서술한 어느 하나에 기재된 알루미늄 안료를 얻기 위한 제조 방법으로서, 적어도 금속 아민염을 소수성 용매 또는 친수성 용매에 용해시켜 이루어지는 금속 아민염 용액을 조제하는 금속 아민염 용액 조제 공정과, 적어도 알루미늄 입자와 그 금속 아민염 용액을 혼합함으로써, 금속 아민염을 함유하는 피막을 알루미늄 입자의 표면에 형성하는 피막 형성 공정을 포함하는 알루미늄 안료의 제조 방법을 제공한다.
- [0032] 본 발명의 알루미늄 안료의 제조 방법은, 피막 형성 공정 후, 유기 인 화합물을 함유하는 흡착층을 그 피막 상에 형성하는 흡착층 형성 공정을 추가로 포함할 수 있다.
- [0033] 본 발명은 또, 상기 서술한 어느 하나에 기재된 알루미늄 안료를 배합하여 이루어지는 수성 금속 도료 조성물을 제공한다.
- [0034] 발명의 효과
- [0035] 본 발명에 의하면, 화학적 안정성이 양호하고 조제시 및 저장시의 응집이 방지된 알루미늄 안료 및 그 제조 방법, 그리고 그 알루미늄 안료를 배합하여 이루어지는 수성 금속 도료 조성물을 제공할 수 있게 된다.
- 실시예**
- [0036] 발명을 실시하기 위한 최선의 형태
- [0037] 이하, 전형적인 실시형태를 나타내어 본 발명을 보다 상세하게 설명한다.
- [0038] [알루미늄 안료]
- [0039] 본 발명의 알루미늄 안료는, 알루미늄 입자의 표면에, 금속 아민염을 함유하는 피막 (이하, 「금속 아민염 피막」이라고도 한다) 이 형성되어 이루어지고, 그 금속 아민염은, 조성식  $R_mH_nN^+O-M(=O)_2-OH$  (단, M 은 금속 원소, R 은 치환기를 가지고 있어도 되는 탄화수소 사슬, m 은 1 이상의 정수, n 은  $n = 4-m$  을 만족시키는 정수를 각각 나타낸다) 로 나타낸다.
- [0040] <알루미늄 입자의 설명>
- [0041] 본 발명의 알루미늄 안료는 알루미늄 입자를 기재로 한다. 본 발명에 있어서 사용하는 알루미늄 입자는, 알루미늄만으로 구성되어 있어도 되고, 또 알루미늄을 함유하는 합금으로 구성되어 있어도 되고, 알루미늄 입자 중의 알루미늄의 순도는 특별히 한정되지 않는다.
- [0042] 알루미늄 입자의 형상으로는, 입상, 판상, 피상, 플레이크상 (인편 (鱗片) 상) 등의 여러 가지 형상이 있을 수 있지만, 금속감 및 휘도가 우수한 도막이 얻어지는 점에서, 그 형상은 플레이크상인 것이 바람직하다.
- [0043] 알루미늄 입자의 평균 입경은 특별히 한정되는 것은 아니지만, 1  $\mu m$  이상인 것이 바람직하고, 5  $\mu m$  이상이면 보다 바람직하다. 또, 그 평균 입경은, 100  $\mu m$  이하인 것이 바람직하고, 30  $\mu m$  이하이면 보다 바람직하다. 그 평균 입경이 1  $\mu m$  이상인 경우, 제조 공정에서의 취급이 용이함과 함께 알루미늄 입자가 응집되기 어렵고, 그 평균 입경이 30  $\mu m$  이하인 경우, 본 발명의 알루미늄 안료를 배합한 도료에서 얻어지는 도막의 표면에 있어

서의 거침을 방지할 수 있기 때문에, 의장성이 특히 양호해진다.

[0044] 또한, 본 발명에 있어서 알루미늄 입자의 평균 입경이 20  $\mu\text{m}$  이하인 경우, 특히 양호한 내수성이 부여된다. 일반적으로, 평균 입경이 20  $\mu\text{m}$  를 초과하는 알루미늄 입자를 사용하는 경우, 예를 들어 도료 첨가제를 사용함으로써 도료 시스템 내에서 수소 가스의 발생을 억제하는 기술을 유효하게 적용할 수 있지만, 평균 입경이 20  $\mu\text{m}$  이하인 경우, 도료 첨가제를 사용하는 방법에서는 알루미늄 입자의 표면에 균일한 피막이 잘 형성되지 않아, 양호한 내수성 향상 효과가 잘 얻어지지 않는 경향이 있다. 본 발명에 있어서는, 알루미늄 입자의 표면에 특정 금속 아민염을 함유하는 피막을 형성함으로써 양호한 내수성 향상 효과가 부여되고, 그 피막은, 비교적 입경이 작은 알루미늄 입자를 사용한 경우에도 균일하게 형성할 수 있다. 따라서 본 발명은, 평균 입경 20  $\mu\text{m}$  이하의 알루미늄 입자로 대표되는 평균 입경이 작은 알루미늄 입자를 사용하는 경우에 특히 유효하다.

[0045] 알루미늄 입자로는, 평균 입경을 평균 두께로 나눈 형상 계수 (본 명세서에서는 「어스펙트비」라고 한다)가 5 이상인 것이 바람직하고, 15 이상이면 보다 바람직하다. 또, 그 어스펙트비는 1,000 이하인 것이 바람직하고, 500 이하이면 보다 바람직하다. 어스펙트비가 5 이상인 경우에는 광 휘감이 특히 양호한 도막을 얻을 수 있고, 어스펙트비가 1,000 이하인 경우에는 알루미늄 입자의 기계적 강도가 높아 색조의 안정성이 특히 양호한 도막을 얻을 수 있다.

[0046] 여기에서, 본 발명에 있어서 사용하는 알루미늄 입자의 평균 입경은, 레이저 회절법, 마이크로 메쉬 시브법, 쿨터 카운터법 등의 공지된 입도 분포 측정법에 의해 측정된 입도 분포로부터 체적 평균을 산출하여 구할 수 있다. 평균 두께에 대해서는, 알루미늄 입자의 은폐력과 밀도로부터 산출된다. 어스펙트비는, 측정된 평균 입경을 평균 두께로 나눈으로써 산출된다.

[0047] 알루미늄 입자를 얻는 방법은 특별히 한정되지 않고, 불 밀이나 애트라이터 밀 내에서, 분쇄 매체의 존재하, 분쇄 보조제를 사용하여 알루미늄을 분쇄 혹은 마쇄함으로써 만들어지는 것이어도 되고, 필름 상에 증착 공정에 의해 형성된 알루미늄 증착막 (箔)을 파쇄함으로써 얻어지는 것이어도 된다.

[0048] 본 발명에 있어서, 불 밀 등을 사용하여 분쇄한 알루미늄 입자를 사용하는 경우에는, 알루미늄 입자의 표면에 분쇄 보조제가 부착되어 있어도 된다. 분쇄 보조제로는, 통상적으로 올레인산, 스테아르산, 이소스테아르산, 라우르산, 팔미트산, 미리스트산 등의 고급 지방산 외에, 지방족 아민, 지방족 아미드, 지방족 알코올 등을 사용할 수 있지만, 통상적으로 불포화 지방산을 사용한다. 불포화 지방산으로는, 예를 들어, 올레인산, 리놀산, 리놀렌산, 리시놀산, 엘라이드산, 주마린산, 가돌레산, 에루스산 등을 들 수 있다.

[0049] 또, 분쇄 매체로는, 미네랄 스피릿, 솔벤트 나프타 등의 고인화점의 광물유 등을 사용할 수 있다.

[0050] <금속 아민염을 함유하는 피막 (금속 아민염 피막)>

[0051] 본 발명의 알루미늄 안료에 있어서는, 알루미늄 입자의 표면에 금속 아민염 피막이 형성되어 있다. 금속 아민염 피막은, 전형적으로는, 이하에 설명하는 금속 아민염으로 알루미늄 입자의 표면을 처리함으로써 형성된다.

[0052] (금속 아민염)

[0053] 금속 아민염 피막을 형성하기 위해서 사용되는 금속 아민염은, 조성식  $R_mH_nN^+O-M(=O)_2-OH$  (단, M 은 금속 원소, R 은 치환기를 가지고 있어도 되는 탄화수소 사슬, m 은 1 이상 4 이하의 정수, n 은  $n = 4-m$  을 만족시키는 정수를 각각 나타낸다)로 나타낸다. 상기 조성식으로 나타내는 금속 아민염은, 금속 아민염 상태에서 화학적으로 안정된 구조를 가지고 있기 때문에, 본 발명에서 사용하는 알루미늄 입자의 표면에 금속 아민염 피막을 형성할 때에, 알루미늄 입자 표면에서의 급격한 반응이 일어나지 않는다. 이로써, 알루미늄 입자의 응집을 일으키지 않고, 내수성이 우수한 피막인 금속 아민염 피막을 알루미늄 입자 표면에 균일하게 형성할 수 있다.

[0054] 또, 본 발명의 알루미늄 안료를 도료 중에 배합해도, 금속 아민염 피막은, 도료 중에 함유되는 그 알루미늄 안료 이외의 도료 수지 등의 성분과 반응하지 않는다. 따라서 본 발명에 있어서는, 도료 중의 알루미늄 안료의 응집이 방지되어, 도막의 물성이 양호해진다.

[0055] 본 발명에 있어서는, 상기 조성식에 있어서의 금속 원소 M 이, IVA 족, IVB 족, VA 족, VB 족, VIA 족, VIB 족 중 적어도 어느 하나에 속하는 원소에서 선택되는 적어도 1 종으로 이루어지는 것이 바람직하다. 그 중에서도, Mo (몰리브덴), W (텅스텐), Nb (니오븀), Ti (티탄) 등은 바람직하고, 알루미늄 입자에 대한 부착성이 양

호한 금속 아민염이 얻어지는 점에서, 특히 Mo (몰리브덴) 가 바람직하다.

[0056] 금속 아민염을 구성하는 아민으로는, 상기 조성식에 해당되는 것이면 특별히 한정되지 않지만, 알킬기, 알릴기, 아릴기, 알칸올기, 알콕실기를 적어도 1 개 함유하는 아민인 것이 바람직하다. 즉, 금속 아민염을 구성하는 아민은, 알킬아민, 알릴아민, 아릴아민, 알칸올아민, 알콕실아민에서 선택되는 적어도 1 종으로 이루어지는 것이 바람직하다. 또한, 상기 조성식에 있어서의 R 은 치환기를 가지고 있어도 되는 탄화수소 사슬을 나타내지만, 이것은 예를 들어 알킬기, 알릴기, 아릴기 등과 같은 치환기를 갖지 않는 탄화수소 사슬이어도 되고, 히드록실기나 알콕실기 등의 치환기를 갖는 탄화수소 사슬 (예를 들어 알칸올기 (히드록실알킬기) 나 알콕시알킬기 등) 이어도 되는 것을 의미한다.

[0057] 금속 아민염을 구성하는 아민의 구체예로는, 메틸아민, 에틸아민, 프로필아민, 이소프로필아민, 부틸아민, 아밀아민, 헥실아민, 헵틸아민, 옥틸아민, 노닐아민, 데실아민, 운데실아민, 도데실아민, 트리데실아민, 테트라데실아민, 펜타데실아민, 헥사데실아민, 세틸아민, 디메틸아민, 디에틸아민, 디프로필아민, 디이소프로필아민, 디부틸아민, 디옥틸아민, 디데실아민, 디트리데실아민, 디이소트리데실아민, 디옥타데실아민, 디아르알킬아민, 디아밀아민, 트리메틸아민, 트리에틸아민, 트리프로필아민, 트리부틸아민, 트리아밀아민, 알릴아민, 디알릴아민, 트리알릴아민, 시클로프로필아민, 시클로부틸아민, 시클로헵틸아민, 시클로헥실아민, 아닐린, 메틸아닐린, 디메틸아닐린, 에틸아닐린, 디에틸아닐린, o-톨루이딘, m-톨루이딘, p-톨루이딘, 벤질아민, 디벤질아민, 트리벤질아민, 디페닐아민, 트리페닐아민,  $\alpha$ -나프틸아민,  $\beta$ -나프틸아민, 3,3'-이미노비스(프로필아민), 2-에틸헥실아민, 3-(2-에틸헥실옥시)프로필아민, 3-에톡시프로필아민, 3-(디에틸아미노)프로필아민, 디-2-에틸헥실아민, 3-(디부틸아미노)프로필아민, 테트라메틸에틸렌디아민, 트리-n-옥틸아민, 3-(메틸아미노)프로필아민, 3-(디메틸아미노)프로필아민, N-메틸-3,3'-이미노비스(프로필아민), 3-메톡시프로필아민, 2-디메틸아미노에탄올, 모노에탄올아민, 디에탄올아민, 트리에탄올아민, 2-아미노-2-메틸-1-프로판올, N,N-디메틸-1,3-프로판디아민, 모르폴린 등을 들 수 있고, 이들 중에서 특히 바람직한 예로는, 탄소수 2 ~ 40 의 디알킬아민을 들 수 있다.

[0058] 금속 아민염은, 통상적으로 용액, 보다 전형적으로는 유기 용제를 함유하는 용액의 양태로 시판되고 있고, 상기 조성식으로 나타내는 금속 아민염을 함유하는 용액으로는, 예를 들어, 주식회사 ADEKA 에 의해 제조된 SAKURA-LUBE S-710 (몰리브덴산디이소트리데실아민 : 탄소수 26) 을 들 수 있다. 그러나 금속 아민염의 용액은 이것에 한정되지 않고, 상기 조성식으로 나타내는 금속 아민염을 함유하는 것이면 된다. 또, 알루미늄 입자 표면에 대한 금속 아민염 피막의 형성을 저해하지 않고, 본 발명의 알루미늄 안료의 효과를 방해하지 않는 것이면, 금속 아민염 용액은 금속 아민염 이외의 성분으로서, 예를 들어 계면 활성제 등을 함유하고 있어도 된다.

[0059] 금속 아민염 피막을 형성하기 위해서 금속 아민염의 용액을 사용하는 경우, 그 용액을 탄화수소계의 소수성 용매에 희석시켜 첨가하는 것이 바람직하다. 사용할 수 있는 바람직한 소수성 용매로는, 포화 탄화수소, 불포화 탄화수소, 방향족 탄화수소 등을 들 수 있고, 특히 미네랄 스피릿, 솔벤트 나프타 등의, 통상 알루미늄 안료를 페이스트화할 때에 사용되는 용매가 바람직하다.

[0060] 또, 금속 아민염의 용액을 알코올 등의 친수성 용매에 희석시켜 첨가할 수도 있다. 친수성 용매의 구체예로는, 메틸알코올, 에틸알코올, n-프로필알코올, 이소프로필알코올, n-부틸알코올, 이소부틸알코올, t-부틸알코올, n-아밀알코올, 이소아밀알코올, 아세톤, 메틸셀로솔브, 에틸셀로솔브, 이소프로필셀로솔브, 부틸셀로솔브, 이소부틸셀로솔브, t-부틸셀로솔브, 메톡시부탄올, 메틸카르비톨, 부틸카르비톨, 프로필렌글리콜모노메틸에테르, 디프로필렌글리콜모노메틸에테르, 프로필렌글리콜모노n-프로필에테르, 프로필렌글리콜n-부틸에테르 등을 들 수 있다.

[0061] 본 발명에 있어서는, 금속 아민염의 알루미늄 입자에 대한 함유량은, 알루미늄 입자 100 질량부에 대해, 0.5 ~ 20 질량부의 범위 내, 특히 1 ~ 10 질량부의 범위 내인 것이 바람직하다. 그 함유량이 0.5 질량부 이상인 경우, 본 발명의 알루미늄 안료가 특히 수성 도료에 배합되는 경우에, 그 수성 도료의 저장 중에 물과 알루미늄이 반응하여 수소 가스를 발생시키기 쉬워진다는 문제가 잘 발생하지 않고, 그 함유량이 20 질량부 이하인 경우, 금속 아민염이 그 수성 도료 중에 용출됨으로써 시간 경과적 안정성이 저하된다는 문제가 잘 발생하지 않는다.

[0062] (금속 원소 M 의 함유량)

[0063] 본 발명의 알루미늄 안료에 있어서, 금속 아민염 피막 중의 금속 아민염을 구성하는 금속 원소 M 의 함유량은,

알루미늄 입자 100 질량부에 대해, 0.02 ~ 10 질량부의 범위 내인 것이 바람직하고, 특히 0.1 ~ 5 질량부의 범위 내인 것이 바람직하다. 금속 원소 M 의 그 함유량이 0.02 질량부 이상인 경우에는, 화학적 안정성이 특히 양호하고, 예를 들어 알루미늄 안료가 수성 도료에 배합된 경우에 그 수성 도료 중에서 물과 알루미늄이 반응하여 수소 가스가 발생되거나, 알루미늄 안료가 응집되는 문제가 잘 발생하지 않는다. 금속 원소 M 의 그 함유량이 10 질량부 이하인 경우에는, 금속 아민염이 그 수성 도료 중에 용출되는 것에 의한 알루미늄 안료의 응집이 방지되고, 도막에 특히 양호한 의장성 및 은폐성을 부여하는 알루미늄 안료를 얻을 수 있다.

[0064] 또한 금속 원소 M 의 그 함유량은, 금속 아민염 피막을 형성하기 전의 알루미늄 입자의 수면 확산 면적에 따라 변경하는 것이 바람직하다. 구체적으로는, 그 함유량은, 알루미늄 입자 100 질량부에 대해, 0.02 ~ 10 질량부의 범위 내에서, 또한, 이하의 식을 만족시키는 것이 바람직하다.

[0065] 
$$0.05 \times S \leq m \leq 2 \times S$$

[0066] 단, m : 알루미늄 입자 100 질량부에 대한 금속 원소 M 의 함유량 (질량부), S : 알루미늄 입자의 수면 확산 면적 ( $m^2/g$ ) 이다.

[0067] 또한, 상기의 금속 원소 M 의 함유량 m 은 (주) 시마즈 제작소 제조, ICP S-8000 을 사용하여, 알칼리 용해 추출법에 의해 추출된 액에 대해, 금속 원소 M 을 함유하는 표준액을 사용한 검량선을 사용하여, 플라즈마 발광 분석에 의해 정량할 수 있다. 알루미늄 입자의 수면 확산 면적은 JIS K 5906 의 8.6 항에 의해 측정된다.

[0068] (아민 함유량)

[0069] 본 발명의 알루미늄 안료에 있어서, 금속 아민염 피막 중의 금속 아민염을 구성하는 아민의 함유량은, 알루미늄 입자 100 질량부에 대해, 0.01 ~ 100 질량부의 범위 내인 것이 바람직하고, 특히 0.1 ~ 40 질량부의 범위 내인 것이 바람직하다. 아민의 그 함유량이 0.01 질량부 이상인 경우에는, 화학적 안정성이 특히 양호하고, 수성 도료 중에서 물과 알루미늄이 반응하여 수소 가스가 발생되거나, 알루미늄 안료가 응집되는 문제가 잘 발생하지 않는다. 아민의 그 함유량이 100 질량부 이하인 경우에는, 금속 아민염이 수성 도료 중에 용출되는 것에 의한 알루미늄 안료의 응집이 방지되고, 도막에 양호한 의장성 및 은폐성을 부여하는 알루미늄 안료를 얻을 수 있다.

[0070] 또, 본 발명의 알루미늄 안료는, 알루미늄 입자 100 질량부에 대해, 질소 원소를 0.0045 ~ 45 질량부의 범위 내에서 함유하는 것이 바람직하다. 본 발명에 있어서는, 알루미늄 입자 제조시에 부착된 분쇄 보조제 등이 알루미늄 안료 중에 잔존하는 경우가 있지만, 알루미늄 안료 중의 질소 원소의 적어도 대부분은 금속 아민염에서 유래한다. 알루미늄 입자 100 질량부에 대한 질소 원소의 함유량이 0.0045 질량부 이상인 경우, 금속 아민염 피막의 형성에 의한 화학적 안정성의 향상 효과가 특히 양호하고, 수성 도료 중에서 물과 알루미늄이 반응하여 수소 가스가 발생되거나, 알루미늄 안료가 응집되는 문제가 잘 발생하지 않는다. 한편, 그 함유량이 45 질량부 이하인 경우, 금속 아민염이 수성 도료 중에 용출되는 것에 의한 알루미늄 안료의 응집이 방지되고, 도막에 양호한 의장성 및 은폐성을 부여하는 알루미늄 안료를 얻을 수 있다.

[0071] 또한 금속 아민염 중의 아민의 함유량은, 알루미늄 입자 표면에 형성된 금속 아민염 피막 중의 금속 원소 M 의 함유량에 따라 증감시키는 것이 바람직하다. 구체적으로는, 금속 원소 M 의 함유량이, 알루미늄 입자 100 질량부에 대해, 0.02 ~ 10 질량부의 범위 내에서, 또한, 이하의 식을 만족시키는 것이 바람직하다.

[0072] 
$$1 \times m \leq A \leq 5 \times m$$

[0073] 단, A : 알루미늄 입자 100 질량부에 대한 아민의 함유량 (질량부), m : 알루미늄 입자 100 질량부에 대한 금속 원소 M 의 함유량 (질량부) 이다.

[0074] 또한, 상기 아민의 함유량 A 는, 미량 전 (全) 질소 분석 장치 (예를 들어, TN-110 형 미즈비시 화학 주식회사 제조) 를 사용하고, NO 가스의 산화 분해에 의한 화학 발광에 의해 측정되는 질소 원소의 양과, IR (적외 분광) 분석을 사용하여 동정되는 아민의 분자 구조에서 산출된다.

[0075] 본 발명에 있어서는, 알루미늄 입자 100 질량부에 대해, 금속 아민염을 구성하는 금속 원소 M 의 함유량이 0.02 ~ 10 질량부의 범위 내이고, 또한, 금속 아민염을 구성하는 아민의 함유량이 0.01 ~ 100 질량부의 범위 내인 것이 특히 바람직하다.

- [0076] <유기 인 화합물을 함유하는 흡착층>
- [0077] 본 발명에 있어서는, 상기 서술한 금속 아민염 피막 상에, 유기 인 화합물을 함유하는 흡착층을 추가로 형성해도 된다. 그 흡착층은, 알루미늄 입자의 표면에 금속 아민염 피막을 형성함으로써 얻어지는 화학 안정성 향상 효과와 응집 방지 효과를 더욱 높임과 함께, 도료 중에서의 알루미늄 안료의 분산성, 및 도막의 색조, 내알칼리성, 밀착성을 개선할 수도 있다. 또, 유기 인 화합물은 인산 이온을 거의 함유하지 않기 때문에, 유기 인 화합물을 함유하는 흡착층은 도막 물성에 악영향을 미치지 않는 점에서도 바람직하다.
- [0078] (유기 인 화합물)
- [0079] 유기 인 화합물을 함유하는 흡착층을 형성하는 데 바람직한 유기 인 화합물의 예로는, 산성 인산에스테르, 폴리옥시에틸렌알킬페놀인산, 에폭시 화합물 또는 아크릴 화합물과 인산의 반응에 의한 인산 에스테르, 아크릴계 또는 메타크릴계의 인산 에스테르 등을 들 수 있다.
- [0080] 특히 바람직한 화합물로는, 탄소수 4 ~ 18 의 지방족 1 가 알코올 혹은 지방족 다가 알코올에서 유도되는 산성 인산 에스테르이고, 하기와 같은 구조를 갖는 것의 혼합물,
- [0081] 지방족 알코올의 정 (正) 인산 모노에스테르 :  $R-O-PO(OH)_2$
- [0082] 지방족 알코올의 정인산 디에스테르 :  $(R-O)_2PO(OH)$
- [0083] 를 들 수 있다.
- [0084] 보다 구체적인 바람직한 화합물로는, 스테아릴아시드포스페이트, 미리스틸아시드포스페이트, 팔미틸아시드포스페이트, 라우릴아시드포스페이트, 폴리옥시에틸렌알킬페닐에테르아시드포스페이트, n-데실아시드포스페이트, 2-에틸헥실아시드포스페이트, 올레일아시드포스페이트, 헥실아시드포스페이트, 부틸아시드포스페이트, 에틸렌글리콜아시드포스페이트, 모노(2-아크릴로일옥시에틸)아시드포스페이트, 모노(2-메타크릴로일옥시에틸)아시드포스페이트, 2-아크릴로일옥시에틸아시드포스페이트, 2-메타크릴로일옥시에틸아시드포스페이트, (2-히드록시에틸)메타크릴레이트아시드포스페이트 등을 들 수 있다.
- [0085] 또, 유기 인 화합물은 중합체여도 되고, 특히 평균 분자량 400 ~ 10,000 의 범위 내인 것이 바람직하다. 그 평균 분자량이 400 이상인 경우, 본 발명의 금속 아민염을 함유하는 알루미늄 입자와 도료 수지를 배합한 코팅 조성물을 사용하여 도막을 형성할 때에, 금속 아민염을 함유하는 알루미늄 입자와 도료 수지의 밀착성이 향상되고, 도막 물성이 양호해지는 이점이 얻어지고, 10,000 이하인 경우, 금속 아민염을 함유하는 알루미늄 입자의 저장 안정성을 저하시키지 않는 점에서 바람직하다.
- [0086] (유기 인 화합물의 함유량)
- [0087] 알루미늄 안료 중의 유기 인 화합물의 함유량은, 알루미늄 입자 100 질량부에 대해, 0.05 ~ 10 질량부의 범위 내, 특히 0.1 ~ 5 질량부의 범위 내인 것이 바람직하다. 유기 인 화합물의 그 함유량이 0.05 질량부 이상인 경우, 유기 인 화합물의 첨가 효과가 양호하고, 10 질량부 이하인 경우, 밀착성, 내후성, 내습성 등의 도막 물성에 악영향을 미치기 어렵다.
- [0088] 유기 인 화합물의 함유량은, 알루미늄 입자의 수면 확산 면적에 따라 변경하는 것이 바람직하다. 구체적으로는, 그 함유량은, 알루미늄 입자 100 질량부에 대해, 0.05 ~ 10 질량부의 범위 내이며, 또한, 이하의 식을 만족시키는 것이 바람직하다 ;
- [0089]  $0.1 \times S \leq P \leq 2 \times S$
- [0090] 단, P : 알루미늄 입자 100 질량부에 대한 유기 인 화합물의 함유량 (질량부), S : 알루미늄 입자의 수면 확산 면적 ( $m^2/g$ ) 이다.
- [0091] <그 밖의 층>
- [0092] 본 발명에 있어서, 금속 아민염 피막의 외측에는, 상기의 유기 인 화합물을 함유하는 흡착층을 개재하거나 또는 상기 흡착층 대신에 수지 피막을 코팅해도 된다. 수지 피막으로는, 예를 들어, 카르복실기 및/또는 인산기를 갖는 반응성 모노머, 3 관능 이상의 다관능성 아크릴에스테르 모노머, 벤젠 핵을 갖는 중합성 모노머의 적어도 어느 하나를 함유하는 1 종 또는 2 종 이상의 모노머로 합성된 단독 중합체 또는 공중합체를 예시할 수 있다. 수지 피막을 형성하는 경우, 본 발명의 금속 아민염을 함유하는 알루미늄 입자와 도료 수지를 배합한

코팅 조성물을 사용하여 도막을 형성할 때에, 금속 아민염을 함유하는 알루미늄 입자와 도료 수지의 밀착성이 향상되고, 도막 물성이 양호해진다는 효과가 부여된다. 또, 그 피복 수지층의 형성에 의해 도막의 내약품성이 향상된다는 효과도 부여된다.

[0093] 그 외, 본 발명의 효과를 저해하지 않는 범위에서, 금속 아민염 피막보다 내측 및/또는 외측에, 예를 들어, 규소 및/또는 티탄을 함유하는 커플링제 등의 층을 1 층 또는 2 층 이상 추가로 형성해도 된다.

[0094] [본 발명의 알루미늄 안료의 제조 방법]

[0095] 본 발명은 또, 상기 서술한 알루미늄 안료를 얻기 위한 제조 방법도 제공한다. 본 발명의 알루미늄 안료의 제조 방법은, 적어도 금속 아민염을 소수성 용매 또는 친수성 용매에 용해시켜 이루어지는 금속 아민염 용액을 조제하는 금속 아민염 용액 조제 공정과, 적어도 알루미늄 입자와 그 금속 아민염 용액을 혼합함으로써, 금속 아민염을 함유하는 피막을 알루미늄 입자의 표면에 형성하는 피막 형성 공정을 포함하는 방법에 의해, 알루미늄 안료를 제조할 수 있다.

[0096] 예를 들어 과산화 폴리몰리브덴산을 사용하는 알루미늄 페이스트 처리에 의해 알루미늄 안료를 제조하는 방법 등에서는, 격렬한 화학 반응을 거치기 때문에 공정을 제어하기 어려운 등의 문제점이 있다. 한편, 본 발명의 제조 방법에서는, 금속 아민염을 용액 상태에서 알루미늄 입자와 혼합함으로써 금속 아민염 피막을 형성할 수 있기 때문에, 격렬한 화학 반응이나 번잡한 조작을 거치지 않고 내수성이 우수한 피막을 형성할 수 있다. 즉 본 발명의 제조 방법에 의하면, 간편한 공정으로 화학적 안정성이 우수한 알루미늄 안료를 제조할 수 있다.

[0097] 또 본 발명의 제조 방법은, 예를 들어 번잡한 화학 반응을 거쳐 피막을 형성하는 경우와 비교하여, 내수성의 피막을 균일하며 또한 충분한 두께로 형성할 수 있는 점에서도 유리하다.

[0098] <금속 아민염 용액 조제 공정>

[0099] 금속 아민염 용액 조제 공정에서는, 적어도 금속 아민염을 소수성 용매 또는 친수성 용매에 용해시켜 이루어지는 금속 아민염 용액을 조제한다. 소수성 용매로는, 미네랄 스피릿, 석유 벤진, 솔벤트 나프타, 이소파라핀, 노르말파라핀, 벤젠, 톨루엔, 자일렌, 시클로헥산, 헥산, 헵탄, 옥탄, 클로르벤젠, 트리클로르벤젠, 퍼클로르에틸렌, 트리클로르에틸렌 등을 바람직하게 사용할 수 있고, 친수성 용매로는, 메틸알코올, 에틸알코올, 이소프로필알코올, n-프로필알코올, t-부틸알코올, n-부틸알코올, 이소부틸알코올, 에틸셀로솔브, 부틸셀로솔브, 프로필렌글리콜모노부틸에테르, 디프로필렌글리콜모노메틸에테르, 프로필렌글리콜모노프로필에테르, 아세톤 등을 바람직하게 사용할 수 있다.

[0100] 금속 아민염 용액에는, 피막 형성 공정에 있어서 공정 내의 용매 등과의 친화성을 개선할 목적에서, 계면 활성제, 특히 비이온성 계면 활성제 등이 추가로 함유되어도 된다.

[0101] <피막 형성 공정>

[0102] 피막 형성 공정에 있어서는, 적어도 알루미늄 입자와 상기의 금속 아민염 용액을 혼합함으로써, 금속 아민염 피막을 알루미늄 입자의 표면에 형성한다. 상기 혼합 방법에는 특별히 한정은 없고, 혼련, 교반 혼합 등을 채용할 수 있다. 예를 들어, 니더 믹서 등을 사용하여 알루미늄 입자를 혼련하면서, 금속 아민염 용액을 첨가하여 혼합하는 방법이 간편하고, 또한 금속 아민염 피막이 효율적으로 형성되기 쉬운 점에서 바람직하다. 그러나, 알루미늄 입자를 소수성 용매 또는 친수성 용매에 분산시킨 슬러리에 대해 금속 아민염 용액을 첨가 또는 적하시켜 교반, 혼합하는 방법, 즉 슬러리 처리를 실시할 수도 있다.

[0103] 알루미늄 입자에 대한 금속 아민염 용액의 첨가는, 한 번에 전체량 실시해도 되고 분할하면서 혹은 순서대로 연속하여 실시해도 된다. 한 번에 전체량 첨가하는 경우에는, 첨가 후, 알루미늄 입자와 금속 아민염 용액을 함유하는 슬러리의 온도를 일정하게 유지하면서 30 분 이상 교반 유지하는 것이 바람직하고, 순서대로 첨가하는 경우에는, 30 ~ 120 분에 걸쳐 금속 아민염 용액의 첨가를 실시하는 것이, 알루미늄 입자 표면에 대해 금속 아민염을 선택적으로 반응시키는 데 있어서 바람직하다. 또한 혼합시에는, 필요에 따라 온도·압력·습도 등의 조건을 조정함으로써 반응을 제어하는 것이 바람직하다. 단, 금속 아민염의 첨가 방법은 특별히 이들 방법에 한정되는 것은 아니다.

[0104] 피막 형성 공정에 있어서, 알루미늄 입자는, 그 알루미늄 입자와 유기 용제를 함유하는 알루미늄 입자 조성물의 양태로 공급되는 것이 바람직하고, 알루미늄 입자 조성물의 전형 예로는 알루미늄 페이스트를 예시할 수 있다. 알루미늄 페이스트란, 전형적으로는 플레이크상의 알루미늄 100 질량부에 대해, 미네랄 스피릿 등의 유기 용

제가 10 ~ 100 질량부 배합된 페이스트상 조성물이고, 알루미늄 입자의 표면에는 올레인산이나 스테아르산 등의 지방산이 흡착되어 있다.

[0105] 본 발명의 알루미늄 안료를 제조할 때에는, 알루미늄 입자의 표면에 상기의 지방산 등이 부착되어 있어도 되지만, 금속 아민염 피막을 보다 확실하게 알루미늄 입자의 표면에 형성할 수 있는 점에서, 알루미늄 입자 표면의 지방산은 미리 미네랄 스피릿 등의 유기 용제를 사용한 세정 조작 등에 의해 가능한 한 제거해 두는 것이 바람직하다.

[0106] 알루미늄 페이스트는, 불휘발분 (알루미늄 입자) : 50 ~ 80 질량%, 평균 입경 : 3 ~ 100  $\mu\text{m}$  , 두께 : 0.02 ~ 5  $\mu\text{m}$  정도인 것을 바람직하게 사용할 수 있다.

[0107] <흡착층 형성 공정>

[0108] 본 발명의 알루미늄 안료의 제조 방법은, 피막 형성 공정 후, 유기 인 화합물을 함유하는 흡착층을 금속 아민염 피막 상에 형성하는 흡착층 형성 공정을 추가로 포함해도 된다. 그 흡착층을 형성함으로써, 도료 중에서의 알루미늄 안료의 분산성, 및 도막의 색조, 내알칼리성, 밀착성을 개선할 수 있다. 바람직한 유기 인 화합물로는 전술한 유기인 화합물을 예시할 수 있다.

[0109] <그 밖의 공정>

[0110] 본 발명에 있어서, 상기 흡착층을 개재하여 또는 상기 흡착층 대신에 수지 피막을 형성하는 경우에는, 수지 피막 형성 공정을 추가로 형성할 수 있다. 수지 피막은, 예를 들어, 금속 아민염을 함유하는 알루미늄 입자를 고액 분리하고, 필요에 따라 비극성 용매로 세정·여과한 후, 비극성 용매에 분산시켜, 중합성 모노머와 중합 개시제를 첨가하고, 교반하면서 가열하여 모노머를 중합시켜, 금속 아민염을 함유하는 알루미늄 입자의 표면에 수지층을 석출시키는 방법 등에 의해 형성할 수 있다.

[0111] 또, 도료 중에서의 알루미늄 안료의 분산성이나 도료 수지의 친화성을 향상시킬 목적, 또는 내식성을 더욱 향상시킬 목적에서, 본 발명의 알루미늄 안료의 표면에 계면 활성제, 부식 억제제 등을 부착시켜도 된다. 계면 활성제로는, 폴리옥시에틸렌알킬페놀에테르, 폴리옥시에틸렌알킬아민, 알킬벤젠설포산염 등을 예시할 수 있고, 부식 억제제로는, 다이머산 등을 예시할 수 있다.

[0112] 알루미늄 안료는, 상기 서술한 바와 같은 각 공정을 거쳐 제조된 후, 예를 들어 페이스트상물로서 회수될 수 있다.

[0113] [도료 및 잉크]

[0114] 본 발명은 또, 상기 서술한 알루미늄 안료를 배합하여 이루어지는 수성 금속 도료 조성물도 제공한다. 본 발명의 알루미늄 안료는, 도료나 잉크 등에 배합된 수지 조성물로서 사용할 수 있다. 여기에서 말하는 수지 조성물에는, 예를 들어 도료 및 그 도료에서 얻어지는 도막, 혹은 잉크 및 그 잉크를 사용한 인쇄물 등이 포함된다. 도료 및 잉크는, 유기 용제형, 수성 중 어느 것에도 사용할 수 있지만, 본 발명의 알루미늄 안료는, 금속 아민염 피막이 형성되어 있음으로써, 수성 도료나 수성 잉크에 함유되는 수지 등의 성분과 반응하지 않기 때문에, 저장 중에 수소 가스가 발생되거나 알루미늄 안료가 응집되거나 하는 것이 방지된다. 화학 안정성의 향상 효과 및 응집 방지 효과가 보다 현저하게 얻어짐으로써 양호한 저장 안정성이 부여되는 점에서, 본 발명의 알루미늄 안료는 수성 금속 도료 조성물 혹은 수성 금속 잉크 조성물에 배합되는 것이 바람직하다.

[0115] 또, 본 발명의 알루미늄 안료가 배합된 도료 및 잉크에서 각각 얻어지는 도막 및 인쇄물은, 상기 서술한 화학적 안정성에 의해 우수한 내습성을 갖는다.

[0116] 수지 조성물에 사용되는 경우의 알루미늄 안료의 배합량에 대해서는, 수지 조성물 중의 알루미늄 안료의 함유량이 0.1 ~ 30 질량% 의 범위 내로 하는 것이 바람직하다. 알루미늄 안료의 그 함유량이 0.1 질량% 이상인 경우에는, 장식 (특히 금속감) 효과가 양호하고, 30 질량% 이하인 경우에는, 수지 조성물의 물성 (특히 내후성, 내식성, 기계 강도 등) 을 양호하게 유지할 수 있다. 수지 조성물 중의 알루미늄 안료의 함유량은, 1 ~ 20 질량% 의 범위 내인 것이 더욱 바람직하다.

[0117] 도료 및 잉크는, 전형적으로는 하기의 성분으로 구성될 수 있다.

[0118] 1) 수지 : 예를 들어, 아크릴 수지, 알키드 수지, 폴리에스테르 수지, 폴리우레탄 수지, 폴리아세트산 비닐 수지, 니트로셀룰로오스 수지, 불소 수지 등에서 선택되는 1 종 이상을 바람직하게 사용할 수 있다.

- [0119] 2) 안료 : 본 발명의 알루미늄 안료 외에, 착색 안료 혹은 체질 안료 혹은 염료를 병용해도 된다. 예를 들어, 프탈로시아닌, 퀴나크리돈, 이소인돌리논, 페틸렌, 아조레이크, 산화철, 황연, 카본 블랙, 산화티탄, 펄 마 이카 등을 바람직하게 사용할 수 있다.
- [0120] 3) 첨가제 : 물, 유기 용제, 계면 활성제, 경화제, 자외선 흡수제, 정전기 제거제, 증점제 등을 예시할 수 있다.
- [0121] 본 발명의 알루미늄 안료를 배합한 도료로서의 수지 조성물을 사용하여 형성되는 도막은, 전착 도장 등에 의한 하도층이나 중도층 상에 형성되어 있어도 된다. 또, 그 도막 상에는, 탑 코트층이 추가로 형성되어 있어도 된다.
- [0122] <실시예>
- [0123] 이하, 실시예를 들어 본 발명을 보다 상세하게 설명하지만, 본 발명은 이들에 한정되는 것은 아니다.
- [0124] (실시예 1)
- [0125] 시판되는 알루미늄 플레이크 입자 페이스트 (토요 알루미늄 (주) 7640NS-불휘발분 65 질량%, 평균 입경 17  $\mu\text{m}$ , 수면 확산 면적 1.5  $\text{m}^2/\text{g}$ , 이하 7640NS 케이크로 약칭) 1 kg 에, 몰리브덴산알킬아민염 ((주) ADEKA 제조의 상품명 SAKURA-LUBE S-710 (몰리브덴산디이소트리데실아민 : 탄소수 26) 용액 20 g 을 미네랄 스피릿 100 g 에 용해시킨 것을 첨가하고, 실온 (25  $^{\circ}\text{C}$ ) 에서 10 분간 혼련함으로써, 알루미늄 입자의 표면에 금속 아민염 피막을 형성하였다. 이상의 방법으로, 페이스트상의 알루미늄 안료를 얻었다.
- [0126] 이 페이스트상 알루미늄 안료를 아세톤으로 세정한 후, 건조시켜, 분말화한 시료의 Mo (몰리브덴) 함유량과 N (질소) 함유량을 각각 플라즈마 발광 분석과 미량 전질소 분석 장치에 의해 정량한 결과, 알루미늄 100 질량부에 대해, Mo 는 0.29 질량부, N 은 0.0423 질량부 (423 ppm) 였다.
- [0127] (실시예 2)
- [0128] 실시예 1 에서 사용한 7640NS 케이크 1 kg 에, 몰리브덴산알킬아민염 ((주) ADEKA 제조의 상품명 SAKURA-LUBE S-710) 용액 10 g 을 미네랄 스피릿 100 g 에 용해시킨 것을 첨가하고, 실온 (25  $^{\circ}\text{C}$ ) 에서 10 분간 혼련하여, 알루미늄 입자의 표면에 금속 아민염 피막을 형성하였다. 이것에, 옥틸에시드포스페이트 (조호쿠 화학 (주) 제조의 상품명 JP508) 10 g 을 디프로필렌글리콜모노메틸에테르 20 g 에 용해시킨 용액을 첨가하고, 추가로 실온에서 10 분 혼합함으로써, 유기 인 화합물을 함유하는 흡착층을 형성하였다. 이상의 방법으로, 페이스트상의 알루미늄 안료를 얻었다.
- [0129] 이 페이스트상 알루미늄 안료를 아세톤으로 세정한 후, 건조시켜 분말화한 시료의 Mo (몰리브덴) 함유량 및 P (인) 함유량을 플라즈마 발광 분석으로, 그 시료의 N (질소) 함유량을 미량 전질소 분석 장치로 각각 정량한 결과, 알루미늄 100 질량부에 대해, Mo 는 0.12 질량부, P 는 0.08 질량부, N 은 0.0175 질량부 (175 ppm) 였다.
- [0130] (실시예 3)
- [0131] 실시예 1 에서 사용한 7640NS 케이크 1 kg 에, 몰리브덴산알킬아민염 ((주) ADEKA 제조의 상품명 SAKURA-LUBE S-710) 용액 10 g 을 이소프로필알코올 100 g 에 용해시킨 것을 첨가하고, 실온 (25  $^{\circ}\text{C}$ ) 에서 10 분간 혼련하여, 알루미늄 입자의 표면에 금속 아민염 피막을 형성하였다. 이것에, 2081PO (2081PO 는, 특허 문헌 6 (국제 공개 제2002/031061호 팜플렛) 의 명세서 제 13 ~ 14 페이지에 기재된 화합물로, 지환식 에폭시 화합물 (다이셀 화학 공업 (주) 제조의 상품명 「셀록사이드 2081」) 과 인산 화합물의 부가물이다) 10 g 을 이소프로필알코올 20 g 에 용해시킨 용액을 첨가하고, 추가로 실온에서 10 분 혼합함으로써, 유기 인 화합물을 함유하는 흡착층을 형성하였다. 이상의 방법으로, 페이스트상의 알루미늄 안료를 얻었다.
- [0132] 이 페이스트상 알루미늄 안료를 아세톤으로 세정한 후, 건조시켜 분말화한 시료의 Mo (몰리브덴) 함유량 및 P (인) 함유량을 플라즈마 발광 분석으로, 그 시료의 N (질소) 함유량을 미량 전질소 분석 장치로 각각 정량한 결과, 알루미늄 100 질량부에 대해, Mo 는 0.14 질량부, P 는 0.04 질량부, N 은 0.0204 질량부 (204 ppm) 였다.
- [0133] (실시예 4)
- [0134] 실시예 1 에서 사용한 7640NS 케이크 1 kg 에, 몰리브덴산알킬아민염 ((주) ADEKA 제조의 상품명 SAKURA-LUBE

S-710) 용액 10 g 을 미네랄 스피릿 100 g 에 용해시킨 것을 첨가하고, 실온 (25 ℃) 에서 10 분간 혼련하여, 알루미늄 입자의 표면에 금속 아민염 피막을 형성하였다. 이것에, 네오펜틸글리콜디글리시딜디에테르와 인 화합물의 부가물 (다이셀 화학 공업 (주) 제조의 상품명 NPG-PO) 10 g 을 이소프로필알코올 20 g 에 용해시킨 용액을 첨가하고, 추가로 실온에서 10 분 혼합함으로써, 유기 인 화합물을 함유하는 흡착층을 형성하였다. 이상의 방법으로, 페이스트상의 알루미늄 안료를 얻었다.

[0135] 이 페이스트상 알루미늄 안료를 아세톤으로 세정한 후, 건조시켜 분말화한 시료의 Mo (몰리브덴) 함유량 및 P (인) 함유량을 플라즈마 발광 분석으로, 그 시료의 N (질소) 함유량을 미량 전질소 분석 장치로 각각 정량한 결과, 알루미늄 100 질량부에 대해, Mo 는 0.15 질량부, P 는 0.03 질량부, N 은 0.0218 질량부 (218 ppm) 였다.

[0136] (실시예 5)

[0137] 실시예 1 에서 사용한 7640NS 케이크 500 g 을 미네랄 스피릿 2000 ml 에 분산시킨 슬러리를 교반하면서, 몰리브덴산알킬아민염 ((주) ADEKA 제조의 상품명 SAKURA-LUBE S-710) 용액 10 g 을 미네랄 스피릿 100 g 에 용해시킨 용액을 서서히 첨가하여 슬러리 온도를 50 ℃ 로 유지하면서 1 시간 반응시켜, 알루미늄 입자의 표면에 금속 아민염 피막을 형성하였다. 그 후, 슬러리를 고액 분리하고, 고형분 60 질량% 페이스트상의 알루미늄 안료를 얻었다.

[0138] 이 페이스트상 알루미늄 안료를 아세톤으로 세정한 후, 건조시켜 분말화한 시료의 Mo (몰리브덴) 함유량과 N (질소) 함유량을 각각 플라즈마 발광 분석과 미량 전질소 분석 장치에 의해 정량한 결과, 알루미늄 100 질량부에 대해, Mo 는 0.22 질량부, N 은 0.0321 질량부 (321 ppm) 였다.

[0139] (실시예 6)

[0140] 시판되는 알루미늄 플레이트 입자의 페이스트 (토요 알루미늄 (주) 5640NS-불휘발분 70 질량%, 평균 입경 13  $\mu$ m, 수면 확산 면적 1.6 m<sup>2</sup>/g) 1 kg 에, 몰리브덴산알킬아민염 ((주) ADEKA 제조의 상품명 SAKURA-LUBE S-710) 용액 20 g 을 미네랄 스피릿 100 g 에 용해시킨 것을 첨가하고, 실온 (25 ℃) 에서 10 분간 혼련함으로써, 알루미늄 입자의 표면에 금속 아민염 피막을 형성하였다. 이상의 방법으로 페이스트상의 알루미늄 안료를 얻었다.

[0141] 이 페이스트상 알루미늄 안료를 아세톤으로 세정한 후, 건조시켜 분말화한 시료의 Mo (몰리브덴) 함유량과 N (질소) 함유량을 각각 플라즈마 발광 분석과 미량 전질소 분석 장치에 의해 정량한 결과, 알루미늄 100 질량부에 대해, Mo 는 0.27 질량부, N 은 0.0394 질량부 (394 ppm) 였다.

[0142] (비교예 1)

[0143] 실시예 1 에서 사용한 7640NS 케이크 1 kg 에, 2-디메틸아미노에탄올 20 g 과, 과산화수소 30 질량% 를 함유하는 과산화수소수 100 g 에 금속 몰리브덴 분말 8 g 을 조금씩 첨가하고 반응시켜 얻어진 용액을 이소프로필알코올 175 g 에 용해시킨 것을 첨가하고, 60 ℃ 에서 1 시간 혼련하여, 알루미늄 입자의 표면에 무기 피막을 형성하였다. 이것에, 디프로필렌글리콜모노메틸에테르 100 g 및 옥틸에시드포스페이트 10 g 을 첨가하고, 추가로 상온에서 30 분 혼합함으로써, 유기 인 화합물을 함유하는 흡착층을 형성하였다. 이상의 방법으로, 페이스트상의 알루미늄 안료를 얻었다.

[0144] 이 페이스트상 알루미늄 안료를 아세톤으로 세정한 후, 건조시켜 분말화한 시료의 Mo (몰리브덴) 함유량 및 P (인) 함유량을 플라즈마 발광 분석으로, 그 시료의 N (질소) 함유량을 미량 전질소 분석 장치로 각각 정량한 결과, 알루미늄 100 질량부에 대해, Mo 는 0.95 질량부, P 는 0.07 질량부, N 은 0.0263 질량부 (263 ppm) 였다.

[0145] (비교예 2)

[0146] 실시예 1 에서 사용한 7640NS 케이크 1 kg 에, 모르폴린 20 g 과, 과산화수소 30 질량% 를 함유하는 과산화수소수 100 g 에 금속 몰리브덴 분말 8 g 을 조금씩 첨가하여 반응시켜 얻어진 용액을 이소프로필알코올 175 g 에 용해시킨 것을 첨가하고, 60 ℃ 에서 1 시간 혼련하여, 알루미늄 입자의 표면에 무기 피막을 형성하였다. 이것에, 디프로필렌글리콜모노메틸에테르 100 g 및 올레일에시드포스페이트 10 g 및 계면 활성제로서 폴리옥시에틸렌노닐페놀에테르 20 g 을 첨가하고, 추가로 상온에서 30 분 혼합함으로써, 유기 인 화합물을 함유하는 흡착층을 형성함과 함께 계면 활성제를 부착시켰다. 이상의 방법으로, 페이스트상의 알루미늄 안료를 얻었다.

- [0147] 이 페이스트상 알루미늄 안료를 아세톤으로 세정한 후, 건조시켜 분말화한 시료의 Mo (몰리브덴) 함유량 및 P (인) 함유량을 플라즈마 발광 분석으로, 그 시료의 N (질소) 함유량을 미량 전질소 분석 장치로 각각 정량한 결과, 알루미늄 100 질량부에 대해, Mo 는 0.96 질량부, P 는 0.03 질량부, N 은 0.0266 질량부 (266 ppm) 였다.
- [0148] (비교예 3)
- [0149] 실시예 1 에서 사용한 7640NS 케이크 1 kg 에, 3-(2-에틸헥실옥시)프로필아민 20 g 과, 과산화수소 30 질량% 를 함유하는 과산화수소수 100 g 에 금속 몰리브덴 분말 8 g 을 조금씩 첨가하여 반응시켜 얻어진 용액을 이소프로필알코올 175 g 에 용해시킨 것을 첨가하고, 60 ℃ 에서 1 시간 혼련하여, 알루미늄 입자의 표면에 부동태 막을 형성하였다. 이것에, 디프로필렌글리콜모노메틸에테르 100 g 및 전술한 2081P0 15g 을 첨가하고 추가로 상온에서 30 분 혼합함으로써, 유기 인 화합물을 함유하는 흡착층을 형성하였다. 이상의 방법에 의해, 페이스트상의 알루미늄 안료를 얻었다.
- [0150] 이 페이스트상 알루미늄 안료를 아세톤으로 세정한 후, 건조시켜 분말화한 시료의 Mo (몰리브덴) 함유량 및 P (인) 함유량을 플라즈마 발광 분석으로, 그 시료의 N (질소) 함유량을 미량 전질소 분석 장치로 각각 정량한 결과, 알루미늄 100 질량부에 대해, Mo 는 0.98 질량부, P 는 0.04 질량부, N 은 0.0271 질량부 (271 ppm) 였다.
- [0151] (비교예 4)
- [0152] 실시예 1 에서 사용한 7640NS 케이크 1 kg 에, 올레일아시드포스페이트 10 g 을 미네랄 스피릿 220 g 에 용해시킨 것을 첨가하고 30 분 혼련함으로써, 알루미늄 입자의 표면에, 유기 인 화합물을 함유하는 흡착층을 형성하였다. 이상의 방법으로, 고형분 65 질량% 페이스트상의 알루미늄 안료를 얻었다.
- [0153] 이 페이스트상 알루미늄 안료를 아세톤으로 세정한 후, 건조시켜 분말화한 시료의 Mo (몰리브덴) 함유량 및 P (인) 함유량을 플라즈마 발광 분석으로 정량한 결과, 알루미늄 100 질량부에 대해 Mo 는 검출되지 않고, P 는 0.04 질량부였다.
- [0154] (비교예 5)
- [0155] 실시예 1 에서 사용한 7640NS 케이크 500 g 을 이소프로필알코올 2000 ml 에 분산시킨 슬러리를 교반하면서, 과산화수소 30 질량% 를 함유하는 과산화수소수 100 g 에 금속 몰리브덴 분말 8 g 을 조금씩 첨가하여 반응시켜 얻어진 용액을 이소프로필알코올 175 g 에 용해시킨 용액을 서서히 첨가하고, 슬러리 온도를 50 ℃ 로 유지하면서 1 시간 반응시켜, 알루미늄 입자의 표면에 무기 피막을 형성하였다. 그 후, 슬러리를 고액 분리하고, 고형분 60 질량% 페이스트상의 알루미늄 안료를 얻었다.
- [0156] 이 페이스트상 알루미늄 안료를 아세톤으로 세정한 후, 건조시켜 분말화한 시료의 Mo (몰리브덴) 함유량을 플라즈마 발광 분석에 의해 정량한 결과, 알루미늄 100 질량부에 대해, Mo 는 0.3 질량부였다.
- [0157] (비교예 6)
- [0158] 실시예 6 에서 사용한 5640NS 케이크 1 kg 에, 2-디메틸아미노에탄올 20 g 과, 과산화수소 30 질량% 를 함유하는 과산화수소수 100 g 에 금속 몰리브덴 분말 8 g 을 조금씩 첨가하여 반응시켜 얻어진 용액을 이소프로필알코올 175 g 에 용해시킨 것을 첨가하고, 60 ℃ 에서 1 시간 혼련하여, 알루미늄 입자 표면에 무기 피막을 형성하였다.
- [0159] 이어서, 디프로필렌글리콜모노메틸에테르 100 g 및 옥틸아시드포스페이트 10 g 을 첨가하고 추가로 상온에서 30 분 혼합함으로써, 유기 인 화합물을 함유하는 흡착층을 형성하였다. 이상의 방법으로, 페이스트상의 알루미늄 안료를 얻었다.
- [0160] 이 페이스트상 알루미늄 안료를 아세톤으로 세정한 후, 건조시켜 분말화한 시료의 Mo (몰리브덴) 함유량 및 P (인) 함유량을 플라즈마 발광 분석으로, 그 시료의 N (질소) 함유량을 미량 전질소 분석 장치로 각각 정량한 결과, 알루미늄 100 질량부에 대해, Mo 는 0.90 질량부, P 는 0.06 질량부, N 은 0.0249 질량부 (249 ppm) 였다.

[0161] 실시예 1 ~ 6 및 비교예 1 ~ 6 에서 제조한 알루미늄 안료의 상기 서술한 분석 결과를 표 1 에 정리한다.

표 1

	유기 인화합물을 함유하는 흡착층	알루미늄 100 질량부에 대한 함유량 (질량부)		
		Mo 함유량	P 함유량	N 함유량
실시예 1	없음	0.29	-	0.0423
실시예 2	있음	0.12	0.08	0.0175
실시예 3	있음	0.14	0.04	0.0204
실시예 4	있음	0.15	0.03	0.0218
실시예 5	없음	0.22	-	0.0321
실시예 6	없음	0.27	-	0.0394
비교예 1	있음	0.95	0.07	0.0263
비교예 2	있음	0.96	0.03	0.0266
비교예 3	있음	0.98	0.04	0.0271
비교예 4	있음	검출되지 않음	0.04	-
비교예 5	없음	0.3	-	-
비교예 6	있음	0.90	0.06	0.0249

[0162]

(실시예 7 ~ 12)

[0163]

실시예 1 ~ 6 에서 얻어진 페이스트상의 알루미늄 안료를 각각 사용하여, 하기의 조성으로 수성 금속 도료를 제조하였다.

[0164]

알루미늄 안료 (고형분으로서) 3.0 g

[0165]

수용성 아크릴 수지 (미츠이 화학 (주) 제조 : 알마텍스 WA911) 28.2 g

[0166]

멜라민 수지 (미츠이 사이테크 (주) 제조 : 사이멜 350) 4.4 g

[0167]

트리에탄올아민 1.1 g

[0168]

탈이온수 적당량

[0169]

(점도 1000 ~ 3000 cP 로 조정)

[0170]

이소프로필알코올 3.0 g

[0171]

투명 산화철 (BASF 사 SICOTRANS RED L2175D) 5.0 g

[0172]

(비교예 7 ~ 12)

[0173]

실시예 1 ~ 6 에서 얻은 알루미늄 안료 대신에 비교예 1 ~ 6 에서 얻은 알루미늄 안료를 각각 사용한 것 외에는 실시예 7 ~ 12 와 동일한 조성, 방법으로 수성 금속 도료를 제조하였다.

[0174]

-테스트 1-

[0175]

실시예 7 ~ 12, 비교예 7 ~ 12 에서 사용한 알루미늄 안료 10 g 을 각각 이소프로필알코올에 분산시켜, 간격 45  $\mu$ m 의 스크린에 의한 습식 체분리법에 의해, 스크린 잔분을 측정하였다.

[0176]

또한, 상기 알루미늄 안료를 각각 50  $^{\circ}$ C 에서 7 일간 보관한 샘플 10 g 에 대해서도 동일한 방법으로 스크린 잔

[0177]

분을 측정하였다.

-테스트 2-

실시에 7 ~ 12, 비교예 7 ~ 12 에서 제조한 수성 금속 도료 80 g 을 채취하고, 이들을 50 ℃ 로 조정한 중탕기 내에서 7 일간 보관한 경우의 누적 수소 가스 발생량을 측정하였다.

테스트 1 및 테스트 2 의 결과를 표 2 에 나타낸다.

표 2

	사용한 알루미늄 안료	테스트 1 스크린 잔분 (질량%)		테스트 2 가스 발생량(ml)
		직후	50℃ 7 일후	
실시에 7	실시에 1	0.00	0.00	0.8
실시에 8	실시에 2	0.00	0.00	0.3
실시에 9	실시에 3	0.02	0.02	0.5
실시에 10	실시에 4	0.02	0.02	0.7
실시에 11	실시에 5	0.00	0.00	3.6
실시에 12	실시에 6	0.00	0.00	1.2
비교예 7	비교예 1	0.05	0.05	0.5
비교예 8	비교예 2	0.05	0.07	0.3
비교예 9	비교예 3	0.05	0.05	0.3
비교예 10	비교예 4	0.00	0.00	7.3
비교예 11	비교예 5	0.00	0.00	2.1
비교예 12	비교예 6	0.05	0.05	0.8

표 2 에 나타내는 바와 같이, 무기 피막과 흡착층을 형성한 비교예 1, 2 및 부동태 막과 흡착층을 형성한 비교예 3 의 알루미늄 안료를 사용한 비교예 7 ~ 9의 수성 금속 도료에 있어서는, 수소 가스의 발생량은 적었지만, 스크린 잔분은 직후 및 50 ℃ 7 일 후의 어느 경우에도 많은 경향이 확인되어, 알루미늄 안료가 응집되었음을 알 수 있었다. 또, 흡착층만 형성한 비교예 4 및 무기 피막만 형성한 비교예 5 의 알루미늄 안료를 사용한 비교예 10, 11 의 수성 금속 도료에 있어서는, 직후 및 50 ℃ 7 일 후의 스크린 잔분이 적어, 알루미늄 안료의 응집은 발생되지 않았지만, 수소 가스의 발생량이 많은 경향이 확인되어, 내수성이 낮은 것을 알 수 있었다.

무기 피막과 흡착층을 형성한 비교예 6 에 있어서는, 수소 가스 발생량은 적은 경향이었지만, 스크린 잔분은, 직후 및 50 ℃ 7 일 후의 어느 경우에도 많은 경향이었다.

반면에, 금속 아민염 피막을 형성한 실시에 1 ~ 6 의 알루미늄 안료를 사용한 실시에 7 ~ 12 의 수성 금속 도료는, 직후 및 50 ℃ 7 일 후의 스크린 잔분이 적고, 가스 발생량도 적은 경향이었다.

또, 금속 아민염 피막에 추가하여, 유기 인 화합물을 함유하는 흡착층을 형성한 알루미늄 안료를 사용한 실시에 8 ~ 10 의 수성 금속 도료에 있어서는, 특히 가스 발생량이 현저하게 적어, 화학적 안정성의 향상 효과가 확인되었다.

이상의 결과로부터, 본 발명에 의하면, 화학적 안정성이 양호하여 잘 응집되지 않는 알루미늄 안료를 얻을 수 있는 것을 알 수 있다.

이번에 개시된 실시형태 및 실시예는 모든 점에서 예시로서 제한적인 것은 아닌 것으로 생각되어야 한다. 본 발명의 범위는 상기한 설명이 아니라 청구의 범위에 의해 나타내어지고, 청구의 범위와 균등한 의미 및 범위 내에서의 모든 변경이 포함되는 것이 의도된다.

### 산업상 이용 가능성

본 발명의 알루미늄 안료는, 도료나 잉크 등, 특히 수성 금속 도료나 수성 금속 잉크 등에 대해 바람직하게 적용될 수 있다.