



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2020-0063258
(43) 공개일자 2020년06월04일

- (51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C09C 1/64 (2006.01) C09C 3/04 (2006.01)
C09D 11/037 (2014.01) C09D 11/322 (2014.01)
C09D 7/61 (2018.01)
- (52) CPC특허분류
C09C 1/64 (2013.01)
C09C 3/041 (2013.01)
- (21) 출원번호 10-2020-7014904(분할)
- (22) 출원일자(국제) 2016년08월10일
심사청구일자 2020년05월25일
- (62) 원출원 특허 10-2018-7001795
원출원일자(국제) 2016년08월10일
심사청구일자 2018년01월19일
- (85) 번역문제출일자 2020년05월25일
- (86) 국제출원번호 PCT/JP2016/073660
- (87) 국제공개번호 WO 2017/030077
국제공개일자 2017년02월23일
- (30) 우선권주장
JP-P-2015-160205 2015년08월14일 일본(JP)

- (71) 출원인
아사히 가세이 가부시키가이샤
일본국 도쿄도 치요다쿠 유라쿠초 1초메 1방 2고
- (72) 발명자
세키구치, 히로유키
일본 1000006 도쿄도 치요다쿠 유라쿠초 1초메 1방 2고 아사히 가세이 가부시키가이샤 내
스기모토, 아츠토시
일본 1000006 도쿄도 치요다쿠 유라쿠초 1초메 1방 2고 아사히 가세이 가부시키가이샤 내
- (74) 대리인
장수길, 신수범, 이석재

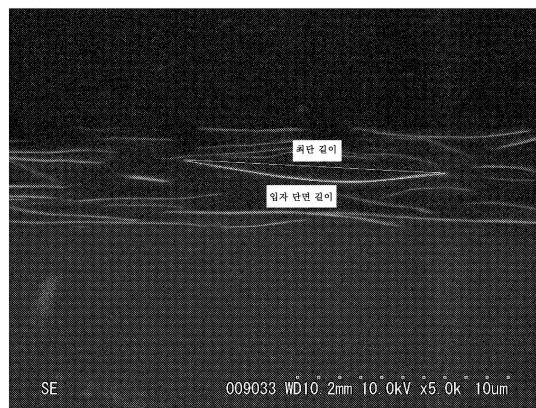
전체 청구항 수 : 총 1 항

(54) 발명의 명칭 알루미늄 안료, 알루미늄 안료의 제조 방법, 알루미늄 안료를 포함하는 도료 조성물, 도막, 당해 도막을 갖는 물품, 잉크 조성물 및 인쇄물

(57) 요약

입자의 평면성(최단 길이/입자 단면 길이)이 0.95 내지 1.00인 평면 입자를 60% 내지 100%의 개수 비율로 함유하고, 또한 입자의 평균 입자 직경 d50이 4 μ m 내지 15 μ m인, 알루미늄 안료.

대표도 - 도1



(52) CPC특허분류

C09D 11/037 (2013.01)

C09D 11/322 (2013.01)

C09D 7/61 (2018.01)

명세서

청구범위

청구항 1

입자의 평면성(최단 길이/입자 단면 길이)이 0.95 내지 1.00인 평면 입자를 60% 내지 100%의 개수 비율로 함유하고,

또한, 입자의 평균 입자 직경 d50이 4 μ m 내지 15 μ m인, 알루미늄 안료의 용도.

발명의 설명

기술분야

[0001] 본 발명은 알루미늄 안료 및 그 제조 방법, 알루미늄 안료를 포함하는 도료 조성물, 도막, 당해 도막을 갖는 물품, 잉크 조성물 및 인쇄물에 관한 것이다.

배경기술

[0002] 종래부터, 알루미늄 안료는 다른 안료에 없는 독특한 메탈릭감과, 하지에 대한 우수한 은폐력을 겸비하는 안료로서, 각종 분야에 있어서 다용되고 있다.

[0003] 근년, 자동차 바디 도장이나 자동차 내장용 부품 도장, 광학 기기용 메탈릭 도장 등에 있어서, 미러조이고 고급감을 갖는 외관이 중요시되고 있고, 그 제품이 갖는 본래의 기능과 동등 이상의 가치관을 발휘하는 관점에서, 급후, 한층 중요시될 것이 예상된다.

[0004] 상술한 바와 같은 우수한 외관 특성을 실현하는 방법으로서, 알루미늄 안료의 입자의 미립자화를 들 수 있다. 알루미늄 안료의 입자를 미립자화하면, 치밀감의 향상에 효과가 있는 것이 알려져 있다.

[0005] 그러나, 알루미늄 안료의 입자를 미립자화하면, 도막 중의 입자의 배향성이 저하되고, 휘도 저하나 산란광의 발생이 증가한다는 문제를 갖고 있다.

[0006] 이러한 문제를 개선하기 위해, 알루미늄 입자의 박막화라는 방법을 들 수 있다.

[0007] 예를 들어, 특허문헌 1에 있어서는, 원료 알루미늄 분말의 마쇄 시간을 길게 함으로써, 알루미늄 입자를 박막화하고, 금속 광택이 우수하고, 도금조의 외관을 실현할 수 있는 알루미늄 안료가 개시되어 있다.

[0008] 또한, 특허문헌 2, 특허문헌 3에 있어서는, 소정의 박막 알루미늄 안료에 대한 개시가 이루어져 있고, 알루미늄 입자의 두께 분포(상대적 폭 Δh 의 범위)나 에스펙트비를 특정함으로써, 분산성 등의 작업성의 향상을 도모하고 있다.

[0009] 또한, 특허문헌 4에 있어서는, 금속 증착법에 의한 알루미늄 안료의 제조 방법에 대한 개시가 이루어져 있고, 당해 제조 방법에 있어서는, 분쇄기를 사용한 기계 가공에 의한 알루미늄 안료의 제조 방법과는 완전히 다른 방법을 채용하고 있고, 알루미늄 입자 막 두께를 얇고, 또한 단일 두께로 설정하고, 평활성도 매우 우수한 것을 제조하여, 치밀감, 고휘도, 고풍택을 얻는 것을 가능하게 하고 있다.

선행기술문헌

특허문헌

- [0010] (특허문헌 0001) 일본 특허 공개 제2003-82258호 공보
- (특허문헌 0002) 일본 특허 공개 제2014-159583호 공보
- (특허문헌 0003) 국제 공개 제2004/087816호 팸플릿

(특허문헌 0004) 일본 특허 공표 제2002-528639호 공보

발명의 내용

해결하려는 과제

- [0011] 한편, 자동차 바디 도장이나 자동차 내장용 부품 도장, 광학 기기용 메탈릭 도장에 있어서의 의장성의 경향을 보면, 종래부터 수요가 높았던 고휘택이고 또한 고휘도의 금속조의 의장에 더하여, 치밀감이 있고, 또한 정반사 영역에서의 휘도가 극히 높고, 산란광의 발생이 매우 적은 미러조의 메탈릭 의장으로서의 요구가 높아지고 있다.
- [0012] 또한, 그라비아 인쇄, 오프셋 인쇄, 스크린 인쇄 등의 고급 인쇄 잉크 분야에 있어서도, 동등한 미러조의 메탈릭 의장으로서의 요구가 높아지고 있다.
- [0013] 그러나, 상술한 특허문헌 1 내지 3에 기재되어 있는 알루미늄 안료는 알루미늄 입자를 얇게 연장시킨 것으로 함으로써 우수한 금속 광택을 얻는 것이지만, 높은 치밀감과, 정반사 영역에서의 고휘도와, 낮은 산란광의 발생을, 모두 실현시킨다는 관점에 있어서는, 아직 충분한 특성이 얻어지고 있지 않다는 문제를 갖고 있다.
- [0014] 또한, 특허문헌 4에 기재된 알루미늄 안료에 있어서도, 증착법으로 제조함으로써 높은 치밀감과 고휘도를 갖고 있지만, 상기와 마찬가지로, 높은 치밀감과, 정반사 영역에서의 고휘도와, 낮은 산란광의 발생을, 모두 실현시킨다는 관점에 있어서는, 아직 충분한 특성이 얻어지고 있지 않다는 문제를 갖고 있다.
- [0015] 상술한 바와 같이, 종래 제안되어 있는 기술은, 어느 것에 있어서도, 높은 치밀감과 정반사 영역에서의 고휘도와, 적은 산란광의 발생을 모두 실현할 수 있는 알루미늄 안료는 얻어지고 있지 않다는 문제를 갖고 있다.
- [0016] 그래서 본 발명에 있어서는, 상술한 종래 기술의 문제점을 감안하여, 높은 치밀감과 정반사 영역에서의 고휘도와, 적은 산란광의 발생을 모두 만족시킬 수 있는, 광학 특성이 우수한, 미러조의 메탈릭 의장을 실현 가능한 알루미늄 안료를 제공하는 것을 목적으로 한다.

과제의 해결 수단

- [0017] 본 발명자들은 상기 종래 기술의 과제에 대하여 예의 검토한 결과, 알루미늄 안료의 입자의 단면 형상에 착안하여, 도막의 단면에 있는 입자의 단면 형상에 대하여, 입자의 평면성(최단 길이/입자 단면 길이)이 0.95 내지 1.00의 범위인 입자의 비율을 특정한 범위로 하고, 나아가 입자의 평균 입자 직경(d50)을 특정한 범위로 함으로써, 높은 치밀감이 얻어지고, 정반사 영역에서의 휘도가 극히 높고, 산란광의 발생이 적은, 미러조의 메탈릭 의장을 발현할 수 있는, 알루미늄 안료가 얻어지는 것을 발견하고, 본 발명을 완성하는 데 이르렀다.
- [0018] 즉, 본 발명은 이하와 같다.
- [0019] [1]
- [0020] 입자의 평면성(최단 길이/입자 단면 길이)이 0.95 내지 1.00인 평면 입자를 60% 내지 100%의 개수 비율로 함유하고,
- [0021] 또한, 입자의 평균 입자 직경 d50이 4 μ m 내지 15 μ m인, 알루미늄 안료.
- [0022] [2]
- [0023] 상기 평면 입자를 60% 내지 98%의 개수 비율로 함유하는, 상기 [1] 에 기재된 알루미늄 안료.
- [0024] [3]
- [0025] 상기 입자의 평균 두께 t가 0.03 μ m 내지 0.12 μ m인, 상기 [1] 또는 [2] 에 기재된 알루미늄 안료.
- [0026] [4]
- [0027] 상기 입자의 평균 두께 t(μ m)에 대한 평균 입자 직경 d50(μ m)의 비(d50/t)가 90 내지 250인, 상기 [1] 내지 [3] 의 어느 하나에 기재된 알루미늄 안료.
- [0028] [5]
- [0029] 상기 입자의, 표면의 평균 조도 Ra가 2 내지 12nm인, 상기 [1] 내지 [4] 의 어느 하나에 기재된 알루미늄 안

료.

- [0030] [6]
- [0031] 상기 [1] 내지 [5] 의 어느 하나에 기재된 알루미늄 안료의 제조 방법이며,
- [0032] 에토마이즈드 알루미늄분을, 볼 밀을 구비하는 마쇄 장치에 의해 마쇄하는 공정을 갖는, 알루미늄 안료의 제조 방법.
- [0033] [7]
- [0034] 상기 [1] 내지 [5] 의 어느 하나에 기재된 알루미늄 안료를 포함하는 도료 조성물.
- [0035] [8]
- [0036] 상기 [7] 에 기재된 도료 조성물을 함유하는 도막.
- [0037] [9]
- [0038] 상기 [8] 에 기재된 도막을 갖는 물품.
- [0039] [10]
- [0040] 상기 [1] 내지 [5] 의 어느 하나에 기재된 알루미늄 안료를 포함하는 잉크 조성물.
- [0041] [11]
- [0042] 상기 [10] 에 기재된 잉크 조성물을 포함하는 인쇄물.

발명의 효과

- [0043] 본 발명에 따르면, 높은 치밀감이 얻어지고, 정반사 영역에서의 휘도가 극히 높고, 또한 산란광의 발생이 적은, 미러조의 메탈릭 의장을 실현 가능한 알루미늄 안료를 제공할 수 있다.

도면의 간단한 설명

- [0044] 도 1은 알루미늄 안료의 입자의 평면성의 평가 방법을 설명하기 위한, 전계 방출형의 FE-SEM(HITACHI 제/S-4700)을 사용하여 얻어진 알루미늄 안료의 입자 단면의 FE-SEM상의 사진의 일례를 나타낸다.
- 도 2는 [실시예 2] 의 알루미늄 안료의 입자 단면의, 전계 방출형의 FE-SEM(HITACHI 제/S-4700)을 사용하여 얻어진 FE-SEM상의 사진을 나타낸다.
- 도 3은 [비교예 1] 의 알루미늄 안료의 입자 단면의, 전계 방출형의 FE-SEM(HITACHI 제/S-4700)을 사용하여 얻어진 FE-SEM상의 사진을 나타낸다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0045] 이하, 본 발명을 실시하기 위한 형태(이하, 「본 실시 형태」 라고 함)에 대하여 상세하게 설명한다.
- [0046] 이하의 본 실시 형태는 본 발명을 설명하기 위한 예시이며, 본 발명을 이하의 내용에 한정하는 취지는 아니다. 본 발명은 그 요지의 범위 내에서 적절히 변형하여 실시할 수 있다.
- [0047] [알루미늄 안료]
- [0048] 본 실시 형태의 알루미늄 안료는 입자의 평면성(최단 길이/입자 단면 길이)이 0.95 내지 1.00인 평면 입자를, 60% 내지 100%의 개수 비율로 함유하고, 또한 입자의 평균 입자 직경 d50이 4 μ m 내지 15 μ m이다.
- [0049] 본 실시 형태의 알루미늄 안료에 있어서, 입자의 평균 입자 직경 d50, 입자의 평면성(최단 길이/입자 단면 길이), 평균 두께 t(μ m)는 하기와 같이 정의된다.
- [0050] 평균 입자 직경 d50(μ m)은 메디안 직경이고, 당해 평균 입자 직경 d50은 레이저 회절/산란식 입자 직경 분포 측정 장치를 사용하여 측정할 수 있다.
- [0051] 본 실시 형태의 알루미늄 안료의 평균 입자 직경 d50은 4 μ m 내지 15 μ m이다.
- [0052] 본 실시 형태의 알루미늄 안료의 입자의 평균 입자 직경 d50은 상기 수치 범위 내이면 되고, 최종적으로 목적으

로 하는 의장성에 맞추어, 미립자, 소입자를 선택하면 된다.

- [0053] 입자의 평균 입자 직경 d50이 4 μ m 이상인 것에 의해, 본 실시 형태의 알루미늄 안료를 사용한 도막 중에서 입자가 일정 방향으로 배향하여, 광의 산란을 저하시킬 수 있고, 휘도도 더욱 높게 할 수 있어 바람직하다.
- [0054] 또한, 평균 입자 직경이 15 μ m 이하인 것에 의해, 후술하는 입자의 평면성(최단 길이/입자 단면 길이)을 바람직한 범위로 조정하기 쉽고, 치밀감이 있는 메탈릭 도막을 얻을 수 있어 바람직하다.
- [0055] 본 실시 형태의 알루미늄 안료의 입자의 평균 입자 직경은, 바람직하게는 5 μ m 이상 13 μ m 이하이고, 보다 바람직하게는 6 μ m 이상 12 μ m 이하이다.
- [0056] 알루미늄 안료의 평균 입자 직경 d50은 후술하는 알루미늄 안료의 제조 방법에 있어서, 원료 에토마이즈드 알루미늄분을, 볼 밀을 사용하여 마쇄하는 공정에서, 원료 에토마이즈드 알루미늄분의 입자 직경, 마쇄 볼의 1개당의 질량, 마쇄 장치의 회전수를 적절히 조정함으로써 제어할 수 있다.
- [0057] 입자의 평면성(최단 길이/입자 단면 길이)은 본 실시 형태의 알루미늄 안료를 포함하는 도료 조성물에 의해 형성한 도막의 단면의 FE-SEM상을 취득하고, 화상 해석 소프트웨어로 측정함으로써 구할 수 있다.
- [0058] 측정 방법에 대하여 설명한다.
- [0059] 상기 도막의 단면의 FE-SEM상에 있어서, 입자 단면의 양 선단을 직선으로 연결한 측정값을 「최단 길이」라고 한다. 또한, 입자 단면의 양 선단을 입자 단면의 형상을 따라 연결한 선의 측정값을 「입자 단면 길이」라고 한다.
- [0060] 입자 단면 길이에 대한 최단 길이의 비(최단 길이/입자 단면 길이)의 값을 입자의 평면성으로 하여 정의한다.
- [0061] 입자의 평면성은 1.00에 가까울수록 입자의 휨 및 변형이 작은 것을 나타낸다.
- [0062] 상기한 정의에 의해 100개의 입자의 평면성을 구한다.
- [0063] 입자의 평면성의 정도에 대해서는, 구별하는 역치를 0.95로 하고, 0.95 내지 1.00의 범위의 입자를 평면 입자라고 정의하고, 그 비율을 (%:개수 비율)로 하여 구한다.
- [0064] 도막 단면의 제작, FE-SEM상의 취득, 화상 해석은 후술하는 실시예에 기재하는 방법에 의해 실시할 수 있다.
- [0065] 본 실시 형태의 알루미늄 안료는, 상술한 입자의 평면성이 0.95 내지 1.00인 범위의 평면 입자를 개수 비율로 60% 내지 100% 포함한다.
- [0066] 평면 입자의 비율이 60% 이상인 것에 의해, 정반사 영역에서의 휘도를 높게 하여, 산란광을 감소시킬 수 있고, 바람직한 의장이 얻어진다.
- [0067] 즉, 본 실시 형태의 알루미늄 안료에 있어서는, 입자의 평면성이 0.95 내지 1.00인 범위의 입자를 60% 내지 100% 포함함으로써, 정반사 영역에서의 휘도가 극히 높고, 또한 산란광이 매우 적은 미러조의 메탈릭 의장이 얻어진다.
- [0068] 입자의 평면성이 0.95 내지 1.00인 범위의 입자의 함유 비율은, 바람직하게는 60% 이상 98%, 보다 바람직하게는 65% 이상 98% 이하이고, 더욱 바람직하게는 70% 이상 98% 이하이다.
- [0069] 평면 입자의 비율이 98% 이하인 것에 의해, 본 실시 형태의 알루미늄 안료를 제조하기 위해 필요한 마쇄 시간이 극단적으로 길어지지 않아, 생산성이 우수하다.
- [0070] 본 실시 형태의 알루미늄 안료의 입자의 평균 두께 t(μ m)는 상기한 입자의 평면성의 측정에서 적용한 도막 단면의 FE-SEM상을 사용하고, 또한 화상 해석 소프트웨어를 사용하여 측정함으로써 구할 수 있다.
- [0071] 구체적으로는, 도막 단면의 FE-SEM상에 있어서 랜덤하게 입자를 100개 선택하고, 입자의 단면 두께의 자동 측정을 실시하고, 100개의 산술 평균값을 산출함으로써 구할 수 있다.
- [0072] 본 실시 형태의 알루미늄 안료의 입자의 평균 두께 t(μ m)는 0.03 μ m 내지 0.12 μ m인 것이 바람직하다.
- [0073] 평균 두께 t가 0.03 μ m 이상인 것에 의해, 상술한 입자의 평면성(최단 길이/입자 단면 길이)을 0.95 내지 1.00의 범위로 제어하는 것이 용이해지고, 정반사 영역에서의 휘도를 높게 할 수 있고, 산란광을 저하시킬 수 있어, 바람직하다.
- [0074] 입자의 평균 두께 t가 0.12 μ m 이하인 것에 의해, 입자 단부의 음영 면적을 적합하게 조정할 수 있고, 치밀감이

얻어지고, 또한 산란광을 작게 할 수 있어, 바람직하다.

- [0075] 본 실시 형태의 알루미늄 안료의 입자의 평균 두께 $t(\mu\text{m})$ 는 보다 바람직하게는 $0.03\mu\text{m}$ 이상 $0.10\mu\text{m}$ 이하이고, 더욱 바람직하게는 $0.04\mu\text{m}$ 이상 $0.09\mu\text{m}$ 이하이다.
- [0076] 본 실시 형태의 알루미늄 안료의 입자의 평균 두께 t 에 대한 평균 입경 $d50$ 의 비($d50/t$)는 알루미늄 입자의 에스펙트비이고, 본 실시 형태에 있어서는, 당해 에스펙트비가 90 내지 250인 것이 바람직하다.
- [0077] 에스펙트비가 90 이상인 것에 의해, 정반사 영역에서의 더 높은 휘도, 그리고 더 높은 은폐력이 얻어지고, 박막 도장에 사용한 경우에, 도막에 있어서 미러조이고 고급감이 얻어진다.
- [0078] 또한, 에스펙트비가 250 이하인 것에 의해, 입자의 휨, 변형 및 크랙을 방지할 수 있고, 입자의 파단이 발생하지 않고, 산란광의 발생을 매우 적게 할 수 있다.
- [0079] 본 실시 형태의 알루미늄 안료의 입자의 에스펙트비($d50/t$)는 보다 바람직하게는 100 이상 250 이하이고, 더욱 바람직하게는 130 이상 250 이하이다.
- [0080] 본 실시 형태의 알루미늄 안료의 입자의 표면의 평균 조도 Ra 는 알루미늄 안료의 입자의 표면의 평활성을 나타내는 지표이고, 원자간력 현미경 등을 포함하는 SPM(주사형 프로브 현미경(Scanning Probe Microscope))에 의해 측정할 수 있다.
- [0081] 이 평균 조도 Ra 는 2 내지 12nm 인 것이 바람직하다.
- [0082] 평균 조도 Ra 가 12nm 이하인 것에 의해 입자 표면의 평활성이 높기 때문에, 광의 정반사 광량이 높아지고, 더 높은 휘도감이 얻어진다. 평균 조도 Ra 가 2nm 이상인 것에 의해, 본 실시 형태의 알루미늄 안료를 제조하기 위해 필요한 마쇄 시간이 극단적으로 길어지지 않아, 생산성이 우수하다.
- [0083] 이 Ra 는 2 내지 10nm 가 보다 바람직하고, 2 내지 8nm 가 더욱 바람직하다.
- [0084] [알루미늄 안료의 제조 방법]
- [0085] 상술한 본 실시 형태의 알루미늄 안료의 제조 방법에 대하여 이하에 설명한다.
- [0086] 본 실시 형태의 알루미늄 안료는 에토마이즈드 알루미늄분을, 볼 밀을 구비하는 마쇄 장치에 의해 마쇄하는 공정을 갖는다.
- [0087] 원료가 되는 에토마이즈드 알루미늄분의 입경을 크게 하는 것, 마쇄 볼의 1개당의 질량을 작게 하는 것, 마쇄 장치의 회전 속도를 작게 하는 것 등의 조건을 적절히 조정하고, 조합함으로써, 상술한 입자의 평면성(최단 길이/입자 단면 길이)이 0.95 내지 1.00인 평면 입자의 비율을 크게 할 수 있다.
- [0088] 또한, 마쇄 볼의 1개당의 질량을 크게 하는 것, 마쇄 장치의 회전수를 크게 하는 것, 알루미늄 안료의 입자의 평균 두께 t 를 얇게 하는 것 등의 조건을 적절히 조정하고, 조합함으로써, 상기 평면 입자의 비율을 작게 할 수 있다.
- [0089] 상기 조작을 행하는 것에 더하여, 평균 입자 직경($d50$)을 본 실시 형태의 범위로 조정하는 것 및 생산성을 양호하게 하는 것도 가미하여, 마쇄 조건을 결정한다.
- [0090] 평균 입자 직경 $d50$ 이 $4\mu\text{m}$ 내지 $15\mu\text{m}$ 인 범위로 하는 것을 고려한 경우, 특히 바람직한 마쇄 조건은 원료로서, 바람직하게는 입경 1.5 내지 $5.0\mu\text{m}$, 보다 바람직하게는 입경 1.5 내지 $4.0\mu\text{m}$ 의 에토마이즈드 알루미늄분을 사용하고, 마쇄 장치에서 사용하는 마쇄 볼의 1개당의 질량을, 바람직하게는 0.08 내지 11.00mg , 보다 바람직하게는 0.08 내지 9.00mg 으로 하고, 마쇄 장치의 회전 속도를 임계 회전수(Nc)에 대하여 33% 내지 78%, 보다 바람직하게는 36% 내지 57%로 하는 조건을 조합한다.
- [0091] 상술한 방법에 의해 마쇄 볼로부터 받는 알루미늄 입자에 가해지는 충격력을 조정하고, 또한 알루미늄 입자의 평균 두께 $t(\mu\text{m})$ 에 대한 평균 입자 직경 $d50(\mu\text{m})$ 의 비를 90 내지 250의 범위로 함으로써, 입자의 평면성(최단 길이/입자 단면 길이)이 0.95 내지 1.00인 범위의 평면 입자를 개수 비율로 60% 내지 100% 포함하는 본 실시 형태의 알루미늄 안료가 얻어진다.
- [0092] 볼 밀 등에서 사용하는 마쇄 볼의 비중은 상기 평면 입자의 비율을 크게 하는 것을 용이하게 하는 관점 및 알루미늄 입자의 표면 평활성을 높게 하는 관점에서 8 이하인 것이 바람직하고, 7.5 이하인 것이 보다 바람직하고, 7 이하인 것이 더욱 바람직하다.

- [0093] 또한, 마쇄 볼의 비중은 마쇄 용제의 비중보다 큰 것이 바람직하다. 마쇄 볼의 비중이 마쇄 용제의 비중보다 큰 것에 의해, 마쇄 볼이 용제에 떠버리는 것을 방지할 수 있고, 마쇄 볼끼리의 전단 응력이 충분히 얻어지고, 마쇄가 충분히 진행되는 경향이 있다.
- [0094] 본 실시 형태의 알루미늄 안료의 제조 방법에서 사용하는 마쇄 볼로서는, 스테인리스 볼, 지르코니아 볼, 유리 볼 등의 표면 평활성이 높은 것이, 알루미늄 입자의 표면 평활성의 조정 및 마쇄 볼의 내구성의 관점에서 바람직하다.
- [0095] 한편, 표면 평활성이 낮은, 강구, 알루미늄 볼 등은 알루미늄 입자의 표면 평활성의 조정 및 마쇄 볼의 내구성의 관점에서 바람직하지 않다.
- [0096] 이 때문에, 예를 들어 스테인리스 볼의 경우, 기계적 연마 및 화학적 연마에 의해 표면 평활성을 높인 것을 사용하는 것이 바람직하다.
- [0097] 마쇄 볼의 1개당의 질량은, 상술한 바와 같이 0.08 내지 11.00mg인 것이 바람직하다.
- [0098] 질량이 0.08mg/개 이상인 마쇄 볼을 사용함으로써, 마쇄 볼이 개개의 운동을 하지 않고 집단 또는 괴상이고 운동하기 위해 마쇄 볼끼리의 전단 응력이 저하되어 마쇄가 진행되지 않게 되는 현상, 소위 그룹 모션의 발생을 방지할 수 있다.
- [0099] 또한, 질량이 11.00mg/개 이하인 마쇄 볼을 사용함으로써, 알루미늄 분말에 과대한 충격력이 가해지는 것을 방지하여, 휨, 변형, 크랙 등의 발생을 방지할 수 있다.
- [0100] 원료가 되는 에토마이즈드 알루미늄분으로서, 알루미늄 이외의 불순물이 적은 것이 바람직하다.
- [0101] 에토마이즈드 알루미늄분의 순도는 바람직하게는 99.5% 이상이고, 보다 바람직하게는 99.7% 이상이고, 더욱 바람직하게는 99.8% 이상이다.
- [0102] 원료가 되는 에토마이즈드 알루미늄분의 평균 입자 직경은 1.5 내지 5.0 μm 가 바람직하고, 1.5 내지 4.0 μm 가 보다 바람직하다.
- [0103] 에토마이즈드 알루미늄분이 1.5 μm 이상인 평균 입자 직경인 것에 의해, 마쇄 가공 시에 입자에 가해지는 에너지가 과대해지지 않아, 입자의 휨, 변형을 방지할 수 있고, 입자 형상을 양호하게 유지할 수 있어 바람직하다.
- [0104] 또한, 에토마이즈드 알루미늄분이 5.0 μm 이하인 평균 입자 직경인 것에 의해, 그 마쇄 가공품의 입자의 평균 입자 직경을 15 μm 이하로 조정할 수 있고, 본 실시 형태의 알루미늄 안료를 적합하게 얻어지는 경향이 있다.
- [0105] 원료가 되는 에토마이즈드 알루미늄분의 형상으로서, 구상분, 누적상분과 같은 것이 바람직하다. 이것들을 사용함으로써, 마쇄 시의 알루미늄 안료의 형상이 무너지기 어려워지는 경향이 있다. 한편, 침상분이나 부정형분은 마쇄 시의 알루미늄 안료의 형상이 무너지기 쉽기 때문에 바람직하지 않다.
- [0106] 볼 밀을 구비하는 마쇄 장치에 의해, 본 실시 형태의 알루미늄 안료를 제조할 때에는, 마쇄 용제를 사용하는 것이 바람직하다.
- [0107] 마쇄 용제의 종류로서는, 이하에 한정되는 것은 아니지만, 예를 들어 종래부터 사용되고 있는 미네랄 스피릿, 솔벤트 나프타 등의 탄화수소계 용제나, 알코올계, 에테르계, 케톤계, 에스테르계 등의 저점도의 용제를 들 수 있다.
- [0108] 에토마이즈드 알루미늄분의 마쇄 조건으로서, 에토마이즈드 알루미늄분의 알루미늄의 질량에 대한 마쇄 용제의 체적이 1.5 내지 16.0배인 것이 바람직하고, 2.0 내지 12.0배가 보다 바람직하다. 에토마이즈드 알루미늄분의 알루미늄의 질량에 대한 마쇄 용제의 체적이 1.5배 이상인 것에 의해, 에토마이즈드 알루미늄분의 장시간 마쇄에 수반하는, 휨, 변형, 크랙 등을 방지할 수 있어 바람직하다.
- [0109] 또한, 에토마이즈드 알루미늄분의 알루미늄의 질량에 대한 마쇄 용제의 체적이 16.0배 이하인 것에 의해, 마쇄 시의 밀 내의 균일성이 향상되고, 에토마이즈드 알루미늄분이 마쇄 미디어와 효율적으로 접촉하여, 마쇄가 적합하게 진행되는 경향이 있다.
- [0110] 마쇄 용제의 체적에 대한 마쇄 볼의 체적(마쇄 볼의 체적/마쇄 용제의 체적)은 0.5 내지 3.5배인 것이 바람직하고, 0.8 내지 2.5배인 것이 보다 바람직하다.
- [0111] 마쇄 용제의 체적에 대한 마쇄 볼의 체적이 0.5배 이상인 것에 의해, 마쇄 시의 밀 내의 마쇄 볼의 균일성이 향

상되어, 마쇄가 적합하게 진행되는 경향이 있다.

- [0112] 또한, 마쇄 용제의 체적에 대한 마쇄 볼의 체적이 3.5배 이하인 것에 의해, 밀 내의 마쇄 볼의 비율이 적합한 범위가 되고, 볼의 적층이 지나치게 높아지지 않음으로써, 마쇄 응력에 의한 입자의 휨, 변형, 크랙 등의 형상 열화의 문제가 방지되고, 휘도의 저하나 산란광이 강해지는 것을 방지할 수 있어 바람직하다.
- [0113] 볼 밀을 구비하는 마쇄 장치에 의해 본 실시 형태의 알루미늄 안료를 제조할 때에는, 상술한 마쇄 용제에 더하여, 마쇄 보조제를 사용하는 것이 바람직하다.
- [0114] 마쇄 보조제로서는, 논 리핑(non leafing) 안료로서의 특성을 나타내는 것이면 되고, 이하에 한정되는 것은 아니지만, 예를 들어 올레산 등의 고급 불포화 지방산, 스테아르아민 등의 고급 지방족 아민, 스테아릴알코올, 올레일알코올 등의 고급 지방족 알코올; 스테아르산아미드, 올레산아미드 등의 고급 지방산 아미드; 스테아르산알루미늄, 올레산알루미늄 등의 고급 지방산 금속염 등을 들 수 있다.
- [0115] 마쇄 보조제는 애토마이즈드 알루미늄분의 질량에 대하여, 0.2 내지 30질량%의 양으로 사용하는 것이 바람직하다.
- [0116] 애토마이즈드 알루미늄분의 마쇄에 사용하는 볼 밀은 직경이 0.6mφ 내지 2.4mφ인 것이 바람직하고, 0.8mφ 내지 2.0mφ라면 보다 바람직하다.
- [0117] 직경이 0.6mφ 이상인 볼 밀을 사용함으로써, 마쇄 볼의 적층이 지나치게 낮아지지 않고, 마쇄 가공 시의 알루미늄 입자에 가해지는 압력이 적합한 범위가 되어, 마쇄가 적합하게 진행되는 경향이 있다.
- [0118] 또한, 직경이 2.4mφ 이하인 볼 밀을 사용함으로써, 마쇄 볼의 적층이 지나치게 높아지지 않고, 볼의 중량에 의한, 입자의 휨, 변형, 크랙 등의 형상 열화의 문제가 방지되고, 휘도의 저하나 산란광이 강해지는 것을 방지할 수 있어 바람직하다.
- [0119] 애토마이즈드 알루미늄분의 마쇄 시의 볼 밀의 회전 속도는, 상술한 바와 같이 임계 회전수(Nc)에 대하여 33% 내지 78%로 하는 것이 바람직하고, 36% 내지 57%로 하는 것이 보다 바람직하다.
- [0120] 회전 속도/임계 회전수의 비가 33% 이상인 것에 의해, 볼 밀 내의 알루미늄 슬러리나 볼 운동의 균일성이 유지되어 바람직하다.
- [0121] 또한, 회전 속도/임계 회전수의 비가 78% 이하인 것에 의해, 마쇄 볼이 끊어 올려지거나, 자중으로 낙하하거나 하는 거동이 방지되고, 마쇄 볼로부터 받는 알루미늄 입자에 가해지는 충격력이 지나치게 높아지지 않아, 입자의 휨, 변형, 크랙 등의 형상 열화의 문제가 방지되어 바람직하다.
- [0122] 또한, 본 실시 형태의 알루미늄 안료는 상술한 애토마이즈드 알루미늄분을 마쇄하는 공정을 갖는 제조 방법 이외에도, 진공 증착법에 의해 제조할 수도 있다.
- [0123] [도료 조성물]
- [0124] 본 실시 형태의 도료 조성물은 상술한 본 실시 형태의 알루미늄 안료를 포함한다.
- [0125] 본 실시 형태의 도료 조성물은 알루미늄 안료에 더하여, 마이카나 착색 안료 등을 병용할 수 있다.
- [0126] 또한, 본 실시 형태의 도료 조성물에는 각종 수지나, 산화 방지제, 광안정제, 중합 금지제, 계면 활성제 등의 각종 첨가제를 병용해도 된다.
- [0127] 본 실시 형태의 도료 조성물은 알루미늄 안료와, 그 밖의 필요에 따라 각종 재료를 혼합함으로써 제조할 수 있다.
- [0128] 본 실시 형태의 도료 조성물은 메탈릭 도료로서 사용할 수 있다.
- [0129] [도막, 당해 도막을 구비하는 물품]
- [0130] 본 실시 형태의 도막은 상술한 본 실시 형태의 알루미늄 안료를 포함하고, 상술한 도료 조성물을 소정의 기재에 도포함으로써 형성할 수 있다.
- [0131] 상기 기재로서는 각종 물품을 선택할 수 있고, 당해 선택된 물품에 의해 목적으로 하는 것에 본 실시 형태의 도막을 형성할 수 있다.
- [0132] 당해 물품으로서는, 예를 들어 자동차 바디, 자동차 내장용 부품, 가전, 휴대 전화기, 스마트폰, PC, 태블릿,

카메라, 텔레비전 등의 광학 기기 등을 들 수 있다.

- [0133] 도막의 형성 방법으로서, 특별히 한정되는 것은 아니고, 목적으로 하는 물품에 따라 적절히 종래 공지의 방법을 적용할 수 있다.
- [0134] [잉크 조성물, 인쇄물]
- [0135] 본 실시 형태의 잉크 조성물은 상술한 본 실시 형태의 알루미늄 안료를 포함한다.
- [0136] 본 실시 형태의 잉크 조성물은 상술한 알루미늄 안료에 더하여, 소정의 착색 안료, 용제 등을 병용할 수 있다.
- [0137] 또한, 본 실시 형태의 잉크 조성물에는 각종 수지나, 산화 방지제, 광안정제, 중합 금지제, 계면 활성제 등의 각종 첨가제를 병용해도 된다.
- [0138] 본 실시 형태의 잉크 조성물은 알루미늄 안료와, 그 밖의 필요에 따라 각종 재료를 혼합함으로써 제조할 수 있고, 메탈릭 잉크로서 사용할 수 있다.
- [0139] 또한, 본 실시 형태의 인쇄물은 상술한 본 실시 형태의 알루미늄 안료를 포함하고, 상술한 잉크 조성물을 사용하여 인쇄를 행함으로써 형성할 수 있다. 인쇄물로서는, 그라비아 인쇄, 오프셋 인쇄, 스크린 인쇄 등으로 도막을 형성하는 잉크 인쇄물을 들 수 있다.
- [0140] [그 밖의 용도]
- [0141] 그 밖에, 본 실시 형태의 알루미늄 안료는 수지 등과 혼련하고, 내수성의 결합제, 필러로서 사용할 수도 있다.
- [0142] 실시예
- [0143] 이하, 실시예 및 비교예를 나타내어 본 실시 형태를 더 자세하게 설명한다.
- [0144] 본 실시 형태는 이하의 실시예에 의해 한정되는 것은 전혀 아니다.
- [0145] 또한, 실시예 및 비교예 중에서 사용한 각종 물성의 측정 방법은 이하와 같다.
- [0146] [(I) 입자의 평균 두께: t]
- [0147] ((1) 도장판의 제작)
- [0148] 후술하는 실시예 및 비교예에서 얻어진 알루미늄 안료를 사용하여, 하기의 조성으로 메탈릭 베이스 도료를 제작했다.
- [0149] 알루미늄 안료: 2g
- [0150] 시너: 50g
- [0151] (무사시 도료 가부시키가이샤제, 상품명 「플라에이스 시너 No.2726」)
- [0152] 아크릴 수지: 33g
- [0153] (무사시 도료 가부시키가이샤제, 상품명 「플라에이스 No.7160」)
- [0154] 에어 스프레이 장치를 사용하여 상기 도료를 ABS 수지판에 건조 막 두께가 20 μ m가 되도록 도장하고, 60℃의 오븐에서 30분 건조하여, 메탈릭 베이스 도장판을 얻었다.
- [0155] 상기한 메탈릭 베이스 도장판 위에, 하기의 조성으로 제작한 톱 코트 도료를, 에어 스프레이 장치를 사용하여 도장했다.
- [0156] 히타로이드 바니시 3685S(히타치 가세이제): 25g
- [0157] 혼합 시너: 20g
- [0158] (용제 혼합 비율/톨루엔: 45질량%, 아세트산부틸: 30질량%, 아세트산에틸: 20질량%, 2-아세톡시-1-메톡시프로판: 5질량%)
- [0159] 듀라네이트 TPA100(아사히 가세이 케미컬즈제): 5g
- [0160] 상기 도장 후, 60℃의 오븐에서 30분 건조하여, 평가용 도장판을 얻었다.

- [0161] ((2) 도막의 단면 제작)
- [0162] 상기와 같이 하여 제조한 평가용 도장판을 사용하여, 하기의 수순으로 도막 단면을 제작했다.
- [0163] 가위를 사용하여, 상기 평가용 도장판을 2cm 사방의 크기로 분단했다.
- [0164] 분단한 2cm 사방의 평가용 도장판을, 대형 회전식 마이크로톱(야마토 고키 고교계/RV-240)을 사용하여, 도막 단면을 반복해서 절삭하고, 단면에 돌기한 마이크로한 알루미늄·아크릴 수지를 제거했다.
- [0165] 상기에 의해 얻어진 도막 단면을, 이온 밀링 장치(니혼 덴시제/IB-09010CP)를 사용하여, 도막 단면으로부터 20 μ m 이격된 부분까지 이온빔 조사가 가능하도록 설정하고, 이온 밀링 처리를 행하여, 후술하는 FE-SEM상 취득용의 도막 단면을 제작했다.
- [0166] ((3) 입자 단면(FE-SEM상)의 취득)
- [0167] 상기 ((2) 도막의 단면 제작)에서 얻어진 도막 단면(도장판)을, SEM 시료대에 평행이 되도록 접착하고, 전계 방출형의 FE-SEM(HITACHI 제/S-4700)을 사용하여, 상기 도막 단면의 FE-SEM상을 취득했다.
- [0168] FE-SEM 관찰·취득의 조건은 가속 전압의 설정을 5.0kV로 조정하고, 상 배율은 1만배 및 5000배로 했다. 입자의 두께는 고배율의 1만배로 측정을 행하였다. 한편, 후술하는 입자의 평면성(최단 길이/입자 단면 길이)은 5000배로 측정을 행하였다.
- [0169] 또한, FE-SEM상을 취득(캡처)하기 전에, 전자 공학측 얼라인먼트 처리를 행하고, FE-SEM상의 알루미늄 입자와 아크릴 수지의 경계선에 변형이 생기지 않도록 했다.
- [0170] ((4) 해석(입자 단면에 있어서의 입자의 평균 두께 측정))
- [0171] 상기 ((I)-(3))의 입자 단면(FE-SEM상)의 취득 수순으로 얻은 FE-SEM상(1만배) 및 화상 해석 소프트웨어 윈 루프 버전(Win Roof version) 5.5(MITANI CORPORATION제)를 사용하여, 알루미늄 입자 단면에 있어서의 입자의 두께의 측정 및 평균 두께의 산출을 실시했다.
- [0172] 알루미늄 입자의 단면에 있어서의 입자의 두께 측정을 실시하는 FE-SEM상을 화상 표시하고, ROI 라인을 선택하여 화상의 5 μ m 스케일에 ROI 라인을 맞추고, 등록·변경으로부터 길이·단위를 입력하여 설정했다.
- [0173] 이어서, 알루미늄 입자의 단면의 두께 측정을 실시해야 할 화상을 표시시키고, 직사각형 ROI를 선택하고, 입자의 단면에 직사각형 ROI를 맞추어 2차 처리를 실시했다.
- [0174] 이어서, 측정의 수직 현장의 측정 항목을 선택시킨 후, 측정 실행을 시키고, 화상 해석 소프트웨어에 의한 자동 측정값(수직 현장값)을 화상에 표시했다.
- [0175] 이와 같이, 상기한 화상 해석 소프트웨어 윈 루프 버전 5.5를 사용하여, 후술하는 [(IV) 평균 입자 직경: d50]의, 평균 입자 직경: d50의 $\pm 50\%$ 이내의 것을 100개 선택하고, 알루미늄 입자의 단면에 있어서의 두께의 자동 측정을 실시하고, 100개의 산출 평균값을 산출하여, 입자의 평균 두께 t를 구했다.
- [0176] [(II) 입자의 평면성(최단 길이/입자 단면 길이)의 평가]
- [0177] 상기 ((I)-(3)) 입자 단면(FE-SEM상)의 취득 수순으로 얻은 FE-SEM상(5000배) 및 상기 ((I)-(4)) 해석에서 사용한 화상 해석 소프트웨어를 사용하여, 알루미늄 입자의 평면성(최단 길이/입자 단면 길이)의 측정을 실시했다.
- [0178] 입자의 평면성(최단 길이/입자 단면 길이)의 측정을 행하는 일례의 화상을 도 1에 나타낸다.
- [0179] 상기 화상 해석 소프트웨어 윈 루프 버전 5.5의 직선 툴과 곡선 툴을 선택하고, 알루미늄 입자의 단면의 양 선단을 직선으로 연결한 측정값을 최단 길이, 양 선단을 알루미늄 입자의 단면을 따라 연결한 선의 측정값을 입자 단면 길이로 하고, (최단 길이/입자 단면 길이)의 값을 알루미늄 입자의 평면성으로 했다.
- [0180] 이 상기한 수순을 반복해서 실시하여, 100개의 입자의 평면성의 값을 구했다.
- [0181] 또한, 평면성의 값을 구하기 위해 선택한 알루미늄 입자는 후술하는 [IV]의 평균 입자 직경: d50의 $\pm 50\%$ 이내의 것으로 했다.
- [0182] 입자의 평면성의 값은 1.00에 가까울수록, 입자의 휨, 변형 등의 정도가 작은 것을 나타낸다.

- [0183] 또한, 도 2는 후술하는 [실시예 2]의 알루미늄 안료의 입자의 단면의, 전해 방출형의 FE-SEM(HITACHI제/S-4700)을 사용하여 얻어진 FE-SEM상의 사진을 나타낸다.
- [0184] 또한, 도 3은 후술하는 [비교예 1]의 알루미늄 안료의 입자의 단면의, 전해 방출형의 FE-SEM(HITACHI제/S-4700)을 사용하여 얻어진 FE-SEM상의 사진을 나타낸다.
- [0185] 도 2와 도 3을 대비하면, 도 2의 쪽이, 최단 길이에 비해 입자 단면 길이가 가까운 것을 알 수 있다.
- [0186] [(III) 평면 입자의 비율]
- [0187] 상기한 (II)에 의해 구한 100개의 입자의 평면성(최단 길이/입자 단면 길이)의 값으로부터, 입자의 평면성의 역치를 0.95로 하고, 0.95 내지 1.00의 범위에 들어 있는 알루미늄 입자의 비율을 구했다.
- [0188] 본 실시 형태의 알루미늄 안료는 입자의 평면성이 0.95 내지 1.00인 범위의 평면 입자의 개수 비율이 60% 내지 100%이다.
- [0189] [(IV) 평균 입자 직경: d50]
- [0190] 알루미늄 안료의 평균 입자 직경(d50)을, 레이저 회절/산란식 입자 직경 분포 측정 장치(LA-300/가부시키가이샤 호리바 세이사쿠쇼)에 의해 측정했다.
- [0191] 측정 용제로서는, 미네랄 스피릿을 사용했다.
- [0192] 측정은 기기 취급 설명서에 따라 실시했지만, 유의 사항으로서, 시료가 되는 알루미늄 안료는 전처리로서 2분간의 초음파 분산을 행한 후, 분산조 중에 투입하여 적정 농도가 된 것을 확인 후, 측정을 개시했다.
- [0193] 측정 종료 후, d50은 자동 표시되었다.
- [0194] [(V) 에스펙트비(d50/t)]
- [0195] 상기 (IV)에서 측정된 평균 입자 직경: d50값을, 상기에서 해석·산출 평균값을 구한 입자의 평균 두께: t로 나눈 값(d50/t)을 에스펙트비로 하여, 산출했다.
- [0196] [(VI) 입자의 평균 조도: Ra]
- [0197] 알루미늄 안료의 평균 조도 Ra는 하기의 방법으로 측정했다.
- [0198] ((1) 전처리)
- [0199] 후술하는 실시예, 비교예에서 얻어진 알루미늄 안료는 미네랄 스피릿, 솔벤트 나프타와의 혼합물 때문에, 세정 처리를 실시했다.
- [0200] Al 페이스트 100mg을 스크류관에 채취하고, 톨루엔 5mL를 첨가했다.
- [0201] 핸드 셰이크로 수습초간 진탕하여 분산시키고, 원심 분리를 실시했다.
- [0202] 상청을 제거하고 다시 톨루엔 5mL를 첨가하고 마찬가지로 분산 및 원심 분리를 실시했다.
- [0203] 침전한 Al 페이스트 소량(수mg 정도)을 채취하고, 톨루엔 5mL에 분산시키고, 한 변이 1cm인 정사각형의 실리콘 웨이퍼에 적하, 풍건했다.
- [0204] ((2) 측정용 화상의 취득)
- [0205] 입자의 평균 조도 Ra의 측정은 이하의 조건에서 실시했다.
- [0206] 한 변이 4 μ m인 정사각형의 시야를 확보할 수 있는 입자를 선택하고, 하기의 조건에 의해, 측정용의 화상을 취득했다.
- [0207] 장치: 브루커(Bruker) AXS제 디멘전 아이콘(Dimension Icon)
- [0208] 측정 모드: 탭핑 모드(Tapping mode)
- [0209] 프로브: NCH형 Si 단결정 프로브(k=040N/m typ)
- [0210] 측정 시야: 한 변이 4 μ m인 정사각형/512pixel
- [0211] ((3) 해석 및 Ra의 산출)

- [0212] 해석은 장치 부속의 해석 소프트웨어를 사용하여 실시했다.
- [0213] 1차의 기울기 보정을 행한 후, 거칠기 해석 기능을 사용하여 Ra를 산출했다.
- [0214] 소프트웨어: 나노스코프 애널리시스(Nanoscope Analysis)(장치 부속의 해석 소프트웨어)
- [0215] 측정 후의 보정: 1차의 기울기 보정
- [0216] 거칠기 계측: Ra(자동 산출)
- [0217] [(VII) 휘도, 산란광량, 치밀감의 평가]
- [0218] ((1) 도료 및 도장판의 제작)
- [0219] 후술하는 실시예 및 비교예에 의해 얻어진 알루미늄 안료를 사용하여, 하기의 조성으로 메탈릭 베이스 도료를 제작했다.
- [0220] 알루미늄 안료: 2g
- [0221] 혼합 시너: 6g
- [0222] (용제 혼합 비율/메틸에틸케톤: 40질량%, 아세트산에틸: 40질량%, 이소프로필알코올: 20질량%)
- [0223] 폴리우레탄 수지: 8g
- [0224] (산요 가세이 고교 가부시킴가이사제 상품명 「산프렌 IB 시리즈 1700D」)
- [0225] 이어서, 바 코터(No.6)를 사용하여 상기 메탈릭 베이스 도료를 PET 필름 위에 건조 막 두께가 3 μ m가 되도록 도장하고, 실온에서 건조하여, 메탈릭 베이스의 평가용 도장판을 얻었다.
- [0226] ((2) 휘도, 산란광량, 치밀감의 측정)
- [0227] 휘도는 변각 측색계(스가 시켄키 가부시킴가이사제)를 사용하여 평가했다.
- [0228] 입사각을 45도로 하고, 도막 표면에서 반사하는 경면 반사 영역의 광을 제외한, 정반사광에 가까운 수광각 5도(L5)의 설정에서, 휘도를 측정했다.
- [0229] 휘도는 알루미늄 안료로부터의 정반사 광강도에 비례하는 파라미터이고, 측정값이 클수록 정반사 광강도가 높고, 우수하다고 판단했다.
- [0230] 산란광량은 MA68II 다각도 분광 측색계(아메리카 엑스라이트 가부시킴가이사제)를 사용하여 평가했다.
- [0231] 기하 조건은 입사 45도, 플랜지의 수광(정반사각으로부터) 15도, 25도, 45도, 75도, 110도로 했다.
- [0232] 산란광량은 정반사각으로부터 110도의 수광량 L의 값에 상당하는 파라미터(L110)이고, 측정값이 작을수록 도장판의 산란광이 적고 광학적 특성으로서 우수하다고 판단했다.
- [0233] 치밀감을 나타내는 지표의 평가로서, BYK-mac(BYK 가드너제)를 사용하여, 입자감을 평가했다.
- [0234] 입자감을 평가하기 위해, 확산광(-15도, 45도, 75도)을 카메라 검출기(0도)로 검출하고, 명, 암의 부분의 균일성을 수치로 하여 표시했다.
- [0235] 명, 암의 부분의 균일성의 측정값은 그레이니니스(Graininess)의 값을 관독하고, 수치가 작을수록 치밀감이 얻어지고 있는 것을 표시하는 것으로 하여 판단했다.
- [0236] [실시예 1]
- [0237] 내경 2m, 길이 30cm의 볼 밀 내에, 원료 애토마이즈드 알루미늄분(평균 입자 직경: 2 μ m) 9.5kg, 미네랄 스피릿 45.8kg 및 올레산 570g을 포함하는 배합물을 충전하고, 직경 0.8mm의 지르코니아 볼을 309kg 사용하여 마쇄했다.
- [0238] 지르코니아 볼은 ZrO₂ 주성분이 94질량% 이상 포함되고, 또한 원형율이 95% 이상인 것을 사용했다.
- [0239] 볼 밀의 회전수를 13rpm으로 하고, 80시간 마쇄를 행하였다.
- [0240] 마쇄 종료 후, 밀 내의 슬러리를 미네랄 스피릿으로 씻어내고, 400메쉬의 진동체에 걸고, 통과한 슬러리를 필터

로 여과, 농축하여, 가열 잔분 76질량%의 케이크를 얻었다.

- [0241] 얻어진 케이크를 중형 믹서 내로 옮기고, 소정량의 솔벤트 나프타를 가하고, 20분간 혼합하여, 가열 잔분 66질량%의 알루미늄 안료를 얻었다.
- [0242] 얻어진 알루미늄 안료에 대하여, 상기 (VII)에 의해, 휘도, 산란광량 및 치밀감의 평가를 행하였다.
- [0243] 평가 결과를 표 1에 나타낸다.
- [0244] [실시에 2]
- [0245] 원료 에토마이즈드 알루미늄분(평균 입자 직경: 2.2 μ m)을 사용하여, 볼 밀의 회전수를 11rpm으로 하고, 110시간 마쇄를 행하였다.
- [0246] 그 밖의 조건은 [실시에 1] 과 동일한 조작을 행하여, 알루미늄 안료를 얻었다.
- [0247] 얻어진 알루미늄 안료에 대하여, 상기 (VII)에 의해, 휘도, 산란광량 및 치밀감의 평가를 행하였다.
- [0248] 평가 결과를 표 1에 나타낸다.
- [0249] [실시에 3]
- [0250] 원료 에토마이즈드 알루미늄분(평균 입자 직경: 3.5 μ m)을 사용하여, 미네랄 스피릿 53.4kg 및 올레산 950g을 포함하는 배합물을 충전하고, 볼 밀의 회전수를 17rpm으로 하고, 45시간 마쇄를 행하였다.
- [0251] 그 밖의 조건은 [실시에 1] 과 동일한 조작을 행하여, 알루미늄 안료를 얻었다.
- [0252] 얻어진 알루미늄 안료에 대하여, 상기 (VII)에 의해, 휘도, 산란광량 및 치밀감의 평가를 행하였다.
- [0253] 평가 결과를 표 1에 나타낸다.
- [0254] [실시에 4]
- [0255] 상기 [실시에 2] 와 동일한 배합물이 충전되어 있는 것을 사용하여, 볼 밀에 의한 마쇄 시간만을 150시간으로 변경하여 마쇄를 행하였다.
- [0256] 그 밖의 조건은 [실시에 1] 과 동일한 조작을 행하여, 알루미늄 안료를 얻었다.
- [0257] 얻어진 알루미늄 안료에 대하여, 상기 (VII)에 의해, 휘도, 산란광량 및 치밀감의 평가를 행하였다.
- [0258] 평가 결과를 표 1에 나타낸다.
- [0259] [실시에 5]
- [0260] 원료 에토마이즈드 알루미늄분(평균 입자 직경: 1.7 μ m)을 사용하고, 그 원료 에토마이즈드 알루미늄분 8.6kg, 올레산 515g을 사용했다. 그 밖의 배합은 [실시에 1] 과 마찬가지로 했다.
- [0261] 또한, 볼 밀에 의한 마쇄 시간을 105시간으로 하여 마쇄를 행하였다.
- [0262] 마쇄 종료 후, 가열 잔분 74질량%의 케이크를 얻은 것 이외는, 상기 [실시에 1] 과 동일한 조작을 행하여, 알루미늄 안료를 얻었다.
- [0263] 얻어진 알루미늄 안료에 대하여, 상기 (VII)에 의해, 휘도, 산란광량 및 치밀감의 평가를 행하였다.
- [0264] 평가 결과를 표 1에 나타낸다.
- [0265] [실시에 6]
- [0266] 직경 1.3mm의 유리 볼 309kg을 사용했다. 또한, [실시에 2] 와 동일한 배합물을 충전하고, 볼 밀 회전수를 11rpm으로 하고, 120시간 마쇄를 행하였다.
- [0267] 그 밖의 조건은 상기 [실시에 1] 과 동일한 조작을 행하여, 알루미늄 안료를 얻었다.
- [0268] 얻어진 알루미늄 안료에 대하여, 상기 (VII)에 의해, 휘도, 산란광량 및 치밀감의 평가를 행하였다.
- [0269] 평가 결과를 표 1에 나타낸다.
- [0270] [비교예 1]

- [0271] 상기 [실시에 1] 과 동일한 배합물을 충전하고, 볼 밀 회전수를 24rpm으로 하고, 55시간 마쇄를 행하였다.
- [0272] 그 밖의 조건은 상기 [실시에 1] 과 동일한 조작을 행하여, 알루미늄 안료를 얻었다.
- [0273] 얻어진 알루미늄 안료에 대하여, 상기 (VII)에 의해, 휘도, 산란광량 및 치밀감의 평가를 행하였다.
- [0274] 평가 결과를 표 1에 나타낸다.
- [0275] [비교예 2]
- [0276] 상기 [실시에 1] 과 동일한 배합물을 충전하고, 볼 밀 회전수를 24rpm으로 하고, 80시간 마쇄했다.
- [0277] 그 밖의 조건은 상기 [실시에 1] 과 동일한 조작을 행하여, 알루미늄 안료를 얻었다.
- [0278] 얻어진 알루미늄 안료에 대하여, 상기 (VII)에 의해, 휘도, 산란광량 및 치밀감의 평가를 행하였다.
- [0279] 평가 결과를 표 1에 나타낸다.
- [0280] [비교예 3]
- [0281] 상기 [실시에 2] 와 동일한 원료 에토마이즈드 알루미늄분을 사용하고, 또한 충전량도 실시예 2와 마찬가지로 하여, 미네랄 스피릿 82.0kg, 올레산 950g, 직경 2.0mm의 지르코니아 볼을 309kg 사용했다. 볼 밀의 회전수를 17rpm으로 하고 40시간 마쇄를 행하였다.
- [0282] 또한, 마쇄 종료 후, 가열 잔분 78질량%의 케이크를 얻은 것 이외는, 상기 [실시에 1] 과 동일한 조작을 행하여, 알루미늄 안료를 얻었다.
- [0283] 얻어진 알루미늄 안료에 대하여, 상기 (VII)에 의해, 휘도, 산란광량 및 치밀감의 평가를 행하였다.
- [0284] 평가 결과를 표 1에 나타낸다.
- [0285] [비교예 4]
- [0286] 원료 에토마이즈드 알루미늄분(평균 입자 직경: 4.4 μ m)을 사용하고, 그 원료 에토마이즈드 알루미늄분 9.5kg, 미네랄 스피릿 42.0kg, 스테아릴아민 950g, 직경 2.4mm 스틸 볼을 408kg 사용했다.
- [0287] 볼 밀의 회전수를 17rpm으로 하고, 8시간 마쇄를 행하였다.
- [0288] 또한, 마쇄 종료 후, 가열 잔분 82질량%의 케이크를 얻은 것 이외는, 상기 [실시에 1] 과 동일한 조작을 행하여, 알루미늄 안료를 얻었다.
- [0289] 얻어진 알루미늄 안료에 대하여, 상기 (VII)에 의해, 휘도, 산란광량 및 치밀감의 평가를 행하였다.
- [0290] 평가 결과를 표 1에 나타낸다.
- [0291] [비교예 5]
- [0292] 원료 에토마이즈드 알루미늄분(평균 입자 직경: 6.0 μ m)을 사용했다.
- [0293] 볼 밀 회전수를 17rpm으로 하고, 40시간 마쇄를 행하였다.
- [0294] 그 밖의 조건은 상기 [실시에 1] 과 동일한 조작을 행하여, 알루미늄 안료를 얻었다.
- [0295] 얻어진 알루미늄 안료에 대하여, 상기 (VII)에 의해, 휘도, 산란광량 및 치밀감의 평가를 행하였다.
- [0296] 평가 결과를 표 1에 나타낸다.
- [0297] [비교예 6]
- [0298] 상기 [실시에 1] 과 동일한 원료 에토마이즈드 알루미늄분을 사용하고, 또한 충전량도 실시예 1과 마찬가지로 했다.
- [0299] 직경 3.0mm의 유리 볼을 309kg 사용하고, 볼 밀의 회전수를 17rpm으로 하고, 65시간 마쇄를 행하였다.
- [0300] 그 밖의 조건은 상기 [실시에 1] 과 동일한 조작을 행하여, 알루미늄 안료를 얻었다.
- [0301] 얻어진 알루미늄 안료에 대하여, 상기 (VII)에 의해, 휘도, 산란광량 및 치밀감의 평가를 행하였다.

[0302] 평가 결과를 표 1에 나타낸다.

[0303] [비교예 7]

[0304] 에카르트(Eckart)제 메탈루어(Metalure) L 55700의 금속 증착법에 의한 알루미늄 안료의 휘도, 산란광량 및 치밀감의 평가 결과를 표 1에 나타낸다.

표 1

	평균 입자 비율 (%)	입자 평균 두께 (100개의 평균값) (μm)	평균 입자 직경 (d50) (μm)	에스펙트비 (d50/t)	평균 조도 (Ra) (nm)	치밀감 (Graininess)	휘도 (L5)	산란광량 (L110)
실시예 1	82	0.082	8.0	98	4.8	2.0	439	16.1
실시예 2	78	0.075	9.3	124	5.4	2.2	438	16.4
실시예 3	88	0.087	14.5	149	4.2	2.4	418	18.2
실시예 4	68	0.057	12.1	212	6.8	2.2	462	16.7
실시예 5	64	0.045	10.2	227	7.6	2.1	455	16.8
실시예 6	86	0.066	10.2	155	5.0	2.1	440	17.2
비교예 1	38	0.042	11.8	281	12.8	2.2	377	21.8
비교예 2	9	0.028	12.8	457	14.6	2.2	348	24.7
비교예 3	50	0.118	8.5	72	11.1	2.1	370	21.9
비교예 4	56	0.142	17.6	124	9.8	3.6	342	32.2
비교예 5	72	0.114	21.0	184	7.2	4.3	381	24.8
비교예 6	41	0.060	12.0	200	12.0	2.5	363	26.8
비교예 7	55	0.041	11.2	273	2.5	2.0	475	21.4

[0305]

[0306] 표 1로부터, 본 발명의 알루미늄 안료는 치밀하고 극히 휘도가 높고, 산란광량이 매우 적은 것을 알 수 있었다.

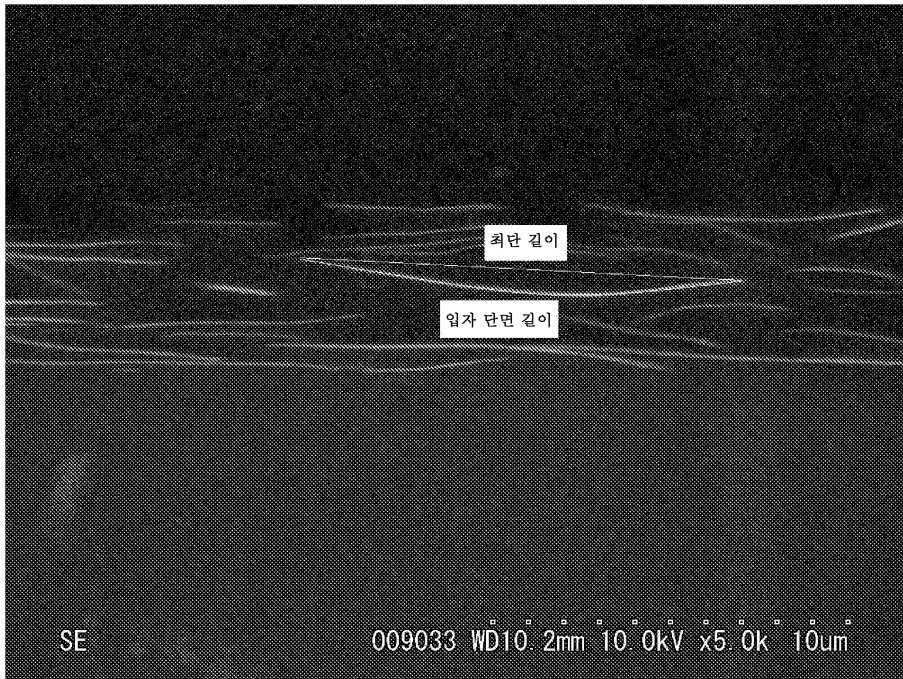
[0307] 본 출원은 2015년 8월 14일에 일본 특허청에 출원된 일본 특허 출원(특허 출원 제 2015-160205)에 기초하는 것이고, 그 내용은 여기에 참조로서 도입된다.

산업상 이용가능성

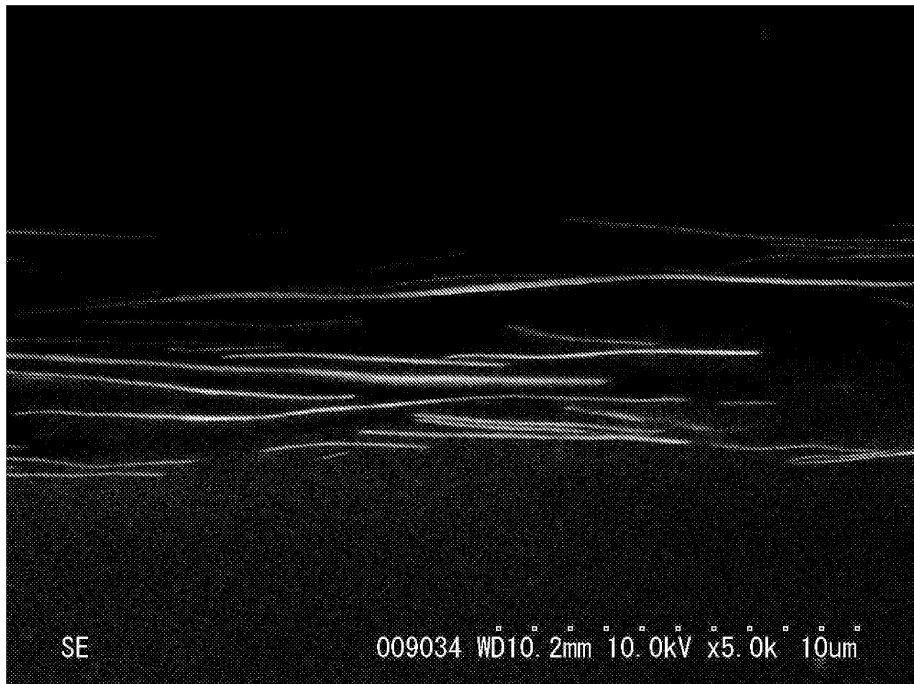
[0308] 본 발명의 알루미늄 안료는 자동차 바디나 자동차 내장용 부품의 고급 메탈릭 도료, 자동차 보수용 메탈릭 도료, 가전용 메탈릭 도료, 휴대 전화기, 스마트폰, PC, 태블릿, 카메라, 텔레비전 등의 광학 기기용 메탈릭 도료, PCM, 공업용 메탈릭 도료, 그라비아 인쇄, 오프셋 인쇄, 스크린 인쇄 등의 고급 메탈릭 인쇄 잉크 분야 및 고급 메탈릭 수지 혼련용의 재료로서, 산업상 이용가능성을 갖고 있다.

도면

도면1



도면2



도면3

