

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第6340441号
(P6340441)

(45) 発行日 平成30年6月6日 (2018.6.6)

(24) 登録日 平成30年5月18日 (2018.5.18)

(51) Int. Cl.	F I
C O 9 C 1/00 (2006.01)	C O 9 C 1/00
C O 8 L 27/06 (2006.01)	C O 8 L 27/06
C O 8 K 13/06 (2006.01)	C O 8 K 13/06
C O 9 C 1/24 (2006.01)	C O 9 C 1/24
C O 9 C 1/04 (2006.01)	C O 9 C 1/04

請求項の数 16 (全 17 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号	特願2016-573947 (P2016-573947)
(86) (22) 出願日	平成27年6月17日 (2015.6.17)
(65) 公表番号	特表2017-526758 (P2017-526758A)
(43) 公表日	平成29年9月14日 (2017.9.14)
(86) 国際出願番号	PCT/EP2015/063632
(87) 国際公開番号	W02015/193391
(87) 国際公開日	平成27年12月23日 (2015.12.23)
審査請求日	平成28年12月16日 (2016.12.16)
(31) 優先権主張番号	14173007.7
(32) 優先日	平成26年6月18日 (2014.6.18)
(33) 優先権主張国	欧州特許庁 (EP)

(73) 特許権者	505422707 ランクセス・ドイツランド・ゲーエムベ ーハー ドイツ・50569・ケルン・ケネディブ ラッツ・1
(74) 代理人	100108453 弁理士 村山 靖彦
(74) 代理人	100110364 弁理士 実広 信哉
(74) 代理人	100133400 弁理士 阿部 達彦
(72) 発明者	クシシュトフ・クロベック ドイツ・47804・クレーフルト・ア ム・メルターホフ・106

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 PVCを着色するための、コーティングされた顔料と脂肪酸塩との混合物

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

・ 酸化鉄、オキシ水酸化鉄、亜鉄酸亜鉛、酸化亜鉛、亜鉄酸マグネシウム、および亜鉄酸マンガンの群から選択される少なくとも1種の無機化合物を含み、前記少なくとも1種の無機化合物は、マグネシウムおよびカルシウムの水酸化物または酸化物の少なくとも1種を含むコーティングを備えたものであり、コーティングされた顔料を基準にして、前記マグネシウムの水酸化物および/もしくは酸化物は、0.3重量%～30重量%のマグネシウムを含み、ならびに/または、前記カルシウムの水酸化物および/もしくは酸化物は、0.001重量%～0.1重量%のカルシウムを含むものである、少なくとも1種の顔料、および

・ 少なくとも1種の、一般式 $C_n H_{2n+1} COOH$ (I)、 $C_n H_{2n-1} COOH$ (II)、 $C_n H_{2n-3} COOH$ (III) および/または $C_n H_{2n-5} COOH$ (IV) (ここで $n = 10 \sim 20$ 、好ましくは $15 \sim 19$ である) の脂肪酸のカルシウム塩またはマグネシウム塩、を含む混合物。

【請求項 2】

前記混合物の中に存在する前記顔料が、酸化鉄、オキシ水酸化鉄、亜鉄酸亜鉛、酸化亜鉛、亜鉄酸マグネシウム、および亜鉄酸マンガンの群から選択される少なくとも1種の無機化合物からなり、前記少なくとも1種の無機化合物が、マグネシウムおよびカルシウムの水酸化物または酸化物の少なくとも1種を含むコーティング、好ましくは、マグネシウ

ムまたはカルシウムの水酸化物の少なくとも１種を含むコーティングを備えている、請求項１に記載の混合物。

【請求項３】

前記混合物の中に存在する前記顔料の中の前記コーティングが、前記少なくとも１種の無機化合物に直接結合されている、請求項１または２に記載の混合物。

【請求項４】

前記混合物が、マグネシウムおよびカルシウム元素の含量の合計として計算して、０．３重量％～３０重量％、好ましくは０．５重量％～２５重量％、より好ましくは１重量％～２０重量％のマグネシウムおよびカルシウムを含み、ここで前記マグネシウムおよびカルシウム元素の含量の総合計は前記混合物の全重量を規準としたものである、請求項１～

10

【請求項５】

前記混合物が、０．２重量％～１５重量％の、少なくとも１種の、一般式 $C_n H_{2n+1} COOH$ (I)、 $C_n H_{2n-1} COOH$ (II)、 $C_n H_{2n-3} COOH$ (III) および／または $C_n H_{2n-5} COOH$ (IV) の脂肪酸のカルシウム塩またはマグネシウム塩、好ましくはステアリン酸カルシウムおよび／またはステアリン酸マグネシウムを含む、請求項１～４のいずれか一項に記載の混合物。

【請求項６】

プラスチック製品であって、

- ・ 請求項１～５のいずれか一項に記載の少なくとも１種の混合物、および
- ・ ポリマーの少なくとも５０重量％、好ましくは少なくとも８０重量％が、塩化ビニルのモノマーから形成されている、少なくとも１種のポリマー

を含み、上述の成分が、前記プラスチック製品の全重量を規準にして、合計して好ましくは４０重量％～１００重量％、より好ましくは７０重量％～１００重量％となる、プラスチック製品。

20

【請求項７】

１０重量％～９０重量％、好ましくは２０重量％～７０重量％、または０．１重量％～１０重量％、好ましくは０．５重量％～５重量％の、請求項１～５のいずれか一項に記載の混合物を含む、請求項６に記載のプラスチック製品。

【請求項８】

前記プラスチック製品の中に存在しているポリマーの量を基準にして、０重量％～１５重量％、好ましくは０重量％～１２重量％の可塑剤を含む、請求項６または７に記載のプラスチック製品。

30

【請求項９】

粉体状のポリマーと、請求項１～５のいずれか一項に記載の混合物との混合物を含む、請求項６～８のいずれか一項に記載のプラスチック製品。

【請求項１０】

請求項１～５のいずれか一項に記載の混合物を製造するための方法であって、前記混合物を得るために、少なくとも以下の工程：

a) 酸化鉄、オキシ水酸化鉄、亜鉄酸亜鉛、酸化亜鉛、亜鉄酸マグネシウム、および亜鉄酸マンガンの群から選択される少なくとも１種の無機化合物の水性懸濁液を準備する工程、および

40

b) 工程 a) からの前記懸濁液に対して、マグネシウム塩および／またはカルシウム塩を好ましくは溶解させた形態で追加し、次いで、該懸濁液に対して、アルカリ金属水酸化物、アルカリ土類金属水酸化物およびアンモニアの群から選択される沈降剤を、好ましくは溶解させた形態で追加することによって、前記無機化合物の上に、マグネシウムまたはカルシウムの水酸化物または酸化物の少なくとも１種のコーティングを沈降させる工程、または

b') 工程 a) からの前記懸濁液に対して、アルカリ金属水酸化物、アルカリ土類金属水

50

酸化物、およびアンモニアの群から選択される沈降剤を、好ましくは溶解させた形態で追加し、次いで、該懸濁液に対して、マグネシウム塩および/またはカルシウム塩を、好ましくは溶解させた形態で追加することによって、前記無機化合物の上に、マグネシウムまたはカルシウムの水酸化物または酸化物の少なくとも1種のコーティングを沈降させる工程、

および

c) 前記顔料を単離する工程、および/または

c') 前記顔料を洗浄する工程、および/または

c'') 前記顔料を乾燥させる工程、および/または

c''') 顔料を微粉砕する工程、

10

および

d) 工程c'') から得られた前記顔料を、少なくとも1種の、一般式(I)、(II)、(III)、および/または(IV)の脂肪酸のカルシウム塩またはマグネシウム塩、好ましくはステアリン酸マグネシウムおよび/またはステアリン酸カルシウムと混合する工程、を含む、方法。

【請求項11】

焼成工程、好ましくは600より高温での焼成工程を実施しない、請求項10に記載の混合物を製造するための方法。

【請求項12】

請求項1～5のいずれか一項に記載の混合物と共に、ポリマーを混練加工または押出し加工することによる、請求項6～9のいずれか一項に記載のプラスチック製品を製造するための方法。

20

【請求項13】

請求項1～5のいずれか一項に記載の少なくとも1種の混合物と粉体状のPVCとを混合することによる、好ましくは前記構成成分を前記プラスチックの融点よりも0.5～20K低い温度で混合することによる、請求項9に記載のプラスチック製品を製造するための方法。

【請求項14】

PVC、好ましくは硬質PVCを着色するための、請求項1～5のいずれか一項に記載の混合物の使用。

30

【請求項15】

請求項6～9のいずれか一項に記載の少なくとも1種のプラスチック製品を含む製品。

【請求項16】

前記製品が、窓用形材、パイプ、床材、絶縁材料、または屋根用シートを含む、請求項15に記載の製品。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、酸化鉄、オキシ水酸化鉄、亜鉄酸亜鉛、酸化亜鉛、亜鉄酸マグネシウム、および亜鉄酸マンガンからなる群から選択される少なくとも1種の無機化合物（ここで、その少なくとも1種の無機化合物は、少なくとも1種の、マグネシウムまたはカルシウムの水酸化物または酸化物ならびに少なくとも1種の、脂肪酸のカルシウム塩またはマグネシウム塩を含むコーティングを備えている）を含む顔料の混合物、それらを製造するためのプロセス、ポリ塩化ビニル（PVC）を着色するためのそれらの使用、ならびに、PVCを着色するためのプロセスおよびそのような混合物を用いて着色されたPVC、さらにはそのような混合物を含むプラスチック製品に関する。

40

【背景技術】

【0002】

PVCは、建築分野において、たとえば窓用形材、パイプ、床材、および屋根膜（roofing membrane）のための原料物質として幅広く使用されている。PVC

50

からは、硬質膜および軟質膜も同様に製造されている。PVCはさらに、電気ケーブルのためおよび配電箱のための絶縁材料として、ならびにケーブル、ケーブルダクト、またはケーブルカバーのためのフィードチューブとして使用されることも多い。

【0003】

PVCは、非晶質熱可塑性ポリマーの群の一つである。熱可塑性樹脂は典型的には、硬くて脆く、通常は、可塑剤および安定剤を添加することによって広く各種の用途に採用されている。

【0004】

PVCは、典型的には、可塑剤を各種の量で加えて使用される。0%～12%の可塑剤含量を有するPVCは、硬質PVCとも呼ばれている。12%を越える可塑剤含量を有するPVCは、軟質PVCとも呼ばれている（非特許文献1）。一般的には、可塑剤含量は、重量パーセントで表される。

10

【0005】

PVCは多くの場合、有機顔料および無機顔料を用いて着色される。使用される有機顔料は、たとえば、イソインドール、ナフトールAS、銅フタロシアニン顔料、またはモノアゾカルシウム塩である。無機顔料の群からは、たとえばニッケルルチル顔料、クロムルチル顔料、亜クロム酸鉄、逆コバルトもしくは銅スピネル、または鉄コバルトクロマイトスピネルなどの、混合相金属酸化物顔料が使用されることが多い。それらの顔料は、耐候安定性および光安定性が極めて高いが、その他の鉄含有無機顔料よりも、数倍も高価であるという欠点を有している。

20

【0006】

たとえば、酸化鉄もしくはオキシ水酸化鉄、亜鉄酸亜鉛、亜鉄酸マグネシウムもしくは亜鉄酸マンガンのような無機顔料を用いてPVCを着色することもまた公知である。酸化鉄およびオキシ水酸化鉄は、広く各種の耐候条件下においても、長期間にわたって一定の色を有している、特に耐光堅牢性が高い顔料であることが知られている。しかしながら、従来技術に従って、酸化鉄もしくはオキシ水酸化鉄、酸化亜鉛、亜鉄酸亜鉛、亜鉄酸マグネシウムまたは亜鉄酸マンガンを用いてPVCを着色した場合には、必要とされる高温で加工している際や、成形したプラスチックを光、UV光、または熱に曝露させた場合のいずれにおいても、均質または不均質な変色が生じる。この望ましくない現象は、硬質PVCの場合にははるかに深刻であるが、その理由は、硬質PVCから製造される製品は、多くの場合屋外で使用され、そこでは、耐候性に関連した影響が、より強烈であることは言うまでもない。主として屋内で使用される軟質PVCからの製品の場合においても、たとえば加工した直後に、そのような変色が生じるケースも時にはある。これらの好ましくない現象は、ずっと以前から公知であり、たとえば次の文献に記載されている：（非特許文献2）または（非特許文献3）。

30

【0007】

（特許文献1）には、熱可塑性プラスチックを着色するための、一般式 $[AlO]_x P O_4 [OH]_{x-3}$ のリン酸アルミニウム水酸化物を用いてコーティングした、耐熱性黄色顔料が記載されている。しかしながら、社内実験したところでは、それらのコーティングされた顔料を用いて着色されたPVCは、コーティングされていない顔料を用いて着色されたPVCに比較して、十分に高い熱安定性を有していないということが明らかになった。社内実験したところではさらに、その他の無機アルミニウム化合物たとえば、酸化アルミニウムもしくは水酸化アルミニウム、またはリン酸マグネシウムを用いて着色されたPVCも同様に、コーティングされていない酸化鉄によって着色されたPVCよりも、高い熱安定性を有している訳ではないということも見いだされた。

40

【先行技術文献】

【特許文献】

【0008】

【特許文献1】独国特許出願公開第3539306A1号明細書

【非特許文献】

50

【0009】

【非特許文献1】Roempp Chemielexikon [Roempp's Chemical Dictionary], オンラインバージョン3.28, 記事の最終更新: 2009年12月, 文書識別番号: RD-16-03650

【非特許文献2】S. S. Lele, J. Vinyl Tech. 1984, vol. 6, no. 2, p. 77-81

【非特許文献3】P. Carty et al., Polymer 1992, vol. 33, no. 13, p. 2704-2708

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

10

【0010】

したがって、本発明の目的は、酸化鉄、オキシ水酸化鉄、亜鉄酸亜鉛、酸化亜鉛、亜鉄酸マグネシウム、および亜鉄酸マンガンからなる群から選択される少なくとも1種の無機化合物顔料を含み、プラスチック製品の形態またはそれらから製造された製品の形態のいずれにおいても、それらを用いて着色したPVCが、望ましくない均質もしくは不均質な変色を起こさない製品を提供することであった。

【課題を解決するための手段】

【0011】

驚くべきことには、

・ 酸化鉄、オキシ水酸化鉄、亜鉄酸亜鉛、酸化亜鉛、亜鉄酸マグネシウム、および亜鉄酸マンガンの群から選択される少なくとも1種の無機化合物を含む、少なくとも1種の顔料であって、その少なくとも1種の無機化合物は、少なくとも1種の、マグネシウムまたはカルシウムの水酸化物または酸化物を含むコーティングを備えたものである、少なくとも1種の顔料、および

20

・ 少なくとも1種の、一般式 $C_n H_{2n+1} COOH$ (I)、 $C_n H_{2n-1} COOH$ (II)、 $C_n H_{2n-3} COOH$ (III) および/または $C_n H_{2n-5} COOH$ (IV) (ここで $n = 10 \sim 20$ 、好ましくは $15 \sim 19$) の脂肪酸のカルシウム塩またはマグネシウム塩、

を含む混合物が、この目的を達成し、上述のような従来技術の顔料の欠点を克服できることが今や見出された。

30

【発明を実施するための形態】

【0012】

本発明の混合物は、粉体の形態であるのが好ましい。

【0013】

本発明の混合物の中に存在させる顔料の中に存在させる酸化鉄の例としては、ヘマタイト(赤色酸化鉄(iron oxide red)、 $\alpha-Fe_2O_3$)、マグヘマイト(褐色酸化鉄(brown iron oxide)、 $\gamma-Fe_2O_3$)、またはマグネタイト(黒色酸化鉄(iron oxide black)、 Fe_3O_4)、好ましくはヘマタイト(赤色酸化鉄、 $\alpha-Fe_2O_3$)が挙げられる。

40

【0014】

オキシ水酸化鉄の群からは、本発明の混合物の中に存在させる顔料には、たとえば、ゲータイト(黄色酸化鉄(iron oxide yellow)、 $\alpha-FeOOH$)、またはレピドロサイト($\gamma-FeOOH$)が含まれる。

【0015】

亜鉄酸亜鉛、亜鉄酸マグネシウムおよび/または亜鉄酸マンガンは、一般式 $M_x Fe_3 \cdot x O_4$ (ここで、Mは、Zn、MgまたはMnであり、xには0より大で、1以下の数値が含まれる)の混合相顔料の群の一部を構成している。本発明の混合物の中に存在させる顔料にはさらに、先に挙げたものからの1種または複数の異なった混合相顔料が含まれていてもよい。

【0016】

50

本発明の文脈においては、酸化亜鉛は ZnO である。

【0017】

本発明の混合物の中に存在させる顔料が、酸化鉄、オキシ水酸化鉄、亜鉄酸亜鉛、酸化亜鉛、亜鉄酸マグネシウム、および亜鉄酸マンガンの群から選択される、ただ1種だけの無機化合物を含んでいるのが好ましい。

【0018】

本発明の混合物の中に存在させる顔料の中では、そのコーティングが、酸化鉄、オキシ水酸化鉄、亜鉄酸亜鉛、酸化亜鉛、亜鉄酸マグネシウム、および亜鉄酸マンガンの群から選択される少なくとも1種の無機化合物に直接結合されているのが好ましい。この文脈において「直接(directly)」という用語は、そのコーティングと、酸化鉄、オキシ水酸化鉄、亜鉄酸亜鉛、酸化亜鉛、亜鉄酸マグネシウム、および亜鉄酸マンガンの群から選択される無機化合物との間に、さらなる中間層が存在していないということを意味している。これに関連して、「中間層(interlayer)」とは、本発明のコーティングとは別の、その他各種のコーティングを意味している。

【0019】

一般式 $C_nH_{2n+1}COOH$ (I)の脂肪酸は、飽和脂肪酸である。飽和脂肪酸のカルシウム塩および/またはマグネシウム塩がステアリン酸($n=17$)であるのが好ましい。一般式 $C_nH_{2n-1}COOH$ (II)の脂肪酸は、モノ不飽和脂肪酸、たとえば、オレイン酸($n=17$)である。一般式 $C_nH_{2n-3}COOH$ (III)の脂肪酸は、ジ不飽和脂肪酸、たとえば、リノール酸($n=17$)である。一般式 $C_nH_{2n-5}COOH$ (IV)の脂肪酸は、トリ不飽和脂肪酸、たとえば、カレンデュラ酸(calendulic acid)($n=17$)である。ステアリン酸カルシウムおよび/またはステアリン酸マグネシウムが特に好ましい。

【0020】

本発明の文脈においては、「脂肪酸塩」という用語は、「一般式(I)、(II)、(III)および/または(IV)(ここで $n=10\sim 20$ 、好ましくは $15\sim 19$)の脂肪酸のカルシウム塩またはマグネシウム塩」と同義である。

【0021】

一つの実施態様においては、本発明の混合物が、以下のものの混合物の形態にある：

- ・ 酸化鉄、オキシ水酸化鉄、亜鉄酸亜鉛、酸化亜鉛、亜鉄酸マグネシウム、および亜鉄酸マンガンの群から選択される少なくとも1種の無機化合物を含む、少なくとも1種の顔料であって、その少なくとも1種の無機化合物は、少なくとも1種の、マグネシウムまたはカルシウムの水酸化物または酸化物を含むコーティングを備えたものである、少なくとも1種の顔料、
- ・ ステアリン酸カルシウムおよび/またはステアリン酸マグネシウム。

【0022】

好ましい実施態様においては、本発明の混合物の中に存在させる顔料には、元素のマグネシウムおよびカルシウムの含量の合計として計算して、好ましくは0.3重量%~30重量%、より好ましくは0.5重量%~25重量%、最も好ましくは1重量%~20重量%のマグネシウムおよびカルシウムを含むが、ここで元素のマグネシウムおよびカルシウムの含量の総合計は、顔料の総重量を規準にしたものである。

【0023】

さらなる好ましい実施態様においては、本発明の混合物には、元素のマグネシウムおよびカルシウムの含量の合計として計算して、好ましくは0.3重量%~30重量%、より好ましくは0.5重量%~25重量%、最も好ましくは1重量%~20重量%のマグネシウムおよびカルシウムを含むが、ここで元素のマグネシウムおよびカルシウムの含量の総合計は、混合物の総重量を規準にしたものである。

【0024】

顔料の中の元素のマグネシウムおよびカルシウムの含量は、特に断らない限り、誘導結合プラズマで励起させた後の発光分光法(ICP-OES)で測定される。元素のマグネ

シウムおよびカルシウムの含量は、その他の定量試験法、たとえば原子吸光分析法（AAS）によって求めることも可能である。

【0025】

さらなる好ましい実施態様においては、本発明の混合物には、0.2重量%～15重量%の少なくとも1種の脂肪酸塩、好ましくはステアリン酸カルシウムおよび/またはステアリン酸マグネシウムが同時に含まれるが、ここで、その重量パーセントは、本発明の混合物の総重量に対する、脂肪酸塩の重量の総合計に対する比率である。混合物のマグネシウムおよびカルシウムの含量は、特に断らない限り、誘導結合プラズマで励起させた後の発光分光法（ICP-OES）で測定される。

【0026】

本発明の混合物における脂肪酸塩、好ましくはステアリン酸カルシウムおよび/またはステアリン酸マグネシウムの含量は、たとえば、近赤外（NIR）および/または中赤外分光光度法（MIR）で測定される。この場合その測定は、試料について直接実施することができる。ステアリン酸カルシウムおよび/またはステアリン酸マグネシウムの存在は、適切な定性試験法、たとえば質量分析法またはNMR分光光度法で実施することができる。この目的のためには、その混合物の中に存在している少なくとも1種の脂肪酸塩、好ましくはステアリン酸カルシウムおよび/またはステアリン酸マグネシウムを顔料から分離するという、試料の加工が必要となるかもしれない。これは、たとえば溶媒の手段によるか、および/またはアルカリ性の液相、たとえば水酸化ナトリウム溶液を用いることによって実施される。アルカリ性の液相の中では、脂肪酸が、溶解された形態では塩として、たとえばナトリウム塩として存在しているが、酸性化の後では遊離の脂肪酸として有機相の中に抽出することが可能である。脂肪酸塩についてのそのような定性的および定量的試験は、当業者には公知であり、事前に必要とされる較正試験をした後では、試験法とは無関係に再現性のある結果が得られる。それら少なくとも1種の脂肪酸塩、好ましくはステアリン酸カルシウムおよび/またはステアリン酸マグネシウムは、ガスクロマトグラフ法/質量分析法の組合せ（GC-MS組合せ法）で検出することもまた可能である。この目的のためには、試験する試料の中に存在している少なくとも1種の脂肪酸塩、好ましくはステアリン酸カルシウムおよび/またはステアリン酸マグネシウムをアルコール、たとえばブタノールと反応させて、対応するアルキルエステルとする。次いでそれを、GC-MS組合せ法により定性的および定量的に測定する。その少なくとも1種の脂肪酸塩、好ましくはステアリン酸カルシウムおよび/またはステアリン酸マグネシウムが、顔料のさらなるコーティングとして存在しているか、あるいは顔料の混合物の一成分として存在しているかは、試験する試料の電子顕微鏡写真で明白に区別することができる。さらなるコーティングの場合においては、少なくとも1種の脂肪酸塩、好ましくはステアリン酸カルシウムおよび/またはステアリン酸マグネシウムは、走査型電子顕微鏡法（SEM）と、エネルギー分散型X線解析法（EDX）と組み合わせることによって、顔料粒子の表面上に検出することができる。混合物の場合においては、少なくとも1種の脂肪酸塩、好ましくはステアリン酸カルシウムおよび/またはステアリン酸マグネシウムは、顔料粒子の表面上にはっきりと検出されるわけではないが、顔料粒子の間に存在する別の粒子として検出される。

【0027】

さらなる好ましい実施態様においては、本発明の混合物の中に存在している顔料が、もっぱらマグネシウムの水酸化物および/または酸化物を用いてコーティングされる。使用されるコーティングされていない顔料には、典型的には、トレース量のカルシウム塩しか含まれていない。したがって、この好ましい実施態様におけるマグネシウムの水酸化物および/または酸化物を用いてコーティングされた顔料には、典型的には0.3重量%～30重量%、より好ましくは0.5重量%～25重量%、最も好ましくは0.5重量%～20重量%のマグネシウムと、0.001重量%～0.1重量%のカルシウムとが含まれている。

【0028】

さらなる好ましい実施態様においては、本発明の混合物の中に存在している顔料が、酸化鉄、オキシ水酸化鉄、亜鉄酸亜鉛、酸化亜鉛、亜鉄酸マグネシウム、および亜鉄酸マンガンの群から選択される少なくとも１種の無機化合物からなっており、その少なくとも１種の無機化合物が、少なくとも１種の、マグネシウムまたはカルシウムの水酸化物または酸化物を含む、より好ましくはマグネシウムまたはカルシウムの少なくとも１種の水酸化物を含む、コーティングを備えている。

【００２９】

本発明の混合物は、典型的には２０～４０（ｇオイル／１００ｇ試料）の間、好ましくは２３～３９（ｇオイル／１００ｇ試料）の間のオイル価（oil value）を有している。

10

【００３０】

本発明には、定義され、その好ましい範囲とされている、各種のプロセスパラメーターおよび物理的パラメーターの考え得るすべての組合せが包含される。

【００３１】

驚くべきことには、本発明の混合物を用いて着色したＰＶＣは、コーティングされていない相当する顔料を用いて着色したＰＶＣよりも、高い熱安定性を有しているということが今や見いだされた。本発明の混合物を用いて着色されたＰＶＣの熱安定性が高いことは、ニーダーを用いた熱処理の手段で、ニーダーのトルクの、時間と混練している製品の温度に対するプロットを記録し、各種の試料と比較することにより示すことができる。ＰＶＣの破壊（break down）の過程において、ポリマーの分解（degradation）が起こり、そのために、粘度が低下し、その結果ニーダー上でのトルクが低下する。

20

【００３２】

さらに、本発明の混合物を用いて着色したＰＶＣの熱安定性が高いことは、Mathis オープンにおける試験片の試験によっても測定することができる。この試験方法は、PCT/E P 2 0 1 3 / 0 7 6 5 8 5 号明細書に記載されている。その試験方法の詳細およびその評価方法は、「実施例および方法」のセクションに見ることができる。

【００３３】

本発明はさらに、ＰＶＣ、好ましくは硬質ＰＶＣを着色するための、本発明の混合物の使用にも関する。

30

【００３４】

本発明はさらに、本発明の混合物を用いてＰＶＣ、好ましくは硬質ＰＶＣを着色する方法にも関する。その着色は、慣用される方法、たとえば、未着色のＰＶＣを融解物の形態の本発明の混合物と混合、混練、または押出し成形するか、または本発明の混合物を含むＰＶＣのドライブレンド物を融解させることによって実施することができる。

【００３５】

本発明はさらに、少なくとも１種の本発明の混合物を含み、それに加えて少なくとも１種のポリマーも含むプラスチック製品にも関するが、この場合、マスターバッチ、コンパウンド物、または着色最終製品という用語は、同意語として使用されている。

【００３６】

40

その少なくとも１種のポリマーが、少なくとも５０重量％、好ましくは少なくとも８０重量％の、モノマーの塩化ビニルから形成されているのが好ましい。これは、第一には、そのポリマーが、塩化ビニルだけから形成されたのではなく、その他のモノマー、たとえば酢酸ビニルまたはアクリル酸ブチルからも形成されたＰＶＣのコポリマーであるといった場合である。その場合においては、そのコポリマーが、少なくとも５０重量％の程度まで、より好ましくは少なくとも８０重量％の程度までは、モノマーの塩化ビニルから形成されているのが好ましい。そのポリマーが、各種のポリマーの混合物またはブレンド物を含み、そのポリマーの一つが、ＰＶＣホモポリマーまたはＰＶＣコポリマーであるというのが、第二の場合である。その場合においては、その混合物またはブレンド物が、少なくとも５０重量％の程度まで、より好ましくは少なくとも８０重量％の程度までは、モノマ

50

ーの塩化ビニルから形成されているのが好ましい。そのポリマーは、好ましくはPVC、より好ましくは硬質PVCである。本発明の文脈においては、「着色されたPVC」という用語は、本発明の混合物がポリ塩化ビニルのポリマーマトリックスの中に組み込まれているPVCを意味していると理解されたい。

【0037】

コンパウンド物にはさらに、たとえば、加工助剤、強化材、充填剤、染料、さらなる顔料、およびその他の有機および無機添加剤が含まれていて、それにより、たとえば押出し成形、射出成形、カレンダーリング成形、またはブロー成形などにより、広く各種の成形物を製造することが可能となる。それらの成形物は、一般的には、最終製品（本発明の文脈においては、製品と呼ぶ）、たとえば窓枠、パイプ、絶縁材料、フィルム、またはビンなどに相当する。PVCは、マスターバッチを添加するか、またはコンパウンド物に顔料を直接添加するかによって、着色される。

10

【0038】

本発明のプラスチック製品には、その末端用途に応じて、本発明の混合物が各種の量で含まれる。

【0039】

マスターバッチの群からのプラスチック製品は、典型的には、PVCまたはその他のプラスチック製品を着色するための「カラーコンセントレート (color concentrate)」の形態で使用される。したがって、それらのプラスチック製品は、それぞれの場合においてプラスチック製品の全重量を規準にして、本発明の混合物が10重量% ~ 90重量%、より好ましくは20重量% ~ 70重量%の比較的高い含量と、10重量% ~ 90重量%、好ましくは30重量% ~ 80重量%のポリマー含量とを有している。さらなる実施態様においては、そのマスターバッチには、ポリマーとして、ワックスを、場合によってはPVCとの混合物の形態で、そうでなければ、PVCと混合することなしで含んでいる。選択されるワックスは、たとえば、ポリエチレンワックス、フィッシャー・トロプシュワックス、鉱物質ワックス、モンタンワックス、植物性ワックスおよび/または動物性ワックスである。上述の成分は、プラスチック製品の全重量を規準にして、合計して好ましくは40重量% ~ 100重量%、より好ましくは70重量% ~ 100重量%となる。

20

【0040】

そのプラスチック製品が、すでにその中に、最終的な用途のための所望の色を有するコンパウンド物としてある場合には、それらのプラスチック製品は、好ましい実施態様においては、それぞれの場合においてプラスチック製品の全重量を規準にして、0.1重量% ~ 10重量%、より好ましくは0.5重量% ~ 5重量%の本発明の混合物の含量と、好ましくは90重量% ~ 99.9重量%、より好ましくは95重量% ~ 99.5重量%のポリマー含量とを有している。

30

【0041】

本発明はさらに、ポリマーを本発明の混合物と共に混練加工および押出し加工することによる、本発明のプラスチック製品、特にコンパウンド物およびマスターバッチを製造するためのプロセスにも関する。

40

【0042】

PVCは、本発明においては、各種の可塑剤含量で使用される。0% ~ 12%の可塑剤含量を有するPVCは、硬質PVCとも呼ばれている。12%を越える可塑剤含量を有するPVCは、軟質PVCとも呼ばれている (Roempp Chemielexikon, オンラインバージョン3.28, 記事の最終更新: 2009年12月, 文書識別番号: RD-16-03650)。

【0043】

本発明はさらに、プラスチック製品の中に存在しているポリマーの量を基準にして、0重量% ~ 15重量%、好ましくは0重量% ~ 12重量%の可塑剤を含む、プラスチック製品にも関する。

50

【0044】

好適な可塑剤は、たとえば、一次(primary)可塑剤、二次(secondary)可塑剤、およびエクステンダーである。一次可塑剤は、たとえば、フタル酸エステル、トリメリット酸エステル、リン酸エステル、およびポリマー性可塑剤である。二次可塑剤は、たとえば、アジピン酸エステル、アゼライン酸エステル、デカン二酸エステル、およびアルキル脂肪酸エステルである。エクステンダーの群としては、たとえば、芳香族炭化水素およびクロロパラフィンが挙げられる(Roempp Chemielexikon, オンラインバージョン3.2.8, 記事最終更新: 2006年3月, 文書識別番号: RD-23-00480による)。

【0045】

本発明はさらに、プラスチック製品にも関するが、それに対しては「PVCドライブレンド物」という用語も使用され、粉体状のポリマー、好ましくはPVC、より好ましくは硬質PVCと、本発明の混合物との混合物が含まれている。このタイプのPVCドライブレンド物には、コンパウンド物を製造するために必要とされる添加剤(たとえば、充填剤、安定剤、任意成分としてのさらなる可塑剤、染料、任意成分としてのさらなる顔料)をさらに含んでいてもよい。それらは、PVCと併置させる物質(substance alongside the PVC)として存在させてもよいし、あるいは、ドライブレンド物のPVCの中にあらかじめ組み込んでおいてもよい。ドライブレンド物は、典型的には、そのプラスチックの融点より0.5~5K下で、上述の成分を強力に混合することによって製造される。それらのドライブレンド物は、PVCに対して慣用される加工方法、たとえば、押出し成形、射出成形、カレンダーリング成形、またはブロー成形によって製品を製造するために使用することができる。

【0046】

本発明はさらに、製品にも関し、それに対しては、本発明の文脈においては、「成形物(molding)」または「仕上げ商品(finished good)」という用語も同義語的に使用され、本発明による少なくとも1種のプラスチック製品が含まれている。このタイプの製品としては、たとえば、窓用型材、パイプ、床材、絶縁材料、または屋根膜が挙げられる。

【0047】

本発明はさらに、本発明の混合物の中に存在させる顔料を製造するためのプロセスにも関する。コーティングは、顔料の上に上述のコンパウンド物のコーティングが得られる、各種のプロセスによって達成することができる。それらには、それを用いて顔料をコーティングするコンパウンド物を、固体の形態または懸濁液の形態または溶液の形態のいずれかで、摩砕、沈降、または噴霧によって適用することが含まれる。

【0048】

本発明の混合物の中に存在させる顔料を製造するための本発明の好ましいプロセスには、顔料を懸濁状態で得るために、少なくとも以下の工程が含まれる:

a) 酸化鉄、オキシ水酸化鉄、亜鉄酸亜鉛、酸化亜鉛、亜鉄酸マグネシウム、および亜鉄酸マンガンの群から選択される少なくとも1種の無機化合物の水性懸濁液を準備する工程、および

b) 工程a)からの懸濁液に対して、マグネシウム塩および/またはカルシウム塩を好ましくは溶解させた形態で添加し、次いで、その懸濁液に対して、アルカリ金属水酸化物、アルカリ土類金属水酸化物およびアンモニアの群から選択される沈降剤を、好ましくは溶解させた形態で添加することによって、その無機化合物の上に、少なくとも1種の、マグネシウムまたはカルシウムの水酸化物または酸化物のコーティングを沈降させる工程、または

b') 工程a)からの懸濁液に対して、アルカリ金属水酸化物、アルカリ土類金属水酸化物、およびアンモニアの群から選択される沈降剤を、好ましくは溶解させた形態で添加し、次いで、その懸濁液に対して、マグネシウム塩および/またはカルシウム塩を、好まし

10

20

30

40

50

くは溶解させた形態で添加することによって、その無機化合物の上に少なくとも１種の、マグネシウムまたはカルシウムの水酸化物または酸化物のコーティングを沈降させる工程。

【００４９】

本発明の混合物の中に存在させるコーティングされた顔料を製造するための好ましいプロセスには、場合によっては、以下の工程の内の、１工程、２工程、３工程、または４工程がさらに含まれる：

- c) 顔料を単離する工程、
- c') 顔料を洗浄する工程、
- c'') 顔料を乾燥させる工程、および
- c''') 顔料を微粉砕する工程。

10

【００５０】

より好ましくは、本発明の混合物の中に存在させる顔料を製造するためのプロセスには、工程 a)、b)またはb')またはb'')に加えて、c)液相から顔料を分離する工程、c')顔料を洗浄する工程、c'')顔料を乾燥させる工程、およびc''')顔料を微粉砕する工程が、指定された順序で含まれる。

【００５１】

本発明の混合物は、得られた顔料、好ましくは工程 c'')で得られた顔料を、工程 d)において、少なくとも１種の脂肪酸塩と、好ましくはステアリン酸マグネシウムおよび/またはステアリン酸カルシウムと混合することによって製造される。

20

【００５２】

好適なプロセスの工程 a)において使用される無機化合物は、粉体状の顔料であるか、またはその顔料の製造操作から直接得られた顔料から作られたペーストである。ペーストは、顔料を含有する水性懸濁物である。

【００５３】

さらなる変法においては(工程 b'')、顔料懸濁液の最初の仕込み物に対して、アルカリ金属水酸化物、アルカリ土類金属水酸化物、およびアンモニアの群から選択される沈降剤を、好ましくは溶解させた形態で添加することと、マグネシウムおよび/またはカルシウムの塩を、好ましくは溶解させた形態で添加することを、同時に実施することもまた可能である。三者択一の工程 b)、b')またはb'')からは、少なくとも１種の、マグネシウムまたはカルシウムの水酸化物または酸化物を用いた無機化合物のコーティングが得られる。

30

【００５４】

本発明によるプロセスにおいて特に好ましい沈降剤は、水酸化ナトリウムおよび/または水酸化カリウムである。

【００５５】

工程 b)、b')またはb'')における変法においては、好ましくはマグネシウムおよび/またはカルシウムの塩、より好ましくはそれらの水溶液、最も好ましくは硫酸マグネシウム、塩化マグネシウム、硝酸マグネシウム、塩化カルシウムおよび/または硝酸カルシウムを使用する。

40

【００５６】

無機化合物に対して少なくとも１種の、マグネシウムまたはカルシウムの水酸化物または酸化物からなるコーティングを沈降的に適用する際、および場合によってはさらなる反応を実施する際には、好ましくは 10 ~ 99 °C、より好ましくは 20 ~ 85 °C、最も好ましくは 20 ~ 70 °C の温度を選択する。

【００５７】

反応混合物に対して沈降剤、またはマグネシウムおよび/またはカルシウムの塩のいずれかを添加する際の時間は、広い範囲で変化させることができる。

【００５８】

工程 b)、b')またはb'')における反応成分を混合するのが好ましく、静的ミキ

50

サーまたは動적ミキサーの手段によるのが、より好ましい。この目的のためには、たとえば、スターラー、プロペラ、パドルおよび/またはポンプが使用される。

【0059】

工程b)、b')またはb'')からの反応混合物は、構成成分を添加した後、場合によってはさらに混合することによって、無機化合物への少なくとも1種の、マグネシウムまたはカルシウムの水酸化物または酸化物の沈降的適用が最大限度まで進行するようにする。そのさらなる反応のための時間は、その反応混合物のサイズに依存する。反応の完全さをチェックするためには、一定時間間隔でサンプルを採取し、それについて、マグネシウムおよび/またはカルシウムの含量を分析する。予想されるマグネシウムおよび/またはカルシウムの含量に達していたら、反応を終了させる。

10

【0060】

一つの実施態様においては、工程b)またはb')またはb'')の後で、工程c)において、その反応混合物から顔料を、標準的な方法、好ましくは濾過法または遠心分離法によって分離する。

【0061】

次いで工程c')において、単離した固形物を、水、好ましくは脱イオン水を用いて、好ましくはその濾液の導電率が2000 μS/m以下、より好ましくは1500 μS/m以下になるまで洗浄する。

【0062】

次いで、工程c'')において、工程c')で洗浄した固形物として顔料を乾燥させる。その乾燥は、典型的には、ベルトドライヤー、パンドライヤー、スプレーライヤーの手段によるか、または金属シート上で実施する。乾燥は、典型的には60~200、好ましくは80~200の温度、場所で行う。

20

【0063】

次いで、工程c''')において、乾燥させた固形物を微粉砕する。典型的には、工程c''')における微粉砕は、たとえばクロスビーターミル、ベンジラミル、ジェットミル、またはインパクトミルの手段による粉砕の形態で実施する。

【0064】

次いで、工程d)においては、工程c''')で得られた顔料を、少なくとも1種の脂肪酸塩と、好ましくはステアリン酸マグネシウムおよび/またはステアリン酸カルシウムと混合する。典型的には、その混合は、固形の混合物のための当業者公知の装置の手段によって実施する。周囲温度、より好ましくは10~40で混合を実施するのが好ましい。

30

【0065】

本発明の混合物が、そこで粉体状の製品となり、さらなる処理工程なしでも、PVCの着色に使用することが可能となる。

【0066】

顔料を製造するためのプロセスにおいては、いくつかの場合においては、焼成工程が使用される。「焼成」とは、固形または半湿状態の顔料を600を越える温度で加熱処理することを意味していると理解されたい。このことは、顔料を脱水したり、別の多形相に転化させたりする場合には、必要となる可能性がある。本発明によるプロセスにおいては、焼成工程はまったく必要ない。したがって、本発明によるプロセスの好ましい実施態様においては、焼成工程は実施しない。したがって、本発明によるプロセスの特に好ましい実施態様においては、600より高い温度での焼成工程は実施しない。

40

【0067】

したがって、本発明において特に好ましいプロセスには、少なくとも以下の工程が含まれる：

a) 酸化鉄、オキシ水酸化鉄、亜鉄酸亜鉛、酸化亜鉛、亜鉄酸マグネシウム、および亜鉄酸マンガンの群から選択される少なくとも1種の無機化合物の水性懸濁液を準備する工程、および

50

b) 工程 a) からの懸濁液に対して、マグネシウム塩および/またはカルシウム塩を好ましくは溶解させた形態で添加し、次いで、その懸濁液に対して、アルカリ金属水酸化物、アルカリ土類金属水酸化物およびアンモニアの群から選択される沈降剤を、好ましくは溶解させた形態で添加することによって、無機化合物の上に、少なくとも1種の、マグネシウムまたはカルシウムの水酸化物または酸化物のコーティングを沈降させる工程、または b') 工程 a) からの懸濁液に対して、アルカリ金属水酸化物、アルカリ土類金属水酸化物、またはアンモニアの群からの沈降剤を、好ましくは溶解させた形態で添加し、次いで、その懸濁液に対して、マグネシウム塩および/またはカルシウム塩を、好ましくは溶解させた形態で添加することによって、その顔料の上に少なくとも1種の、マグネシウムまたはカルシウムの水酸化物または酸化物のコーティングを沈降させる工程、

10

または

b'') 工程 a) からの水性懸濁液に、好ましくは溶解させた形態の、アルカリ金属水酸化物、アルカリ土類金属水酸化物およびアンモニアの群から選択される沈降剤と、好ましくは溶解させた形態の、マグネシウム塩および/またはカルシウム塩とを同時に添加することによって、その無機化合物の上に少なくとも1種の、マグネシウムまたはカルシウムの水酸化物または酸化物のコーティングを沈降させる工程、

および

c) 液相から顔料を分離する工程、および

c') 顔料を洗浄する工程、および

c'') 顔料を乾燥させる工程、および

20

c''') 顔料を微粉碎する工程、

および

d) 工程 c'') から得られた顔料を、少なくとも1種の、一般式(I)、(II)、(III)、および/または(IV)の脂肪酸のカルシウム塩またはマグネシウム塩、好ましくはステアリン酸マグネシウムおよび/またはステアリン酸カルシウムと混合する工程。

【0068】

本発明の混合物は、従来技術よりは改良されたものであるが、その理由は、本発明の混合物を用いて着色されたプラスチック製品およびPVCから製造された製品が、高い熱安定性およびUV安定性を有しているからである。

【実施例】

30

【0069】

実施例および方法

I. 使用した測定方法および試験方法の説明

実施例についての測定結果を表1にまとめた。

【0070】

I. 1 Mg およびCaの測定

顔料のマグネシウム含量およびカルシウム含量は、誘導結合プラズマで励起させた後の発光分析法(ICP-OES: 誘導結合プラズマ-発光分析法)によって、元素の含量として測定した。

【0071】

40

I. 2 オイル価

オイル価は、DIN ISO 787/5 標準に従い、g オイル / 100 g 試料の単位で求めた。「試料」は、顔料または混合物のいずれかを意味している。

【0072】

I. 3 Thermo Haake Rheomix 600p ニーダーの手段によるPVCの安定性の試験(ニーダー安定性)

50重量%のVestolit B 7021 Ultra プラス50重量%のSorbyl DB 6668 Natur 3/03 からなる粉体状のPVC混合物を、試験対象の混合物と均質に混合する(100%PVC組成物を基準にして4重量%)。

【0073】

50

50重量%のVestolit B 7021 Ultraプラス50重量%のSorbyl DB 6668 Natur 3/03からなる粉体状のPVC混合物を、試験対象の粉体状の顔料サンプル(100%PVC組成物を基準にして4重量%)または試験対象の混合物と均質に混合する。

【0074】

その顔料処理されたPVC混合物を、ロータリーレオメーターを備え、190 に予熱しておいた記録式ニーダー(Thermo Haake Rheomix 600p、R6ロールローター)の中に手作業で移す。記録プログラム(PolyLab Monitor)をスタートさせ、ロールローター上でのトルクとサンプルの温度とを、時間に対して記録させる。その顔料処理されたPVC混合物は、190、50rpmで混練させる。PVCの安定化に関連させた、混合物の適合性を求めるために、製品の最高温度が測定された点での、時間軸(単位:分)上の最大トルクを報告する。この最大トルクを過ぎると、トルクが顕著に低下するが、その理由は、この時間を過ぎるとPVCが分解し、その結果、混練している製品の粘度が急速に(to an increasing degree)低下するからである。これらの数値を、同一ではあるが、コーティングされていない顔料粉体についての対応する値と比較する。前記の最大値までの時間が長いほど、混合物を用いて着色されたPVCの安定性が高い。

【0075】

II. 実施例

II. 1 使用した無機顔料およびプラスチックの性質

Bayferrox(登録商標)110顔料粉体:LANXESS Deutschland GmbH製:ヘマタイト(赤色酸化鉄、 α -Fe₂O₃)、BET表面積(DIN ISO 9277):13~16m²/g。

Bayferrox(登録商標)920:ゲータイト、 α -FeOOHのペースト:LANXESS Deutschland GmbH製、これを乾燥、摩砕することにより、Bayferrox(登録商標)920粉体が製造される。その粉体状の顔料は、11~15m²/gのBET表面積(DIN ISO 9277)を有している。別な方法として、粉体状のBayferrox(登録商標)920顔料を水と混合して、適切な顔料濃度を有するスラリーを得ることもまた可能である(実施例参照)。

ステアリン酸カルシウム:VWR BDH PROLABO(登録商標)からの粉体、Ca含量:9重量%~11重量%(CaOとして計算)。

Sorbyl DB 6668 Natur 3/03:硬質PVCコンパウンド物:Polymerchemie製(粉体の形態、Ca/Znを用いて安定化されており、ここで、ビス(ペンタン-2,4-ジオナト)カルシウムの含量が1重量%未満、軟化点が120より高く、引火点が190よりも高く、発火温度が300よりも高く、密度(DIN EN ISO 1183-1、方法A)が1.39g/cm³、嵩密度(DIN EN ISO 60)が0.54g/mL、熱安定性(DIN EN 60811-3-2)が25分以上)。

VESTOLIT(登録商標)B 7021 Ultra:Vestolit製のMikro-S-PVCホモポリマー(粉体の形態、K値(DIN EN ISO 1628-2)が70、粘度数(DIN EN ISO 1628-2)が125cm³/g、嵩密度(DIN EN ISO 60)が0.3g/cm³、篩分け試験(DIN EN ISO 1624、0.063mm篩上)が1%未満、水分含量(K.Fischer法、DIN 53 715)が0.3%以下、水抽出物のpHDIN EN ISO 1264)が8、1.5/sのペースト粘度が1.8Pa·s、45/sのペースト粘度が2.2Pa·s)。

【0076】

II. 2 本発明実施例および比較例

例1(比較例):

145.5gのBayferrox(登録商標)110顔料および4.5gのステアリ

ン酸カルシウムを、Henschel FM4ミキサー(Thyssen Henschel製)に加えた。その二つの物質を、室温(20~25)、1000rpmで20分かけて混ぜ合わせた。その粉体状の生成物を、さらに処理することなく、試験に使用する。

【0077】

例2(比較例):

141gのBayferrox(登録商標)110顔料および9gのステアリン酸カルシウムを、Henschel FM4ミキサーに加えた。その二つの物質を、室温(20~25)、1000rpmで20分かけて混ぜ合わせた。その粉体状の生成物を、さらに処理することなく、試験に使用する。

【0078】

例3および4のための出発物質1

Bayferrox(登録商標)110の水性懸濁液(6.26molの Fe_2O_3 、 pH :4.8)の3.3 dm^3 に、60で撹拌しながら、1443mLの MgSO_4 溶液(MgO の2.58mol/ dm^3 に相当)を添加した。次いで、 Fe_2O_3 の1molあたり3.98molの NaOH を、溶液として、撹拌しながら30分以内に添加した(16.6mol/ dm^3 に濃縮して、2215g)。その懸濁液をさらに60分間撹拌した。その懸濁液の pH は11よりも高かった。反応が終了した後、その顔料は、サクシオンフィルターを通して濾過し、その濾液の導電率が300 $\mu\text{S}/\text{cm}$ 未満になるまで洗浄し、乾燥キャビネット中120で恒量になるまで乾燥させ、Bauermeisterミル(シーブインサート付きクロス-ビーターミル、メッシュサイズ1mm)の中で摩砕した。

【0079】

例3

145.5gの顔料出発物質1および4.5gのステアリン酸カルシウムを、Henschel FM4ミキサーに加えた。その二つの物質を、室温(20~25)、1000rpmで20分かけて混ぜ合わせた。その粉体状の生成物を、さらに処理することなく、試験に使用する。

【0080】

例4

141gの顔料(出発物質1)および9gのステアリン酸カルシウムを、Henschel FM4ミキサーに加えた。その二つの物質を、室温(20~25)、1000rpmで20分かけて混ぜ合わせた。その粉体状の生成物を、さらに処理することなく、試験に使用する。

【0081】

例5(比較例):

145.5gのBayferrox(登録商標)920顔料粉体および4.5gのステアリン酸カルシウムを、Henschel FM4ミキサーに加えた。その二つの物質を、室温(20~25)、1000rpmで20分かけて混ぜ合わせた。その粉体状の生成物を、さらに処理することなく、試験に使用する。

【0082】

例6および7のための出発物質2

2.05 dm^3 の、4の pH を有するバイフェロックス(Bayferrox)(登録商標)920の水性懸濁液(FeOOH 、5.63mol)に、60で撹拌しながら、3571mLの MgSO_4 溶液(MgO として、1.39mol/ dm^3)を添加した。次いで、 FeOOH の1molあたり1.41molの NaOH を、溶液として撹拌しながら、15分以内に添加する(濃度7.87mol/ dm^3 で1283g)。その懸濁液をさらに60分間撹拌した。その懸濁液の pH は、約10であった。反応が終了した後、その顔料は、サクシオンフィルターを通して濾過し、その濾液の導電率が300 $\mu\text{S}/\text{cm}$ 未満になるまで洗浄し、乾燥キャビネット中120で恒量になるまで乾燥させ、Bauermeisterミル(シーブインサート付きクロス-ビーターミル、メッシュサイ

ズ 1 mm) の中で摩砕した。

【 0 0 8 3 】

例 6 (本発明実施例)

1 4 5 . 5 g の顔料 (出発物質 2) および 4 . 5 g のステアリン酸カルシウムを、H e n s c h e l F M 4 ミキサーに加えた。その二つの物質を、室温 (2 0 ~ 2 5)、1 0 0 0 r p m で 2 0 分かけて混ぜ合わせた。その粉体状の生成物を、さらに処理することなく、試験に使用する。

【 0 0 8 4 】

例 7 (本発明実施例)

1 4 1 g の顔料 (出発物質 2) および 9 g のステアリン酸カルシウムを、H e n s c h e l F M 4 ミキサーに加えた。その二つの物質を、室温 (2 0 ~ 2 5)、1 0 0 0 r p m で 2 0 分かけて混ぜ合わせた。その粉体状の生成物を、さらに処理することなく、試験に使用する。

【 0 0 8 5 】

それらの製品の性質を表 1 にまとめた。

【 0 0 8 6 】

【表 1】

例	Mg含量 (重量%)	ステアリン酸 カルシウム 含量 (重量%)	オイル価 (オイル g/ 試料 100g)	ニーダー安定性 (分)
Bayferrox ® 110 ^{a)}	0.01	0	24.8	14
1	0.01	3	24.1	14
2	0.01	6	24.1	14
3	7.6	3	28.3	19
4	7.4	6	28.2	20
Bayferrox ® 920 ^{b)}	0.02	0	27.6	13
5	0.02	3	28.0	13
6	14.0	3	38.3	19
7	13.6	6	33.3	20

表1

a): 例 1~4 と直接比較するための未コーティングの顔料

b): 例 5~7 と直接比較するための未コーティングの顔料

フロントページの続き

(51)Int.Cl.			F I		
C 0 9 C	1/02	(2006.01)	C 0 9 C	1/02	
C 0 9 C	3/06	(2006.01)	C 0 9 C	3/06	
C 0 9 C	3/08	(2006.01)	C 0 9 C	3/08	
C 0 9 C	1/22	(2006.01)	C 0 9 C	1/22	
C 0 1 G	49/02	(2006.01)	C 0 1 G	49/02	A

審査官 菅野 芳男

- (56)参考文献 特開平 0 9 - 2 7 2 8 1 5 (J P , A)
 特開 2 0 1 3 - 1 2 5 2 7 1 (J P , A)
 特表 2 0 1 3 - 5 2 2 3 8 9 (J P , A)
 特開 2 0 0 6 - 0 4 5 5 5 1 (J P , A)
 特開 2 0 0 4 - 2 6 3 1 0 1 (J P , A)
 特開 2 0 0 2 - 0 8 0 6 6 9 (J P , A)
 特開昭 5 3 - 1 2 8 6 3 3 (J P , A)

(58)調査した分野(Int.Cl. , D B 名)

C 0 9 C 1 / 0 0
 C 0 1 G 4 9 / 0 2
 C 0 8 K 1 3 / 0 6
 C 0 8 L 2 7 / 0 6
 C 0 9 C 1 / 0 2
 C 0 9 C 1 / 0 4
 C 0 9 C 1 / 2 2
 C 0 9 C 1 / 2 4
 C 0 9 C 3 / 0 6
 C 0 9 C 3 / 0 8
 C a p l u s / R E G I S T R Y (S T N)