

(19) 日本国特許庁(JP)

## (12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第6203713号  
(P6203713)

(45) 発行日 平成29年9月27日(2017.9.27)

(24) 登録日 平成29年9月8日(2017.9.8)

(51) Int.Cl.	F 1
CO9C 1/36 (2006.01)	CO9C 1/36
CO1G 23/00 (2006.01)	CO1G 23/00
CO9D 201/00 (2006.01)	CO9D 201/00
CO9D 7/12 (2006.01)	CO9D 7/12

請求項の数 17 (全 15 頁)

(21) 出願番号	特願2014-519250 (P2014-519250)
(86) (22) 出願日	平成24年7月3日(2012.7.3)
(65) 公表番号	特表2014-524955 (P2014-524955A)
(43) 公表日	平成26年9月25日(2014.9.25)
(86) 国際出願番号	PCT/US2012/045370
(87) 国際公開番号	W02013/006602
(87) 国際公開日	平成25年1月10日(2013.1.10)
審査請求日	平成27年6月23日(2015.6.23)
(31) 優先権主張番号	61/505,347
(32) 優先日	平成23年7月7日(2011.7.7)
(33) 優先権主張国	米国(US)

(73) 特許権者	511193592 ザ シェファード カラー カンパニー
	アメリカ合衆国 オハイオ 45246, シンシナティ, デューズ ドライブ 4539
(74) 代理人	100088605 弁理士 加藤 公延
(74) 代理人	100130384 弁理士 大島 孝文
(72) 発明者	ホワイト・ジェームズ アメリカ合衆国、45013 オハイオ州 、ハミルトン、マリアン・ドライブ 35 50

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】赤外線を反射する色に使用される、低負荷チタン酸塩無機顔料

## (57) 【特許請求の範囲】

## 【請求項 1】

塗料ビヒクル中に、所望の色および赤外反射率を提供する量の複合無機チタン酸塩顔料を含む赤外反射率が高い塗料組成物であって、

前記顔料は、ある負荷レベルの着色金属酸化物成分および無色の金属酸化物成分を有し、前記負荷レベルが5重量%未満であり、平均粒径が0.3~5μmであり、

前記塗料組成物は、合計2%以下の有機顔料を含有し、

前記顔料は、ルチル形二酸化チタン系結晶構造を有し、前記無色の金属酸化物成分は、前記着色金属酸化物成分と共に前記結晶構造にドープされている、塗料組成物。

## 【請求項 2】

請求項1に記載の塗料組成物において、

前記顔料は、1~5μmの平均粒径を有する、塗料組成物。

## 【請求項 3】

請求項1または2に記載の塗料組成物において、

前記顔料は、前記負荷レベルが4%以下である、塗料組成物。

## 【請求項 4】

請求項1~3のいずれか1項に記載の塗料組成物において、

前記顔料は、前記負荷レベルが2%以下である、塗料組成物。

## 【請求項 5】

請求項1~4のいずれか1項に記載の塗料組成物において、

10

20

前記顔料は、1～3 μmの平均粒径を有する、塗料組成物。

【請求項 6】

請求項 1～5 のいずれか 1 項に記載の塗料組成物において、

前記顔料は、C.I. ピグメントブラウン 24、C.I. ピグメントブラウン 37、C.I. ピグメントブラウン 40、C.I. ピグメントブラウン 45、C.I. ピグメントイエロー 53、C.I. ピグメントイエロー 161、C.I. ピグメントイエロー 162、C.I. ピグメントイエロー 163、C.I. ピグメントイエロー 164、C.I. ピグメントイエロー 189、C.I. ピグメントブラック 12、C.I. ピグメントブラック 24、およびこれらの組み合わせから選択される顔料に基づく、塗料組成物。

【請求項 7】

10

請求項 1～6 のいずれか 1 項に記載の塗料組成物において、

合計 2 % 以下の他の顔料を含有する、塗料組成物。

【請求項 8】

請求項 1～6 のいずれか 1 項に記載の塗料組成物において、

合計 2 % 以下の他の TiO<sub>2</sub> 由来顔料を含有する、塗料組成物。

【請求項 9】

表面に視覚的な色および高い IR 反射率を与える方法において、

前記表面を、請求項 1～8 のいずれか 1 項に記載の塗料組成物でコーティングするステップを含む、方法。

【請求項 10】

20

プラスチック組成物において、

プラスチック基材と、

所望の色および赤外反射率を提供する量の複合無機チタン酸塩顔料と、

を含み、

前記顔料は、ある負荷レベルの着色金属酸化物成分および無色の金属酸化物成分を有し、前記負荷レベルが 5 重量 % 未満であり、平均粒径が 0.3～5 μm であり、

前記プラスチック組成物は、合計 2 % 以下の有機顔料を含有し、

前記顔料は、ルチル形二酸化チタン系結晶構造を有し、前記無色の金属酸化物成分は、前記着色金属酸化物成分と共に前記結晶構造にドープされている、組成物。

【請求項 11】

30

請求項 10 に記載のプラスチック組成物において、

前記顔料は、1～5 μm の平均粒径を有する、プラスチック組成物。

【請求項 12】

請求項 10 または 11 に記載のプラスチック組成物において、

前記顔料は、前記負荷レベルが 4 % 以下である、プラスチック組成物。

【請求項 13】

請求項 10～12 のいずれか 1 項に記載のプラスチック組成物において、

前記顔料は、C.I. ピグメントブラウン 24、C.I. ピグメントブラウン 37、C.I. ピグメントブラウン 40、C.I. ピグメントブラウン 45、C.I. ピグメントイエロー 53、C.I. ピグメントイエロー 161、C.I. ピグメントイエロー 162、C.I. ピグメントイエロー 163、C.I. ピグメントイエロー 164、C.I. ピグメントイエロー 189、C.I. ピグメントブラック 12、C.I. ピグメントブラック 24、およびこれらの組み合わせから選択される顔料に基づく、プラスチック組成物。

【請求項 14】

組成物において、

コンクリート、セラミック、およびガラスエナメルから選択された基材と、

所望の色および赤外反射率を提供する量の複合無機チタン酸塩顔料と、

を含み、

前記顔料は、ある負荷レベルの着色金属酸化物成分および無色の金属酸化物成分を有し、前記負荷レベルが 5 重量 % 未満であり、平均粒径が 0.3～5 μm であり、

50

前記組成物は、合計2%以下の有機顔料を含有し、  
前記顔料は、ルチル形二酸化チタン系結晶構造を有し、前記無色の金属酸化物成分は、  
前記着色金属酸化物成分と共に前記結晶構造にドープされている、組成物。

【請求項15】

請求項14に記載の組成物において、

前記顔料は、1~5μmの平均粒径を有する、組成物。

【請求項16】

請求項14または15に記載の組成物において、

前記顔料は、前記負荷レベルが4%以下である、組成物。

【請求項17】

請求項14~16のいずれか1項に記載の組成物において、

前記顔料は、C.I.ピグメントブラウン24、C.I.ピグメントブラウン37、C.I.ピグメントブラウン40、C.I.ピグメントブラウン45、C.I.ピグメントイエロー-53、C.I.ピグメントイエロー-161、C.I.ピグメントイエロー-162、C.I.ピグメントイエロー-163、C.I.ピグメントイエロー-164、C.I.ピグメントイエロー-189、C.I.ピグメントブラック12、C.I.ピグメントブラック24、およびこれらの組み合わせから選択される顔料に基づく、組成物。

【発明の詳細な説明】

【開示の内容】

【0001】

【技術分野】

この出願は、参照により本明細書に組み込まれる、2011年7月7日に出願された、WhiteおよびMontgomeryの米国仮特許出願第61/505,347号に基づき、その優先権を主張するものである。

【0002】

本発明は、着色顔料、特に、高レベルの赤外線(IR)反射率を示す着色顔料、の分野に関する。具体的には、本発明は、低いドーパント値(低負荷)のチタン酸塩系複合無機着色顔料(titanate-based complex inorganic color pigments)(CICP)、ならびに、プラスチック、塗料、コーティング、セラミック、およびガラスエナメルなどの物質を着色するのに使用され得る、IR反射率が高い材料の調合における、それらの顔料の使用に関する。

【0003】

【背景】

複合無機着色顔料は、結晶質の混合金属酸化物材料に基づく。この材料分類は、当技術分野では周知であり、例えば、Hugh MacDonald Smithによる「High Performance Pigments」(Wiley-VCH, 2002年)、および発行済みの冊子「Classification and Chemical Description of the Complex Inorganic Color Pigments」第3版(1991年、Colored Pigment Manufacturer's Association(以前はDry Color Manufacturer's Association))に記載されており、これらの資料はいずれも、参照により本明細書に組み込まれる。CICPを説明している別の参考文献は、参照により本明細書に組み込まれる、Pigment Handbook, Vol.1 Properties and Economics, 2<sup>nd</sup> Ed. (Peter A. Lewis(編集)、John Wiley & Sons、1988年)である(特に章C.e.2、C.e.3、C.e.6、C.e.7を参照)。

【0004】

「複合無機着色顔料」という用語の使用は、比較的最近のものである。これらの顔料は、セラミック顔料、合成無機複合体、および混合金属酸化物と呼ばれていた。複合無機着色顔料は、実際には、これらすべてである。複合無機着色顔料は、800~1,300の温度でか焼された、青紫色、青色、緑色、黄色、茶色および黒色の人工材料である。過去には、これらの顔料は、主に、セラミックの着色に使用された。今日では、それらは、プラスチックおよびコーティングを着色するのに使用される、最も重要な顔料分類の1

10

20

30

40

50

つである。複合無機着色顔料は、耐熱性であり、耐光性であり、化学的耐性があり、かつ耐候性である (weatherable) ことが知られている。

【0005】

染色剤 (Colors) または着色料は、顔料および染料から作られる。着色顔料製造者協会 (Color Pigment Manufacturer's Association) は、顔料を「有色、黒色、白色または螢光の微粒子の有機または無機個体であり、それらが中に組み込まれるビヒクルまたは基剤に通常不溶性であり、かつそのビヒクルまたは基剤により本質的には物理的および化学的に影響を受けない。これらは、光の選択的吸着および/または散乱により外観を変える。顔料は、例えばインク、塗料、プラスチックまたは他のポリマー材料の製造における適用のため、通常、ビヒクルまたは基剤中に分散される。顔料は終始、水晶質または微粒子構造を保持する」ものとして定義している。

【0006】

本発明は、従来の C I C P と比較して低い金属負荷 (ドーピング) レベルを有するチタン酸塩系 C I C P の製造および使用に関する。本発明の基盤として使用され得るチタン酸塩系顔料の例としては、以下が含まれる：

C . I . ピグメントブラウン 2 4  
 C . I . ピグメントブラウン 3 7  
 C . I . ピグメントブラウン 4 0  
 C . I . ピグメントブラウン 4 5  
 C . I . ピグメントイエロー 5 3  
 C . I . ピグメントイエロー 1 6 1  
 C . I . ピグメントイエロー 1 6 2  
 C . I . ピグメントイエロー 1 6 3  
 C . I . ピグメントイエロー 1 6 4  
 C . I . ピグメントイエロー 1 8 9  
 C . I . ピグメントブラック 1 2  
 C . I . ピグメントブラック 2 4。

10

20

【0007】

今日、商業目的の通常のさまざまなチタン酸塩系 C I C P 材料は、比較的高い金属ドーピングレベル (すなわち約 10 重量% 超) を有する。本明細書で使用される「ドーピングレベル」または「負荷レベル」は、チタン酸塩格子構造における TiO<sub>2</sub> の、重量での置換量を指す。例えば、C . I . ピグメントブラウン 2 4 は、酸化クロム (III) (着色酸化物) および酸化アンチモン (V) (無色の電荷均衡化酸化物 (colorless charge balancing oxide)) でドープされた、ルチル形二酸化チタン系結晶 (rutile titanium dioxide-based crystal) で作られる。セラミックの命名法における、その均一な顔料の典型的な組成は、Pigment Handbook の 383 ページに、Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> · Sb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> · 31TiO<sub>2</sub> のように記載されている。この化合物において、成分要素の重量パーセントは以下のとおりである：

30

Cr = 3 . 5 2 %  
 Sb = 8 . 2 5 %  
 Ti = 5 0 . 2 9 %  
 O = 3 7 . 9 4 %

40

合計のドーピング金属含量 (Cr (III) および Sb (V)) = 3 . 5 2 + 8 . 2 5 = 11 . 7 7 %。

【0008】

このような調合物、およびさらに高い金属負荷の、典型的には全 TiO<sub>2</sub> の約 10 ~ 約 20 重量% が Cr および Sb 酸化物で置換された、他の調合物は、一般的な商業的 C . I . ピグメントブラウン 2 4 顔料を説明している。今日の市場において最も従来的な C I C P は、約 20 % の置換レベルに近いドーピングレベルを有する傾向がある。従来の C I C P におけるドーピングが高レベルである理由は、2 つの部分からなる：第一に、より明る

50

い色を顔料に与えること、そして第二に、結果として得られる顔料に、良好な着色力 ( tinting strength ) を与えるのに役立つこと、である。

#### 【 0 0 0 9 】

ドープされたルチル形顔料は、以下の米国特許に記載されており、それらのうちのいずれも、5 %未満のドーピングレベルの例を記載しておらず、含んでもいいない：

米国特許第1,945,809号、Herbert、1934年2月6日発行

米国特許第2,257,278号、Schaumann、1941年9月30日発行

米国特許第3,022,186号、Hund、1962年2月20日発行

米国特許第3,832,205号、Lowery、1974年8月27日発行

米国特許第3,956,007号、Modly、1976年5月11日発行。

10

#### 【 0 0 1 0 】

以下の特許のそれぞれが、定められた顔料の何らかの性質を改善するために調節剤 ( modifier ) の使用を記載している。'175号特許では、赤外反射率の改善について論じている。これらの特許のいずれも、5 %を下回るドーピングレベルを示唆していない：

米国特許第4,844,741号、Knittel他、1989年7月4日発行

米国特許第4,919,723号、Wilhelm他、1990年4月24日発行

米国特許第5,006,175号、Modly、1991年4月9日発行

米国特許第5,192,365号、Modly、1993年3月9日発行

E P O 公開特許出願 1 0 7 8 9 5 6号、Reisacher他、2001年2月28日公開。

20

#### 【 0 0 1 1 】

最後に、P C T 公開済み特許出願 W O 2 0 1 1 / 1 0 1 6 5 7号 ( Edwards他、2011年8月25日公開 ) では、I R 反射率の改善をもたらすために、着色された有機顔料と共に、通常より大きなサイズでルチル形 T i O <sub>2</sub> を使用することを示唆している。着色されたチタン酸塩顔料も、この開示された組成物において、有機顔料と組み合わせられ得る。

#### 【 0 0 1 2 】

地表に到達する太陽放射は、約 3 0 0 ナノメートル ( n m ) から始まり、約 2 , 5 0 0 n m において赤外領域で次第に小さくなる、スペクトル領域を覆っている。太陽放射は、可視スペクトル領域でピークに達する。それでも、地表に到達する放射のおよそ 5 0 % が、I R スペクトル領域内にある。この I R 放射は、露出された物体の発熱 ( heat buildup ) に貢献する。この大部分が、基剤により吸収され熱に変換されて、これにより物体全体を加熱する、放射に起因する。この一例は、金属シートまたはシンダーブロックで建設され、温暖な地域 ( または熱帯地域でも ) に位置する、保存設備などのビルである。晩春および夏の間にこのビルに照りつける太陽は、赤外吸収の結果として、ビルの内部空間を加熱し、これにより、ビル内に保存される物質に影響を及ぼす。

30

#### 【 0 0 1 3 】

露出表面を、より冷たく保つために、表面の赤外 ( I R ) 反射率を増大させる努力が継続されている。表面から反射される太陽の I R 放射が多いほど、吸収が少なく、直接露出された際に表面が冷たく保たれる。より高い I R 反射率、およびより冷たい表面を達成することは、エネルギー消費の減少およびエネルギーコストの低下をもたらし得る。

40

#### 【 0 0 1 4 】

本発明は、着色材料を提供し、これらは、より一般的な従来の顔料の代わりにそれらの着色顔料が顔料として使用される物品において、太陽の I R 反射率を上昇させるのに有用なものである。

#### 【 0 0 1 5 】

##### 〔 概要 〕

本発明は、約 5 重量 % 未満 ( 例えば、約 2 重量 % 未満 ) の着色金属イオンおよびそれらの電荷均衡化イオンの負荷と、約 0 . 3 ~ 約 5 μ m ( 例えば、約 1 ~ 約 3 μ m ) の平均粒径と、を有する、複合無機チタン酸塩顔料に関する。

50

## 【0016】

本発明は、耐久性の高い色 (high durability color) を必要とする、赤外反射の高い塗料 (および他のコーティング) 組成物、ならびにプラスチック、セラミック、ガラスエナメル、コンクリートおよび他の系にも関し、これらは、有効量の、前記に定めた顔料を含む。最後に、本発明は、視覚的な色および高い赤外反射率の双方を有する表面を提供する方法に関し、この方法は、この表面を、前記に定めた塗料組成物でコーティングする工程を含む。

## 【0017】

本明細書で使用される、すべてのパーセンテージおよび割合は、特別の定めがない限り、「重量による」ものである。さらに、本明細書に列挙される参考文献はすべて、参照により本明細書に組み込まれる。

10

## 【0018】

## 〔詳細な説明〕

本明細書で使用される語句「有効量」は、望ましくない調合上の困難をもたらさずに、所望の色およびIR反射率を提供するように塗料または他の製品に組み込まれ得る顔料の量を意味する。

## 【0019】

さらに、本明細書で使用される語句、特定の構成要素を「実質的に含まない (substantially free)」とは、定められた製品が、約5重量%以下の特定の構成要素 (ここから、「実質的に含まない」と考えられる)、例えば、約2%以下のその構成要素、または約1%以下のその構成要素を含有することを意味する。

20

## 【0020】

本出願は、通常低レベル (すなわち低負荷) の着色および電荷均衡化酸化物金属ドーピング材料を含有する、さまざまな範囲のチタン酸塩系CIPの調製および使用に関連する。低負荷の着色および均衡化金属酸化物は、著しく高い赤外反射率のCICPを結果としてもたらす。これらの低負荷のCICPは、単独または組み合わせて使用されて、それらが利用される顔料材料中のIR反射率を高めることができる。

## 【0021】

本発明の低負荷チタン酸塩系CIPは、約5重量%未満の着色および電荷均衡化金属酸化物成分を含む。これらの材料の例示的な実施形態は、約4%以下のこのようなドーピング要素；約2%未満のこのようなドーピング要素；または、約1%以下のこのようなドーピング要素を含む。これらのレベルは、市販のCICP材料と比べて低いと考えられる。

30

## 【0022】

本発明のCICPを調製する際、純粋な構成酸化物 (pure constituent oxides) が、共に乾式混合され、未加工の材料ブレンドを形成する。このブレンドは、約800～約1,300の温度で、約4～約12時間にわたり、か焼される。か焼された製品は、冷却され、か焼後の顔料粒径 (pigmentary particle size post-calcining) まで粉碎される。例えば、ジェットミル (jet milling)、粉碎 (pulverizing) および当技術分野で既知の他の粒径減少技術を使用することができる。產生された粒子は、直径が約0.3～約5μm (約0.3～約5ミクロン)、例えば、直径が約0.5～約5μm (約0.5～約5ミクロン)、約1～約5μm (約1～約5ミクロン)、または約1～約3μm (約1～約3ミクロン) の平均サイズを有し得る。

40

## 【0023】

いったん調製されたら、顔料は、視覚的な色を与え、また、その与えられた視覚的な色について最大のIR反射率を提供するために、基剤を着色するのに使用される。高いIR反射率は、周囲の太陽光に曝露されることによる過剰な発熱性を回避することが望ましい場合に、必要である。CICPは、一般的には、化学物質、天候、光、および熱への耐性が必要となる厳しい適用 (demanding applications) において使用される。本発明は、これらのタイプの適用に特に有用であるが、これらに限定されるものではない。

50

## 【0024】

本発明の顔料は、組成物中の唯一の着色料として使用されてよく、または、他の染料および／もしくは顔料と組み合わせて使用されてもよい。一実施形態では、組成物は、本発明の顔料を含有し、有機顔料を実質的に含まない。

## 【0025】

本明細書に記載されるC I C Pは、例えば、塗料組成物中の着色要素として、または、着色を必要とするプラスチック、セラミック、コンクリート、もしくはガラスエナメルの物体といった物体中の着色要素として使用され得る。このような物体を作る方法は、当業者には周知である。塗料組成物中、顔料は、塗料ビヒクルおよび当業者には周知である他の従来の塗料成分と混合される。このような従来の塗料成分の例としては、結合剤；ビヒクル；溶媒；表面張力、流動特性、発泡、ウェットエッジ(wet edge)、スキニング(skinning)、凍結防止特性、および顔料安定性の調整剤；触媒；増粘剤；安定剤；乳化剤；品質改良剤(texturizers)；接着促進剤；UV安定剤；平坦化剤(flatteners)(つや消し剤)；ならびに殺生物剤が含まれる。

10

## 【0026】

本発明の一実施形態では、塗料組成物は、顔料材料として、本発明の低負荷顔料のみを含有するように調合され、任意の他の顔料材料を実質的に含まない。さらに、本発明の実施形態では、塗料組成物は、顔料材料として、本発明の低負荷顔料を含有するように調合され、他のすべてのチタン酸塩由来顔料材料を実質的に含まない。

## 【0027】

20

市販の(先行技術の)C I C Pでは、色および着色力を最大化するために使用される高い金属負荷は、より大きなスペクトルスケールにわたって拡大され、かつより強力となるように所望の視覚的な色を与える吸収帯を、結果としてもたらす。この効果により、商業的顔料は、視覚的にあまり反射しなくなるが、より重要なことには、IRスペクトル領域で反射率が低下する。この効果は、顔料に固有のものであり、色整合においてより多くの二酸化チタン白を加えることで完全に克服されるものではない。これをより具体的に述べると、本出願で定められる低負荷C I C Pは、一般的(先行技術の)商業グレードのC I C PとTiO<sub>2</sub>白との同等な組み合わせに比べて反射率が高い。この重要な相違は、本発明の有用性が認められるところである。本明細書で定められるような低負荷C I C Pは、より赤外反射率の高い色の組み合わせを作るのに使用され得る。これは、図1～図6に示す、本発明の低負荷C I C Pと比較した、一般的な商業的C I C Pの反射曲線の実施例により、最もよく示されている。

30

## 【0028】

大部分の不透明な色は、顔料の組み合わせを使用して作られる。淡い色のような単純な色は、着色顔料に白色顔料、最も典型的にはTiO<sub>2</sub>白を加えた組み合わせ物である。より複雑な色は、より多数の顔料を使用する。複数の調合物が実質的に同じ視覚的な色を与えることができる。しかしながら、顔料は、多岐にわたる赤外反射率を有し、特定の色整合において顔料を選択することは、結果として得られる色の全体的なIR反射率に大きな影響を与える。

## 【0029】

40

以下に、本発明の特定の実施例をいくつか記載する。これらの実施例は、本発明を利用して作製され得る、単に例示的な組成物である。本発明の範囲をこのような実施例で限定することは決して意図していない。

## 【0030】

実施例1 一般的な商業的無機顔料色整合と低負荷のC. I. ピグメントブラウン45

この実施例では、低負荷のC. I. ピグメントブラウン45が、TiO<sub>2</sub>、Mn<sub>3</sub>O<sub>4</sub>、WO<sub>3</sub>の顔料グレードの酸化物粉末を、425 TiO<sub>2</sub> : 2 WO<sub>3</sub> : 1 Mn<sub>3</sub>O<sub>4</sub>の割合で乾式混合することにより調製される。この乾式ブレンドは、空気中で、1, 100で5時間、か焼され、均一な淡褐色粉末を生じた。か焼された粉末は、平均粒径を1～3 μm(1～3ミクロン)の範囲に減少させるために、仕上げ粉碎される(finish m

50

illed)。この合成により、98%のTiO<sub>2</sub>を含有する、顔料グレードの材料が調製される。

【0031】

調製された低負荷のピグメントブラウン45は、評価のため、市販のアクリル性自動車塗料またはコーティングにされる。例としては、PPG DMR 499樹脂である。試験塗料は、液体塗料中、28.5%の顔料を有するようにされた。評価のため、この塗料は、例えば、0.254mm(10ミル)のバードゲージを使用して、均一なフィルムにおいて引き延ばされ(drawn down)、膜厚が0.0508~0.0762mm(2~3ミル)である、55%の顔料を含有する視覚的に不透明な乾燥フィルムを生じる。

【0032】

同様の視覚的に着色された塗料またはコーティングが、一般的な従来顔料；TiO<sub>2</sub>白と、C.I.ピグメントグリーン17と、C.I.ピグメントレッド101と、C.I.ピグメントブラウン24とのブレンドから調製される。色整合と呼ばれる、この顔料のブレンドは、総顔料(pigment total pigment)28.5%の、アクリル性塗料またはコーティングにされる。この塗料は、0.254mm(10ミル)のバードゲージを使用して、均一なフィルムにおいて引き延ばされ、膜厚が0.0508~0.0762mm(2~3ミル)である、55%の顔料を含有する視覚的に不透明な乾燥フィルムを生じる。

【0033】

これら2つのフィルムを比べると、それぞれの反射スペクトルは、300~2,500nmのスペクトル領域で測定される。スペクトルは、図1に示されている。図1には、(相対的な大きさ(relative scale)を使用した)波長の関数としての、地表における太陽放射の強度のマッピングも含まれている。

【0034】

このスペクトルプロットから、本発明の低負荷のピグメントブラウン45は、従来顔料で調合された塗料と比べた場合に、IR波長においてより反射率が高い色を作ることが、分かる。この差の重要性の尺度は、参考のために含まれる地表における太陽光の相対強度のプロットを見ることによって、分かり得る。太陽光の強度は、700~900nmの、より短いIR波長で最も高いことが分かる。この領域では、低負荷のピグメントブラウン45は、従来の顔料整合と比べた場合に、IR反射率において、最も大きな相違と利点を示している。

【0035】

1つの色と別の色とを太陽反射率において数字として比較する1つの方法は、総太陽反射率を測定する装置を使用することである。SSR-ERと呼ばれるこのような装置(例えば、Devices & Servicesが販売する、太陽スペクトル反射率計、モデルSSR-ER)は、(パーセントとして測定される)総太陽反射率として定義される比較上の数字(comparative number)を提供することができる。%TSRは、合計の太陽反射率を意味し、波長範囲200~2,500nm(太陽エネルギー)の反射率の値をとり、各波長について加重された、太陽入射放射線を適用する。この値は、どれほど熱い色が太陽光中にあるかを判断し、熱吸収および高いIR反射率の点で色を互いに対しランク付けするために、使用される。%TSRの値が高いほど、より多くのサンプルが太陽光を反射する。実施例1では、低負荷のブラウン45は、52%の%TSR値を有し、視覚的色整合は、46%の%TSRを有する。

【0036】

実施例2 一般的な市販用無機顔料色整合と低負荷のC.I.ピグメントイエロー-162 この実施例では、低負荷のC.I.ピグメントイエロー-162が、顔料グレードの酸化物粉末のTiO<sub>2</sub>、Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>を、312 TiO<sub>2</sub>:1 Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>:1 Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>の割合で乾式混合することにより、調製される。乾式ブレンドは、空気中、1,170で5時間にわたりか焼され、均一な淡黄色粉末を生じた。か焼された粉末は、平均粒径を1~3μm(1~3ミクロン)の範囲に減少させるために、仕上げ粉碎される。この合成により、98%のTiO<sub>2</sub>を含有する、顔料グレードの材料が調製される。

10

20

30

40

50

## 【0037】

調製された低負荷のピグメントイエロー162は、評価のため、市販のアクリル性自動車塗料またはコーティングにされる。例としては、PPG DMR 499樹脂である。試験塗料は、液体塗料中、28.5%の顔料を有するようにされた。評価のため、この塗料は、例えば、0.254mm(10ミル)のバードゲージを使用して、均一なフィルムにおいて引き延ばされ、膜厚が0.0508~0.0762mm(2~3ミル)である、55%の顔料を含有する視覚的に不透明な乾燥フィルムを生じる。

## 【0038】

同様の視覚的に着色された塗料またはコーティングが、一般的な従来顔料；TiO<sub>2</sub>白と、C.I.ピグメントイエロー53と、C.I.ピグメントレッド101と、C.I.ピグメントブラウン24とのブレンドから調製される。色整合と呼ばれる、この顔料のブレンドは、総顔料(pigment total pigment)28.5%の、アクリル性塗料またはコーティングにされる。この塗料は、0.254mm(10ミル)のバードゲージを使用して、均一なフィルムにおいて引き延ばされ、膜厚が0.0508~0.0762mm(2~3ミル)である、55%の顔料を含有する視覚的に不透明な乾燥フィルムを生じる。

## 【0039】

これらの塗料それぞれの反射スペクトルを測定する。スペクトルは、図2に示してある。

## 【0040】

低負荷のピグメントイエロー162は、従来の顔料整合組成物と比べた場合に、IR反射率が高い色を生じる。低負荷のピグメントイエロー161は、66%の%TSR値を有し、従来の顔料整合は、63%の%TSRを有する。

## 【0041】

実施例3 一般的な市販用無機顔料色整合と低負荷のC.I.ピグメントイエロー163  
この実施例では、低負荷のC.I.ピグメントイエロー163が、顔料グレードの酸化物粉末のTiO<sub>2</sub>、Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、WO<sub>3</sub>を、554 TiO<sub>2</sub> : 1 WO<sub>3</sub> : 1 Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>の割合で乾式混合することにより、調製される。乾式ブレンドは、空気中、1,100で5時間にわたりか焼され、均一な淡褐色粉末を生じた。か焼された粉末は、平均粒径を1~3μm(1~3ミクロン)の範囲に減少させるために、仕上げ粉碎される。この合成により、99%のTiO<sub>2</sub>を含有する、顔料グレードの材料が調製される。

## 【0042】

調製された低負荷のピグメントイエロー163は、評価のため、市販のアクリル性自動車塗料またはコーティングにされる。例としては、PPG DMR 499樹脂である。試験塗料は、液体塗料中、28.5%の顔料を有するようにされた。評価のため、この塗料は、例えば、0.254mm(10ミル)のバードゲージを使用して、均一なフィルムにおいて引き延ばされ、膜厚が0.0508~0.0762mm(2~3ミル)である、55%の顔料を含有する視覚的に不透明な乾燥フィルムを生じる。

## 【0043】

同様の視覚的に着色された塗料またはコーティングが、一般的な従来顔料；TiO<sub>2</sub>白と、C.I.ピグメントイエロー53と、C.I.ピグメントブラウン24とのブレンドから調製される。色整合と呼ばれる、この顔料のブレンドは、総顔料(pigment total pigment)28.5%の、アクリル性塗料またはコーティングにされる。この塗料は、0.254mm(10ミル)のバードゲージを使用して、均一なフィルムにおいて引き延ばされ、膜厚が0.0508~0.0762mm(2~3ミル)である、55%の顔料を含有する視覚的に不透明な乾燥フィルムを生じる。

## 【0044】

これらの塗料それぞれの反射スペクトルが測定され得る。それらは、図3に示してある。

## 【0045】

低負荷のピグメントイエロー163は、従来の色整合顔料で作られた顔料と比べた場合

10

20

20

30

40

40

50

に、IR反射率が高い色を生じる。低負荷のピグメントイエロー-163は、70%の%TSR値を有し、色整合顔料は、66%の%TSRを有する。

【0046】

実施例4 一般的な市販用無機顔料色整合と低負荷のC.I.ピグメントイエロー-164

この実施例では、低負荷のC.I.ピグメントイエロー-164が、顔料グレードの酸化物粉末の $TiO_2$ 、 $Mn_3O_4$ 、 $Sb_2O_3$ を、164  $TiO_2$  : 2  $Sb_2O_3$  : 1  $Mn_3O_4$ の割合で乾式混合することにより、調製される。乾式ブレンドは、空気中、1,050で5時間にわたりか焼され、均一な淡褐色粉末を生じた。か焼された粉末は、平均粒径を1~3 $\mu m$ (1~3ミクロン)の範囲に減少させるために、仕上げ粉碎される。この合成により、98%の $TiO_2$ を含有する、顔料グレードの材料が調製される。

10

【0047】

調製されたピグメントイエロー-164は、評価のため、市販の硬質PVCブラークにされる。例としては、Georgia Gulf Type 3304-AT00である。試験ブラークは、完成したブラーク中に、合計5%の顔料を有するようにされた。評価のため、この顔料およびPVC樹脂は、乾燥混合され、その後、溶解され、プレス成型されて、色および反射率測定のための平らなブラークを形成する。

【0048】

同様の視覚的に着色されたPVCブラークが、一般的な従来顔料； $TiO_2$ 白と、C.I.ピグメントイエロー-164と、C.I.ピグメントレッド101と、C.I.ピグメントブラウン24とのブレンドから調製される。色整合と呼ばれる、この顔料のブレンドは、前述のように、総顔料5%のPVCブラークにされる。このブラークは、評価のため、前述したのと同様の方法で、作られる。

20

【0049】

前述のように調製されたサンプルの反射率曲線は、図4に示してある。低負荷のピグメントイエロー-164は、従来の顔料整合と比べてIR反射率が高い、等価な視覚的な色を生じる。反射率曲線の考察は、600~1,000nmのスペクトル領域で、低負荷のピグメントイエロー-164のIR反射率が高いことを示している。この差の結果として、低負荷のピグメントイエロー-164は、55%の%TSR値を有し、従来の顔料整合は、53%と低い。

【0050】

30

実施例5 一般的な市販用無機顔料色整合と低負荷のC.I.ピグメントブラウン24

この実施例では、低負荷のC.I.ピグメントブラウン24が、顔料グレードの酸化物粉末の $TiO_2$ 、 $Cr_2O_3$ 、 $Sb_2O_3$ を、164  $TiO_2$  : 2  $Sb_2O_3$  : 1  $Cr_2O_3$ の割合で乾式混合することにより、調製される。乾式ブレンドは、空気中、1,050で5時間にわたりか焼され、均一な淡黄色粉末を生じた。か焼された粉末は、平均粒径を1~3 $\mu m$ (1~3ミクロン)の範囲に減少させるために、仕上げ粉碎される。この合成により、98%の $TiO_2$ を含有する、顔料グレードの材料が調製される。

【0051】

調製されたピグメントブラウン24は、評価のため、市販の硬質PVCブラークにされる。例としては、Georgia Gulf Type 3304-AT00である。試験ブラークは、完成したブラーク中に、合計5%の顔料を有するようにされた。評価のため、この顔料およびPVC樹脂は、乾燥混合され、その後、溶解され、プレス成型されて、色および反射率測定のための平らなブラークを形成する。

40

【0052】

同様の視覚的に着色されたPVCブラークが、一般的な従来顔料； $TiO_2$ 白と、C.I.ピグメントイエロー-53と、C.I.グリーン17と、C.I.ピグメントブラウン24とのブレンドから調製される。色整合と呼ばれる、この顔料のブレンドは、前述のように、総顔料5%のPVCブラークにされる。このブラークは、評価のため、前述したのと同様の方法で作られる。

【0053】

50

前述のように調製されたサンプルの反射率曲線は、図5に示してある。低負荷のピグメントブラウン24は、従来の顔料整合と比べてIR反射率が高い、等価の視覚的な色を生じる。反射率曲線の考察は、650～850nmのスペクトル領域で、低負荷のピグメントイエロー164のIR反射率が高いことを示している。この差の結果として、低負荷のピグメントイエロー164は、70%の%TSR値を有し、従来の顔料整合は、68%と低い。

#### 【0054】

実施例6 一般的な市販用無機顔料色整合と低負荷のC.I.ピグメントイエロー164

この実施例では、低負荷のC.I.ピグメントイエロー164が、顔料グレードの酸化物粉末のTiO<sub>2</sub>、Sb<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、Mn<sub>3</sub>O<sub>4</sub>、WO<sub>3</sub>を、173 TiO<sub>2</sub> : 1.1 Sb<sub>2</sub>O<sub>3</sub> : 1 Mn<sub>3</sub>O<sub>4</sub> : 0.2 WO<sub>3</sub>の割合で乾式混合することにより、調製される。乾式ブレンドは、空気中、1,000で5時間にわたりか焼され、均一な淡褐色粉末を生じた。か焼された粉末は、平均粒径を1～3μm(1～3ミクロン)の範囲に減少させるために、仕上げ粉碎される。この合成により、96%のTiO<sub>2</sub>を含有する、顔料グレードの材料が調製される。

#### 【0055】

調製されたピグメントイエロー164は、評価のため、市販の硬質PVCブラークにされる。例としては、Georgia Gulf Type 3303-AT00である。試験ブラークは、完成したブラーク中に、合計5%の顔料を有するようにされた。評価のため、この顔料およびPVC樹脂は、乾燥混合され、その後、溶解され、プレス成型されて、色および反射率測定のための平らなブラークを形成する。

#### 【0056】

比較のために、2つの同様の視覚的に着色されたPVCブラークが、PVCサイディング(PVC siding)にも使用される同様の色空間の一般的な従来顔料のブレンドから調製される。この比較のために、等しい明暗値(equal light/dark value)(等しいL\*値)を有する色を生じるため、従来顔料のサンプルが、TiO<sub>2</sub>白でカットされる。

#### 【0057】

第1のサンプルは、69%のTiO<sub>2</sub>白と31%のC.I.ピグメントブラウン33との混合物から作られる。この顔料ブレンドは、前述のように総顔料が7.2%のPVCブラークにされる。このブラークは、評価のために、前述したのと同様の方法で作られる。

#### 【0058】

第2のブラークは、80%のTiO<sub>2</sub>白と20%のC.I.ピグメントブラック12との混合物から調製される。この顔料ブレンドは、前述のように総顔料が6.2%のPVCブラークにされる。このブラークは、評価のために、前述したのと同様の方法で作られる。

#### 【0059】

各PVCブラークの反射率スペクトルを測定した。それらは、図6に示してある。

#### 【0060】

本発明の顔料、特にそれらの顔料を使用して調合された塗料またはプラスチック組成物が、本発明の顔料の色と整合するように調合された従来顔料と比較した場合に、より高い赤外反射率を示すことを、これらの実施例6つすべてが証明している。

#### 【0061】

本発明の他の低負荷のチタン酸塩顔料を使用して、または、低負荷の顔料を、例えば、他のタイプの塗料、プラスチック、セラミック、ガラスエナメル、もしくはコンクリート調合物に使用した場合に、同様の結果が見られる。

#### 【0062】

##### 〔実施の態様〕

###### (1) 複合無機チタン酸塩顔料において、

約5重量%未満の着色金属イオンおよびそれらの電荷均衡化イオンの負荷と、

約0.3～約5μmの平均粒径と、

10

20

30

40

50

を有する、複合無機チタン酸塩顔料。

(2) 実施態様1に記載の顔料において、

約1～約5μmの平均粒径を有する、顔料。

(3) 実施態様2に記載の顔料において、

約4%以下の着色金属イオンおよびそれらの電荷均衡化イオンの負荷を有する、顔料。

(4) 実施態様3に記載の顔料において、

約2%以下の着色金属イオンおよびそれらの電荷均衡化イオンの負荷を有する、顔料。

(5) 実施態様4に記載の顔料において、

約1%以下の着色金属イオンおよびそれらの電荷均衡化イオンの負荷を有する、顔料。

【0063】

10

(6) 実施態様3に記載の顔料において、

約1～約3μmの平均粒径を有する、顔料。

(7) 実施態様6に記載の顔料において、

C.I. ピグメントブラウン24、C.I. ピグメントブラウン37、C.I. ピグメントブラウン40、C.I. ピグメントブラウン45、C.I. ピグメントイエロー53、C.I. ピグメントイエロー161、C.I. ピグメントイエロー162、C.I. ピグメントイエロー163、C.I. ピグメントイエロー164、C.I. ピグメントイエロー189、C.I. ピグメントブラック12、C.I. ピグメントブラック24、およびこれらの組み合わせから選択される顔料に基づく、顔料。

(8) 赤外反射率が高い塗料組成物において、

20

塗料ビヒクル中に、有効量の実施態様1に記載の顔料を含む、塗料組成物。

(9) 赤外反射率が高い塗料組成物において、

塗料ビヒクル中に、有効量の実施態様4に記載の顔料を含む、塗料組成物。

(10) 赤外反射率が高い塗料組成物において、

塗料ビヒクル中に、有効量の実施態様6に記載の顔料を含む、塗料組成物。

【0064】

(11) 実施態様8に記載の塗料組成物において、

他の顔料を実質的に含まない、塗料組成物。

(12) 実施態様8に記載の塗料組成物において、

他のTiO<sub>2</sub>由来顔料を実質的に含まない、塗料組成物。

30

(13) 表面に視覚的な色および高いIR反射率を与える方法において、

前記表面を、実施態様8に記載の塗料組成物でコーティングするステップを含む、方法。

(14) 表面に視覚的な色および高いIR反射率を与える方法において、

前記表面を、実施態様9に記載の塗料組成物でコーティングするステップを含む、方法。

(15) 表面に視覚的な色および高いIR反射率を与える方法において、

前記表面を、実施態様10に記載の塗料組成物でコーティングするステップを含む、方法。

【0065】

40

(16) プラスチック組成物において、

プラスチック基材と、

有効量の実施態様4に記載の顔料と、

を含む、組成物。

(17) プラスチック組成物において、

プラスチック基材と、

有効量の実施態様6に記載の顔料と、

を含む、組成物。

(18) 組成物において、

コンクリート、セラミック、およびガラスエナメルから選択された基材と、

50

有効量の実施態様 4 に記載の顔料と、  
を含む、組成物。

【図面の簡単な説明】

【0066】

【図 1】実施例 1 に記載される、本発明の顔料を含有する塗料、および従来の顔料を含有する対照塗料の、反射スペクトルを示す。

【図 2】実施例 2 に記載される、本発明の顔料を含有する塗料、および従来の顔料を含有する対照塗料の、反射スペクトルを示す。

【図 3】実施例 3 に記載される、本発明の顔料を含有する塗料、および従来の顔料を含有する対照塗料の、反射スペクトルを示す。

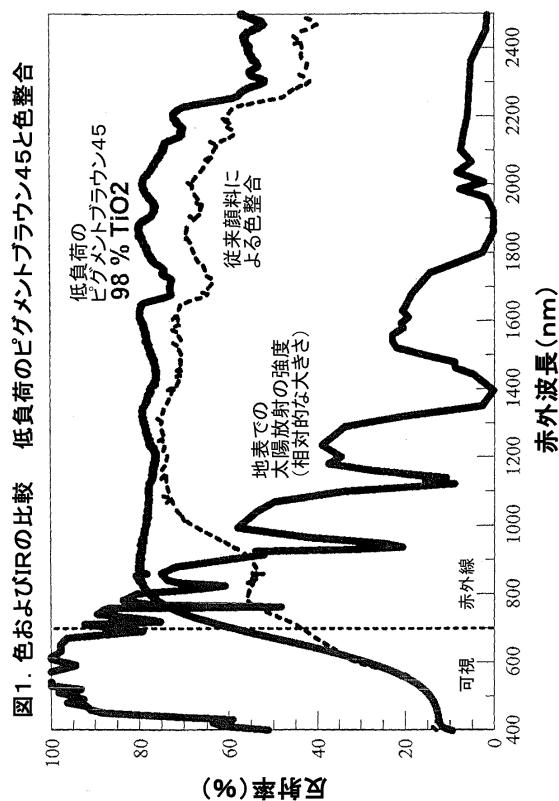
【図 4】実施例 4 に記載される、本発明の顔料を含有する着色 PVC プラーク、および従来の顔料を含有する対照 PVC プラークの、反射スペクトルを示す。

【図 5】実施例 5 に記載される、本発明の顔料を含有する着色 PVC プラーク、および従来の顔料を含有する対照 PVC プラークの、反射スペクトルを示す。

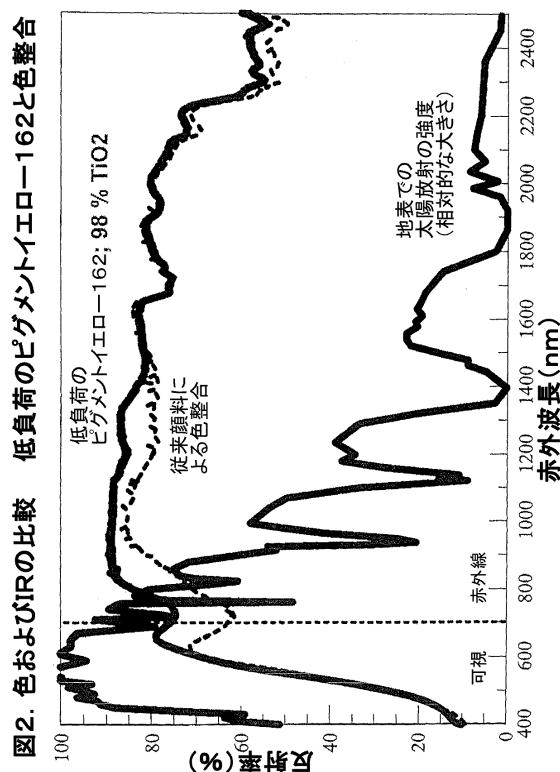
【図 6】実施例 6 に記載される、本発明の顔料を含有する着色 PVC プラーク、および従来の顔料を含有する 2 つの対照 PVC プラークの、反射スペクトルを示す。

10

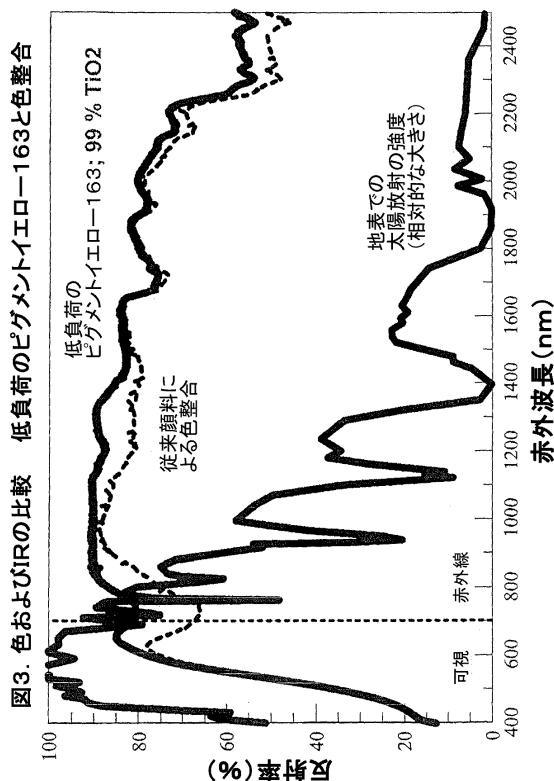
【図 1】



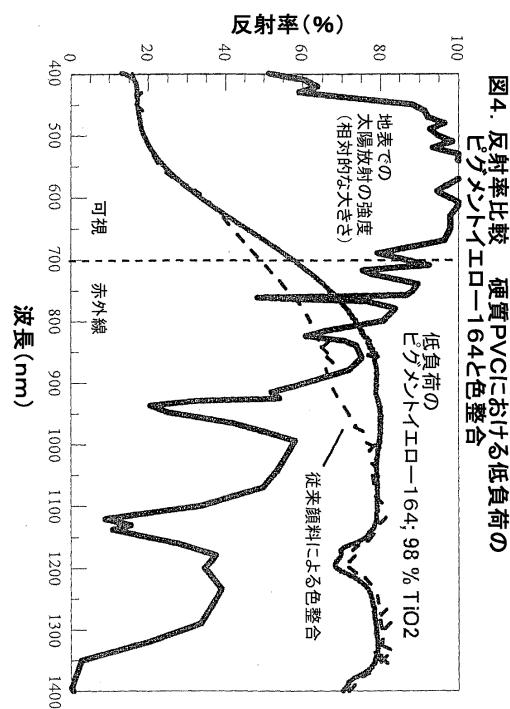
【図 2】



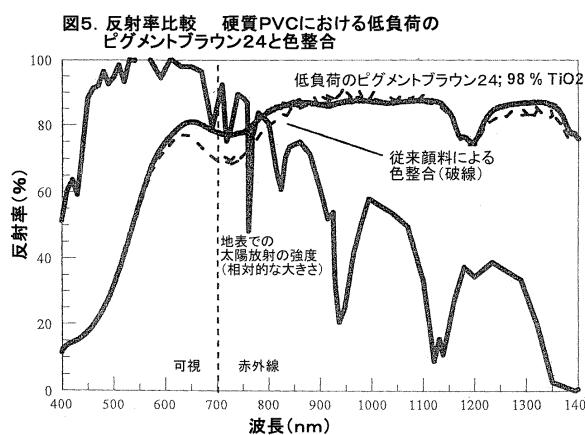
【図3】



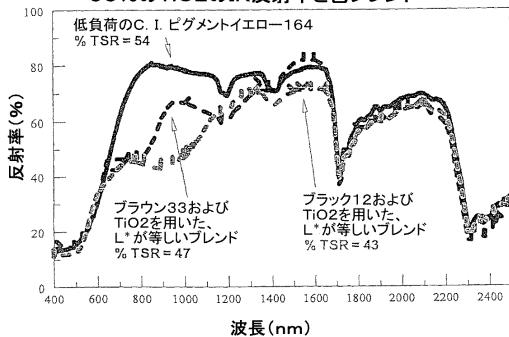
【図4】



【図5】



【図6】

図6. 硬質PVCにおける低負荷のC. I. イエロー-164、96%のTiO<sub>2</sub>のIR反射率と色ブレンド

---

フロントページの続き

(72)発明者 モンゴメリー・ドリス

アメリカ合衆国、45030 オハイオ州、ハリソン、ウォーキングファーン・ドライブ 104  
70

審査官 亀ヶ谷 明久

(56)参考文献 国際公開第2009/136141 (WO, A1)

特開平07-069636 (JP, A)

KEMP T J ET AL, Transition metal-doped titanium(IV) dioxide: Characterisation and influence on photodegradation of poly(vinyl chloride), POLYMER DEGRADATION AND STABILITY, 英国, 2006年 1月 1日, Vol.91, No.1, 165-194

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C09C 1/36

C01G 23/00