

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第5122075号
(P5122075)

(45) 発行日 平成25年1月16日(2013.1.16)

(24) 登録日 平成24年11月2日(2012.11.2)

(51) Int.Cl.

F I

C O 1 G 49/00 (2006.01)

C O 1 G 49/00

A

請求項の数 6 (全 9 頁)

(21) 出願番号	特願2006-14159 (P2006-14159)	(73) 特許権者	505422707
(22) 出願日	平成18年1月23日(2006.1.23)		ランクセス・ドイツランド・ゲーエムベ ーハー
(65) 公開番号	特開2006-206432 (P2006-206432A)		ドイツ・5 1 3 6 9・レーフェルクーゼン (番地なし)
(43) 公開日	平成18年8月10日(2006.8.10)		
審査請求日	平成20年12月22日(2008.12.22)	(74) 代理人	100064908
(31) 優先権主張番号	102005003356.3		弁理士 志賀 正武
(32) 優先日	平成17年1月25日(2005.1.25)	(74) 代理人	100089037
(33) 優先権主張国	ドイツ(DE)		弁理士 渡邊 隆
		(74) 代理人	100108453
			弁理士 村山 靖彦
		(74) 代理人	100110364
			弁理士 実広 信哉

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】還元安定性亜鉛フェライト顔料、それらの製造法およびそれらの使用

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

66.4重量%以下の酸化鉄(Fe_2O_3)含量および少なくとも0.08重量%のリチウム含量を有する亜鉛フェライト顔料。

【請求項 2】

HDP E中に組み入れられた場合、亜鉛フェライト顔料が、300で、4.0未満の、DIN53772およびDIN6174に対する色シフト E^* を示すことを特徴とする、請求項1に記載の亜鉛フェライト顔料。

【請求項 3】

HDP E中に組み入れられた場合、亜鉛フェライト顔料が、260で、3.0未満の、DIN53772およびDIN6174に対する色シフト E^* を示すことを特徴とする、請求項1または2に記載の亜鉛フェライト顔料。

【請求項 4】

DIN53772に従って調製されたHDP E試料試験片中で、亜鉛フェライト顔料が、51より高い、DIN6174に従って測定されたCIELAB単位の L^* 値を示すことを特徴とする、請求項1～3のいずれか一項に記載の亜鉛フェライト顔料。

【請求項 5】

DIN53772に従って調製されたHDP E試料試験片中で、亜鉛フェライト顔料が、34より高い、DIN6174に従って測定されたCIELAB単位の b^* 値を示すことを特徴とする、請求項1～4のいずれか一項に記載の亜鉛フェライト顔料。

10

20

【請求項 6】

請求項 1 ~ 5 のいずれか一項に記載の亜鉛フェライト顔料の製造法であって、亜鉛フェライト顔料の組成に対応する酸化亜鉛および酸化鉄の初期混合物を生じるか、または含んでなる原材料混合物、溶液または懸濁液が、

a) 焼成の前もしくは間に 1 つ以上のリチウム化合物と混合されるか、または

b) 焼成の後に 1 つ以上のリチウム化合物と混合され、次いで再び焼成されるか、

あるいは a) と b) との組み合わせであり、

それによって、焼成後、亜鉛フェライト顔料中に 0.08% ~ 0.8 重量% のリチウムが存在し、その酸化鉄 (Fe_2O_3) 含量が 66.4 重量% 以下であることを特徴とする製造法。

10

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、亜鉛フェライト顔料、それらの製造法およびそれらの使用に関する。特に、還元安定性の向上を特徴とする淡黄色亜鉛フェライト顔料に関する。

【背景技術】

【0002】

亜鉛フェライト顔料は、工業的な目的のために使用される。

【0003】

化学量論的組成、添加剤、粒度、晶癖および表面特性次第で、軟磁性体のための出発材料として、腐食防止剤として、または顔料として、スピネル格子で結晶化する亜鉛フェライトを使用することができる。

20

【0004】

「タン (Tan)」顔料は、非フェリ磁性顔料が英語圏で既知となった用語である。

【0005】

(特許文献 1) では、亜鉛フェライト顔料の製造を記載している。5 ~ 6 の pH 値および 49 ~ 52 の温度における酸化亜鉛または炭酸亜鉛での硫酸鉄 (II) 溶液からのオキシ水酸化鉄の沈殿物を濾過し、そして固体を洗浄、乾燥および焼成する。

【0006】

(特許文献 2) に従って、対応する鉄および亜鉛溶液からの共沈殿、その後の濾過、洗浄、乾燥および焼成、または水性懸濁液中で得られるオキシ水酸化鉄および酸化亜鉛の均質混合物の焼成のいずれかによって亜鉛フェライト顔料を製造する。例えば塩酸または塩化亜鉛のような触媒の添加を伴って、1000 までの温度で焼成を実行する。

30

【0007】

(特許文献 3) では、混合物にケイ酸アルカリ金属塩を添加することによって、亜鉛フェライトまたはマグネシウムフェライトを製造するための焼成の操作がいに改善され得るかを記載している。濾過のための凝集剤として硫酸アルミニウムを添加することができる。

【0008】

塩化物のない、着色的に純粋な (Tinctorially pure) 亜鉛フェライト顔料の焼成間に Al_2O_3 および P_2O_5 を形成する化合物を添加することについては、(特許文献 4) に記載されている。

40

【0009】

塗料産業用顔料としても亜鉛フェライト顔料が使用される。

【0010】

(特許文献 5) によれば、画定された粒径および表面積の針状 FeOOH および画定された表面積の酸化亜鉛を使用することによって添加剤の存在しない着色的に純粋な亜鉛フェライト顔料を得ることができる。「着色的に純粋な」または他の「飽和」色は、純粋スペクトル色である。明度によって、純白に達するまで色は彩度を失い、これは白化とも呼ばれる (例えば、(非特許文献 1) を比較のこと)。着色的に純粋な顔料は、着色試

50

験片における改善された色の知覚を最終使用者に与えるため、望ましい。

【 0 0 1 1 】

(特許文献 6) では、酸化チタンを添加することによって熱安定性黄色亜鉛フェライト顔料を製造する。熱安定性は、不活性または酸化環境での高温の適用 (例えば、セラミックの適用) において、着色効果に対して最小限の損失で、そして色合いの変化がわずかである状態で、これらの顔料を使用可能であることを意味する。

【 0 0 1 2 】

(非特許文献 2) では、得られる亜鉛フェライト顔料を一般的に記載している。

【 0 0 1 3 】

前記亜鉛フェライト顔料は、非常に優れた光安定性および天候安定性によって、そして空気またはセラミックのような酸化環境における高い熱安定性によって特徴付けられるため、例えば、それらは黄色酸化鉄および赤色酸化鉄のあまり熱安定性ではない混合物の代わりにも使用される。その結果として、従来技術の亜鉛フェライト顔料は、砂粒、珪灰れんが、エナメル、釉がけ、焼付け塗料およびプラスチックの着色、言い換えれば、主に不活性または酸化高温の適用における使用が見出されている。

【 0 0 1 4 】

前記亜鉛フェライト顔料は 7 0 0 より高い高温で様々な環境で製造されるが、特に有機材料を着色する場合、それらは様々な色変化度を受ける。従って、これらの系において、それらはもはや還元安定性とは見なされないことがしばしばあり得る。例えば、H D P E のようなプラスチックの着色間、亜鉛フェライト顔料による着色がもはやわからない約 2 5 0 より高い場合でさえ、より暗色で曇った明度への色合いのシフトが顕著であることが見出されている。これは特に、ポリアミドまたは A B S プラスチックのような比較的高い加工温度を必要とするプラスチックの着色に関する場合である。この色シフトは、 E^* 値によって特徴付けられ、熔融ポリマー内の還元環境によってもたらされる。すなわち、亜鉛フェライト顔料には十分な還元安定性がない。本明細書の目的のための還元安定性は、H D P E 試験片の色シフト E^* が、2 0 0 ~ 3 0 0 の組み入れ温度の上昇時に 0 . 7 単位以下の総量となることを意味する。

【 0 0 1 5 】

「H D P E」は、低圧下で製造された高密度ポリエチレンに関する略称である (D I N 7 7 2 8、パート 1 (1 9 8 8 年 1 月) による、英用語「h i g h d e n s i t y p o l y e t h y l e n e」から派生した)。略称 H D P E の代わりに、現在では略称 P E - H D が使用される傾向にある。3 0 0 0 0 0 g / モル未満のモル質量を有する従来の H D P E と同様に、より高いモル質量の高密度ポリエチレンが専門的な用途のために市販されており、「高分子量」H M W - H D P E ($4 \cdot 1 0 4 < M R < 3 \cdot 1 0 5$)、「エクストラ (e x t r a) 高分子量」($5 \cdot 1 0 5 < M R < 1 \cdot 5 \cdot 1 0 6$) および「超高分子量」U H M W - P E ($M R > 3 \cdot 1 \cdot 1 0 6$) と呼ばれる ((非特許文献 3))。

【 0 0 1 6 】

(特許文献 7) では、還元安定性亜鉛フェライト顔料の製造、それらの製造法およびそれらの使用を記載している。酸化亜鉛および酸化鉄の初期混合物にリチウム化合物を添加することによって、リチウムを含有する亜鉛フェライト顔料が製造される。これらの亜鉛フェライト顔料は、2 6 0 で、および参照として極めて最小の可能な試験温度 (2 0 0) で製造された試験片に関して、2 . 8 の、D I N 5 3 7 7 2 および D I N 6 1 7 4 に対する H D P E における色シフト E^* を示す。3 0 0 の加工温度で、5 . 0 単位の E^* 値を生じた。しかしながら、これらの亜鉛フェライト顔料の欠点は、それらが非常に暗色であることである。しかしながら、化学量論的亜鉛フェライトが製造される場合、これらの顔料は無ドーパの亜鉛フェライト顔料よりも、1 . 5 より高い L^* C I E L A B 単位 (D I N 5 3 7 7 2 に従って調製された H D P E 試料試験片において D I N 6 1 7 4 に従って測定される) で輝度において暗色であり、そして約 2 の C I E L A B 単位で色位置においてより青色である (C I E L A B 色系においてより小さい b^* 値によって特徴付けられる)。

10

20

30

40

50

【特許文献1】米国特許第3,832,455A1号明細書
【特許文献2】米国特許第2,904,395A1号明細書
【特許文献3】米国特許第4,222,790A1号明細書
【特許文献4】独国特許出願公開第31 36 279A1号明細書
【特許文献5】欧州特許出願公開第154919A1号明細書
【特許文献6】特開昭57-011829号公報
【特許文献7】独国特許出願公開第3 819 626A1号明細書

【非特許文献1】「Vom Punkt zum Bild」、F.ベステンライナー(F. Bestenreiner)、ヴィヒマン フェアラーク(Wichmann Verlag)1988年、ISBN 3-87907-164-0、第61頁

10

【非特許文献2】T.C.パットン(T.C. Patton)、顔料ハンドブック(Pigment Handbook)、第1巻、プロパティズ アンド エコノミクス(Properties and Economics)、第347頁および第348頁、ジョン ウィリー アンド サンズ(John Wiley & Sons)、ニューヨーク(New York)1973年

【非特許文献3】Roempp Lexikon Chemie - バージョン2.0、シュトゥットガルト/ニューヨーク(Stuttgart/New York):ゲオルグ ティーメ フェアラーク(Georg Thieme Verlag)1999年

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

20

【0017】

不変の還元安定性と、従来技術による還元安定性亜鉛フェライト顔料よりも高い色明度および高い黄色とを組み合わせる亜鉛フェライト顔料を提供することが本発明の目的であった。

【課題を解決するための手段】

【0018】

この目的は、66.4重量%以下の鉄含量および少なくとも0.08重量%のリチウム含量を有する亜鉛フェライト顔料によって達成される。鉄含量およびリチウム含量の決定法については実施例に明示される。

【発明を実施するための最良の形態】

30

【0019】

現在までの従来技術によれば、66.6重量%の鉄含量を有する亜鉛フェライト顔料の化学量論的組成物は、着色上(colouristically)最適な組成物である。しかしながら、66.6重量%の鉄含量を有する亜鉛フェライト顔料がリチウムイオンによってドーブされる場合、それにもかかわらず、還元安定性の改善は色値の著しい減少を伴う。

【0020】

しかしながら、鉄含量が66.6重量%未満、すなわち低い鉄含量まで低下され、従って化学量論的亜鉛フェライトが製造される場合、驚くべきことに、少なくとも0.08重量%のリチウムによるドーブの結果として、色位置は輝度L*および黄色値b*のそれぞれの場合で少なくとも1.5CIE L A B単位で増加することがわかる。

40

【0021】

HDP E中に組み入れられた場合、亜鉛フェライト顔料は、好ましくは、300で、4.0未満、好ましくは3.0未満の、DIN53772およびDIN6174に対する色シフトE*を示す。色シフトE*の測定法は実施例に明示される。

【0022】

HDP E中に組み入れられた場合、亜鉛フェライト顔料は、好ましくは、260で、3.0未満、好ましくは2.4未満の、DIN53772およびDIN6174に対する色シフトE*を示す。

【0023】

50

D I N 5 3 7 7 2 に従って調製された H D P E 試料試験片中で、亜鉛フェライト顔料は、好ましくは、5 1 より高い、好ましくは 5 2 より高い、D I N 6 1 7 4 に従って測定された C I E L A B 単位の L^* 値を示す。 L^* 値の測定法は実施例に明示される。

【 0 0 2 4 】

D I N 5 3 7 7 2 に従って調製された H D P E 試料試験片中で、亜鉛フェライト顔料は、好ましくは、3 4 より高い、好ましくは 3 5 より高い、D I N 6 1 7 4 に従って測定された C I E L A B 単位の b^* 値を示す。 b^* 値の測定法は実施例に明示される。

【 0 0 2 5 】

本発明は、亜鉛フェライト顔料の組成に対応する酸化亜鉛および酸化鉄の初期混合物を生じるか、または含んでなる原材料混合物、溶液または懸濁液が、

10

a) 焼成の前もしくは間に 1 つ以上のリチウム化合物と混合されるか、または
b) 焼成の後に 1 つ以上のリチウム化合物と混合され、次いで再び焼成されるか、
あるいは a) と b) との組み合わせであり、

それによって、焼成後、亜鉛フェライト顔料中に 0 . 0 8 % ~ 0 . 8 重量 % のリチウムが存在し、その鉄含量が 6 6 . 4 重量 % 以下であることを特徴とする亜鉛フェライト顔料の製造法にも関する。

【 0 0 2 6 】

本発明の還元安定性亜鉛フェライト顔料の製造目的のために使用可能なリチウム化合物は、好ましくは、炭酸リチウム、フッ化リチウム、塩化リチウム、酸化リチウム、水酸化リチウム、硫酸リチウム、硝酸リチウム、リン酸リチウム、ケイ酸リチウム、チタン酸リチウム、ジルコン酸リチウム、リチウムフェライト、リチウムジンケート、ホウ酸リチウム、アルミン酸リチウム、スズ酸リチウム、ケイ酸リチウムアルミニウムおよびさらに従来のリチウム塩またはリチウム塩含有化合物である。

20

【 0 0 2 7 】

実際上の理由から、なお濾過される懸濁液の場合、乾燥混合物およびわずかに可溶性のリチウム化合物の場合、炭酸リチウムの使用が好ましい。好ましくは、天然のリチウム含有鉱物を使用することも可能である。同様に好ましくは、有機リチウム化合物の添加も可能である。

【 0 0 2 8 】

本発明の方法の実質的に経済的な利点は、リチウム化合物の低レベルの添加により、5 0 ~ 1 0 0 だけ焼成温度を低くできることである。これは、必要とされる反応温度をもたらすためのエネルギーを節約することが可能であるため、環境上の利点でもある。

30

【 0 0 2 9 】

本発明は、インク、塗料、コーティング、建築材料、プラスチックおよび紙産業の製品を着色するために、食品における、焼付け塗料またはコイルコーティングにおける、砂粒、珪灰れんが、エナメルおよび釉がけにおける、ならびに医薬品産業の製品における、好ましくはタブレットにおける、亜鉛フェライト顔料の使用をさらに提供する。

【 0 0 3 0 】

プラスチック着色 (H D P E) の関連において必要とされる還元安定性は、6 6 . 4 重量 % 以下の鉄含量を有する全ての亜鉛フェライト顔料に対して達成される。従って、本発明の亜鉛フェライト顔料を、従来技術の亜鉛フェライト顔料よりも有効にプラスチック製造業において使用することができる。本発明の亜鉛フェライト顔料は、ポリアミドまたは A B S プラスチックへの組み入れに関して特に適切である。亜鉛フェライト中のリチウムの量がより高い場合、より暗色の茶色明度への顔料色合いのシフトは驚くべきほど小さく、これによって製造作業がより安定化され、従って、従来技術よりも経済的および環境的利点の特徴をなす。

40

【 0 0 3 1 】

個々の請求項の対象からのみならず、個々の請求項と他のものとの組み合わせからも、本発明の対象は明白である。明細書に開示される全てのパラメーターおよびそれらの任意の組み合わせに対して同様のコメントが適用される。

50

【 0 0 3 2 】

以下の実施例にて本発明を例証するが、それによって本発明を限定するものではない。

[実施例]

【 0 0 3 3 】

I . 使用された測定法の説明

A . 鉄含量の決定

「分析化学アトラス (T a s c h e n a t l a s d e r A n a l y t i k) 」、G . シュヴェット (G . S c h w e d t)、ティーム - フェアラー (T h i e m e - V e r l a g) 1996 年、I S B N 3 - 5 2 7 - 3 0 8 7 0 - 9 5 0 頁以下参照、に従って酸分解および電位差滴定によって鉄含量を測定した。この測定法は ± 0.24 重量 % の精度を有する。

10

【 0 0 3 4 】

B . リチウム含量の決定

原子発光分析によってリチウム含量を測定した (例えば、「分析化学アトラス (T a s c h e n a t l a s d e r A n a l y t i k) 」、G . シュヴェット (G . S c h w e d t)、ティーム - フェアラー (T h i e m e - V e r l a g) 1996 年、I S B N 3 - 5 2 7 - 3 0 8 7 0 - 9 9 4 頁以下を参照のこと)。この測定法は ± 0.001 重量 % の精度を有する。

【 0 0 3 5 】

C . 還元安定性 / 色シフト

20

H D P E における 1 % 染色によって、1981 年 9 月の D I N 5 3 7 7 2 に従って、H D P E において還元環境における色シフトの測定 (「還元安定性」) を実行する。200 の最小の可能な試験温度との比較において、組み入れ温度の増加時に試料試験片の色偏差を決定する。1979 年 1 月の D I N 6 1 7 4 に従って、H D P E において、300、260 および 200 (200 = 最小の可能な試験温度 = 参照) の組み入れ温度で製造された試料に関して、 E^* を決定する。

【 0 0 3 6 】

d / 8 測定幾何構造を有し、グロストラップのない分光光度計 (「比色計」) を使用した。この測定幾何構造は、I S O 7 7 2 4 / 2 - 1 9 8 4 (E) のセクション 4 . 1 . 1、D I N 5 0 3 3 パート 7 (1983 年 7 月) のセクション 3 . 2 . 4、および D I N 5 3 2 3 6 (1983 年 1 月) のセクション 7 . 1 . 1 に記載されている。

30

【 0 0 3 7 】

スペクトラフラッシュ (S P E C T R A F L A S H) F F 6 0 0 + 機器 (米国、データカラー インターナショナル コーポレーション (D a t a c o l o r I n t e r n a t i o n a l C o r p .)) を使用した。1984 年からの I S O 7 7 2 4 / 2 - 1 9 8 4 (E) セクション 8 . 3 に記載の白色セラミック常用標準に対して比色計を校正した。理想的な艶消し白色体に対する常用標準の参照データを比色計内に貯蔵し、そして白色常用標準によるその後の校正を行い、全ての色測定を理想的な艶消し白色体に関連付ける。比色計の製造業者からの黒色中空体を使用して、黒色点補正を実行した。

【 0 0 3 8 】

40

D . 色測定 - L^* 値および b^* 値の測定

色測定の結果は反射スペクトルである。比色の変数の校正が関係する限り、測定のためにどんな種類の光が使用されたかどうかということは重要ではない (蛍光試料の場合を除く)。反射スペクトルから、いずれの比色変数も算出可能である。この場合に使用される試料試験片に対する比色変数は、1979 年 1 月の D I N 6 1 7 4 に従って計算される (C I E L A B 値)。他のパラメーターの中でも、色値「 L^* 」および「 b^* 」は、D I N 6 1 7 4 に従って計算される。知覚された色に関しては、以下の場合である： b^* がポジティブであるほど、試験片は黄色であり、そして L^* が大きいほど試験片の知覚された色は明るい。

【 0 0 3 9 】

50

H D P Eにおいて、1981年9月のD I N 5 3 7 7 2 (セクション7 ~ 9 . 2)に従って試験片を調製した。

【0040】

グロストラップの存在はいずれも消される。比色計および試験片の温度は約25 ± 5であった。

【0041】

II . 実施例

A . 実施例1

45 gのゲーサイトおよび23.7 gの酸化亜鉛(99.8重量%のZ n Oを含有)を含有する均質水性懸濁液783 gを濾過し、約32重量%の乾燥固体を含有するフィルターケーキに0.73 gの炭酸リチウムを添加し、適切な混合アセンブリ中で成分を均質混合し、そして混合物を850 で約30分間焼成する。冷却後、0.2重量%のリチウムを含有するクリンカーを粉砕する。これによって、淡色の明黄 - 茶色顔料が生じる。酸分解および電位差滴定によるクリンカーの分析によって、63.8%の鉄含量が得られた。

【0042】

還元安定性 / 色シフトに関する得られた顔料の試験に関して：

・試験片を調製した。この場合、1981年9月のD I N 5 3 7 7 2に従ってH D P E中1重量%の染色を二軸スクリー押出機およびアルバーグマシン(A r b u r g m a c h i n e)に組み入れた。

・1979年1月のD I N 6 1 7 4に従って色シフトを測定した。この場合、260 および参照として最小の可能な試験温度(=200)において製造された試料に関して0.6 E * 単位の色シフトが測定された。300 の加工温度において、結果は1.6 E * 単位であった。200 の組み入れ温度における製品の色位置は、52.5 C I E L A B 単位の輝度 L * および36.1 C I E L A B 単位の黄色度 b * を与えた。

【0043】

B . 実施例1 - 比較

リチウムの添加を行なわなかったことを除き、実施例1と同様に、以下の特性が見出された。

【0044】

還元安定性 / 色シフトに関する得られた顔料の試験に関して：

・試験片を調製した。この場合、1981年9月のD I N 5 3 7 7 2に従ってH D P E中1重量%の染色を二軸スクリー押出機およびアルバーグマシン(A r b u r g m a c h i n e)に組み入れた。

・1979年1月のD I N 6 1 7 4に従って色シフトを測定した。この場合、260 および参照として最小の可能な試験温度(=200)において製造された試料に関して0.6 E * 単位の色シフトが測定された。300 の加工温度において、結果は1.6 E * 単位であった。200 の組み入れ温度における製品の色位置は、50.8 C I E L A B 単位の輝度 L * および33.3 C I E L A B 単位の黄色度 b * を与えた。

【0045】

C . 実施例2

45 gのゲーサイトおよび23.7 gの酸化亜鉛(99.8重量%のZ n Oを含有)を含有する均質水性懸濁液783 gを濾過し、約32重量%の乾燥固体を含有するフィルターケーキに1.46 gの炭酸リチウムを添加し、適切な混合アセンブリ中で成分を均質混合し、そして混合物を850 で約30分間焼成する。冷却後、0.4重量%のリチウムを含有するクリンカーを粉砕する。これによって、淡色の明黄 - 茶色顔料が生じる。酸分解および電位差滴定によるクリンカーの分析によって、63.4%の鉄含量が得られた。

【0046】

還元安定性 / 色シフトに関する得られた顔料の試験に関して：

・試験片を調製した。この場合、1981年9月のD I N 5 3 7 7 2に従ってH D P E中1重量%の染色を二軸スクリー押出機およびアルバーグマシン(A r b u r g m a c

10

20

30

40

50

h i n e) に組み入れた。

・ 1979年1月のD I N 6 1 7 4 に従って色シフトを測定した。この場合、260 および参照として最小の可能な試験温度(= 200)において製造された試料に関して1 . 0 E * 単位の色シフトが測定された。300 の加工温度において、結果は2 . 4 E * 単位であった。200 の組み入れ温度における製品の色位置は、52 . 4 C I E L A B 単位の輝度 L * および35 . 8 C I E L A B 単位の黄色度 b * を与えた。

【 0 0 4 7 】

D . 比較例 3

45 g のゲーサイトおよび20 . 7 g の酸化亜鉛(99 . 8 重量%のZ n O を含有) を含有する均質水性懸濁液783 g を濾過し、約32重量%の乾燥固体を含有するフィルタ 10
ターケーキに0 . 7 g の炭酸リチウムを添加し、適切な混合アセンブリ中で成分を均質混合し、そして混合物を850 で約30分間焼成する。冷却後、0 . 2 重量%のリチウムを含有するクリンカーを粉砕する。これによって、淡色の明黄 - 茶色顔料が生じる。酸分解および電位差滴定によるクリンカーの分析によって、67 . 3 %の鉄含量が得られた。

【 0 0 4 8 】

還元安定性 / 色シフトに関する得られた顔料の試験に関して :

・ 試験片を調製した。この場合、1981年9月のD I N 5 3 7 7 2 に従ってH D P E 中 1 重量%の染色を二軸スクリュウ押出機およびアルバーグマシン(A r b u r g m a c h i n e) に組み入れた。

・ 1979年1月のD I N 6 1 7 4 に従って色シフトを測定した。この場合、260 お 20
よび参照として最小の可能な試験温度(= 200)において製造された試料に関して2 . 5 E * 単位の色シフトが測定された。300 の加工温度において、結果は4 . 1 E * 単位であった。200 の組み入れ温度における製品の色位置は、50 . 5 C I E L A B 単位の輝度 L * および33 . 7 C I E L A B 単位の黄色度 b * を与えた。

【 0 0 4 9 】

【 表 1 】

表 1

	鉄含量 重量%	リチウム 含量 重量%	260°Cに おける ΔE*	300°Cに おける ΔE*	L*値 CIELAB 単位	b*値 CIELAB 単位
実施例1	63.8	0.2	0.6	1.6	52.5	36.1
実施例1ー比較	64.3	<0.001*	0.6	1.6	50.8*	33.3*
実施例2	63.4	0.4	1.0	2.4	52.4	35.8
実施例3ー比較	67.3*	0.2	2.5	4.1*	50.5*	33.7*
バイエルからの バイフェロックス® 3950	66.7*	<0.001*	10.3*	--	54.6	41.0
マピコ (Mapico) からの タン (TAN) ® 10	66.8*	<0.001*	5.9*	--	52.9	37.5

* = 必要条件に適合しない特性

フロントページの続き

(72)発明者 カールステン・ローゼンハーン

ドイツ・D - 4 7 7 9 9・クレフェルド・シラーシュトラッセ・9 1

(72)発明者 ウド・クロイター

ドイツ・D - 5 1 3 7 5・レヴァークーゼン・フェルクリンガー・シュトラッセ・2 4

(72)発明者 ラルフ・ゲルハルト・ケーニッヒ

ドイツ・D - 4 0 2 2 7・デュッセルドルフ・エラー・シュトラッセ・1 6 9

審査官 大工原 大二

(56)参考文献 特開平02 - 032169 (JP, A)

特開昭60 - 204627 (JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C 0 1 G 4 9 / 0 0 - 4 9 / 0 8