

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2005-146007  
(P2005-146007A)

(43) 公開日 平成17年6月9日(2005.6.9)

(51) Int. Cl. <sup>7</sup>	F I	テーマコード (参考)
CO9C 1/36	CO9C 1/36	4G047
CO9C 3/10	CO9C 3/10	4J037
// CO1G 23/00	CO1G 23/00	C

審査請求 未請求 請求項の数 7 O L (全 9 頁)

(21) 出願番号	特願2003-381293 (P2003-381293)	(71) 出願人	000003207 トヨタ自動車株式会社 愛知県豊田市トヨタ町1番地
(22) 出願日	平成15年11月11日(2003.11.11)	(71) 出願人	302060306 大塚化学株式会社 大阪府大阪市中央区大手通3丁目2番27号
		(74) 代理人	100095382 弁理士 目次 誠
		(74) 代理人	100086597 弁理士 宮▼崎▲ 主税
		(72) 発明者	河津 健司 愛知県豊田市トヨタ町1番地 トヨタ自動車株式会社内

最終頁に続く

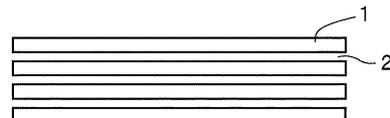
(54) 【発明の名称】 光輝性顔料及びその製造方法

(57) 【要約】

【課題】 シルクのような深み感のある落ち着いた緻密な輝き（シルキー感）を呈する光輝性顔料及び該光輝性顔料を製造することができる製造方法を得る。

【解決手段】 薄片状チタン酸の薄膜1が積層された構造を有することを特徴としており、薄片状チタン酸の薄膜1間は、空隙2であってもよいし、薄膜1間に高分子樹脂4が挿入されていてもよい。また、薄片状チタン酸の薄膜1の表面は高分子樹脂4により被覆されていてもよく、このような光輝性顔料は、薄片状チタン酸を高分子樹脂溶液中に分散した塗料を塗膜化し、これを粉碎することによって得ることができる。

【選択図】 図1



**【特許請求の範囲】****【請求項 1】**

薄片状チタン酸の薄膜が積層されており、薄膜間に空隙が存在していることを特徴とする光輝性顔料。

**【請求項 2】**

薄片状チタン酸の薄膜が積層されており、薄膜間に高分子樹脂が挿入されていることを特徴とする光輝性顔料。

**【請求項 3】**

薄片状チタン酸の薄膜の表面が高分子樹脂により被覆されていることを特徴とする請求項 2 に記載の光輝性顔料。

**【請求項 4】**

薄片状チタン酸を高分子樹脂溶液中に分散した塗料を塗膜化し、これを粉碎することによって得られるものであることを特徴とする請求項 2 または 3 に記載の光輝性顔料。

**【請求項 5】**

薄片状チタン酸が層状チタン酸塩を酸処理して得られる薄片状チタン酸であることを特徴とする請求項 1 ~ 4 のいずれか 1 項に記載の光輝性顔料。

**【請求項 6】**

薄片状チタン酸の屈折率と高分子樹脂の屈折率とが異なることを特徴とする請求項 2 ~ 5 のいずれか 1 項に記載の光輝性顔料。

**【請求項 7】**

薄片状チタン酸を高分子樹脂溶液中に分散して塗料を調製し、該塗料を塗布して塗膜を製作し、該塗膜を粉碎することを特徴とする光輝性顔料の製造方法。

**【発明の詳細な説明】****【技術分野】****【0001】**

本発明は、光輝性顔料及びその製造方法に関するものである。

**【背景技術】****【0002】**

従来より、天然マイカ、合成マイカ、鱗片状アルミナ等の鱗片状材料の表面に、酸化チタン層を設けた光輝性顔料が多くの分野で使用されている。これらの従来の光輝性顔料は光輝感が強く、かつ粒子感（キラキラとした光沢感）を有するものであり、パール光沢を付与する顔料として用いられている。

**【0003】**

しかしながら、さらに高級感を有する意匠として、シルクのような深みのある落ち着いた緻密な輝きを示す意匠が求められている。このようなシルキー感を付与することができる光輝性顔料として、特許文献 1 においては、所定の形状の合成フッ素金雲母粒子の上に二酸化チタンなどの金属酸化物を被覆したシルキー光沢顔料が提案されている。

**【特許文献 1】特開 2000 - 281932 号****【発明の開示】****【発明が解決しようとする課題】****【0004】**

しかしながら、上記特許文献 1 に提案されたシルキー光沢顔料は、マイカを基材として用い、その表面に酸化チタン層を設けたものであるため、粒子感が強く、高級感がある意匠として従来より求められている良好なシルキー感を呈するものではなかった。

**【0005】**

本発明は、良好なシルキー感を呈する光輝性顔料及びその製造方法を提供することにある。

**【課題を解決するための手段】****【0006】**

本発明に従う第 1 の局面は、薄片状チタン酸の薄膜が積層されており、薄膜間に空隙が

10

20

30

40

50

存在していることを特徴としている。従って、このような光輝性顔料を例えば塗料中に配合すると、薄膜間の空隙には塗料中のポリマー成分または空気等の気体が存在することになる。ポリマー成分及び気体は、薄片状チタン酸の薄膜と異なる屈折率を有するものであるので、屈折率の異なる層が積層した構造となり、塗膜にシルキー感のある意匠性を付与することができる。

**【 0 0 0 7 】**

本発明に従う第2の局面は、層状チタン酸の薄膜が積層されており、薄膜間に高分子樹脂が挿入されていることを特徴としている。このような光輝性顔料は、例えば、薄片状チタン酸を高分子樹脂溶液中に分散した塗料を塗膜化し、これを粉砕することによって得ることができる。このようにして得られる光輝性顔料は、薄片状チタン酸の薄膜の表面が高分子樹脂により被覆されている。

10

**【 0 0 0 8 】**

本発明の第2の局面における光輝性顔料において、薄片状チタン酸の屈折率と高分子樹脂の屈折率は、一般に異なるものであり、このため、屈折率の異なる層が積層した構造を有する光輝性顔料となり、シルキー感を有する光輝性顔料となる。

**【 0 0 0 9 】**

薄片状チタン酸の薄膜間に挿入される高分子樹脂の量を制御することにより、薄膜間距離を所定の範囲に制御することができる。

**【 0 0 1 0 】**

本発明の第2の局面において、薄片状チタン酸の薄膜間に挿入する高分子樹脂としては、特に規定されないが、アクリル樹脂、ポリウレタン樹脂、エポキシ樹脂、ポリエステル樹脂、メラミン樹脂、フェノール樹脂、ビニル樹脂、尿素樹脂、フッ素樹脂などを用いることができる。

20

**【 0 0 1 1 】**

本発明において用いる薄片状チタン酸は、層状チタン酸塩を酸処理して得られるものであることが好ましい。このような原料の層状チタン酸塩の例としては、レピドクロサイト型  $K_{0.5 \sim 0.7} Li_{0.27} Ti_{1.6} O_{3.85 \sim 3.95}$  が挙げられる。

**【 0 0 1 2 】**

また、このような層状チタン酸塩の酸処理条件としては、5重量%スラリーに対し、塩酸を用いてpH1、40とし、12時間攪拌することが好ましいが、この限りではない。

30

**【 0 0 1 3 】**

本発明の製造方法は、上記本発明の第2の局面に従う光輝性顔料を製造することができる方法であり、薄片状チタン酸を高分子樹脂溶液中に分散して塗料を調製し、該塗料を塗布して塗膜を作製し、該塗膜を粉砕することを特徴としている。

**【 0 0 1 4 】**

高分子樹脂としては、上記の高分子樹脂を用いることができ、溶液の溶媒としては、高分子樹脂を溶解できるものであればよい。高分子樹脂溶液の濃度としては、特に規定されないが、1重量%～90重量%、好ましくは10重量%～40重量%である。

**【 0 0 1 5 】**

また、薄片状チタン酸を高分子溶液中に分散する方法としては、ボールミル、ディスパーミル、3本ロールミルなどを用いる方法を挙げることができる。

40

**【 0 0 1 6 】**

高分子樹脂溶液中に添加する薄片状チタン酸の量は、薄片状チタン酸の薄膜間に挿入する高分子樹脂の量や、高分子樹脂溶液中の高分子樹脂の濃度などを考慮して適宜選択される。

**【 0 0 1 7 】**

塗料を塗布する基材としては、塗膜が容易に剥離し得る基材であることが好ましい。このような基材としては、PETフィルム、PPフィルムなど、フレキシブルな基材がよい。

50

## 【 0 0 1 8 】

塗膜を粉砕する方法としては、ディスクミル、ピンミル、ローラミル、ボールミル、振動ボールミル等を用いることができ、さらに乾式気流分級機にて分級する。

## 【 0 0 1 9 】

図 1 ~ 図 3 は、本発明の光輝性顔料を説明するための模式図である。図 1 は、本発明の第 1 の局面に従う薄片状チタン酸を示す模式図である。図 1 に示すように、薄膜 1 が積層された構造を有しており、薄膜 1 間には空隙 2 が存在している。

## 【 0 0 2 0 】

図 1 に示す薄片状チタン酸は、例えば、図 3 に示す層状チタン酸塩 3 を酸処理することにより製造することができる。層状チタン酸塩 3 が層状チタン酸アルカリ塩である場合、酸処理により、層間に存在するアルカリを脱離することにより、図 1 に示すような薄片状チタン酸とすることができる。

10

## 【 0 0 2 1 】

図 2 は、本発明の第 2 の局面に従う光輝性顔料を示す模式図である。図 2 に示すように、薄膜 1 間には高分子樹脂 2 が存在しており、この高分子樹脂 2 により薄膜 1 間の距離が制御されている。

## 【 発明の効果 】

## 【 0 0 2 2 】

本発明によれば、良好なシルキー感を付与することができる光輝性顔料とすることができる。

20

## 【 発明を実施するための最良の形態 】

## 【 0 0 2 3 】

以下、本発明を実施例により具体的に説明するが、本発明は以下の実施例に限定されるものではなく、その要旨を変更しない範囲において適宜変更して実施することが可能なものである。

## 【 0 0 2 4 】

( 実施例 1 )

〔 光輝性顔料 ( 薄片状チタン酸 ) の調製 〕

$K_{0.5 \sim 0.7} Li_{0.27} Ti_{1.6} O_{3.95 \sim 3.95}$  の組成式で表される層状チタン酸塩 40 g を、0.5 規定の塩酸 600 g 中に入れ、40 にて 12 時間攪拌した。濾過、水洗し、110 で乾燥し、薄片状チタン酸を得た。

30

## 【 0 0 2 5 】

図 4 は薄片状チタン酸を示す走査型電子顕微鏡 ( SEM ) 写真である。図 4 に示すように、薄片状チタン酸は、薄膜が積層された構造を有しており、薄膜間には空隙が存在している。

## 【 0 0 2 6 】

〔 塗料の調製 〕

得られた光輝性顔料を用い、塗料を作製した。塗料の樹脂成分としてポリウレタン樹脂を用い、溶媒 ( 分散媒 ) として水を用い、40 重量 % の樹脂溶液を調製した。この高分子樹脂溶液に、PWC 10 % となるように光輝性顔料を添加して塗料を作製した。

40

## 【 0 0 2 7 】

〔 塗膜の作製 〕

上記のようにして得られた塗料を、白色塗板の上に乾燥膜厚が 20  $\mu$ m となるように塗装し、さらにこの上にクリア塗料 ( クリア塗料は塗料の調製で用いたものと同じポリウレタン樹脂を用いた ) を乾燥膜厚 40  $\mu$ m となるように塗装して塗装サンプルを作製した。

## 【 0 0 2 8 】

( 比較例 1 )

光輝性顔料として、従来のパール顔料であるチタニア被覆マイカ ( 商品名「イリオジン 120」、メルク社製 ) を用いる以外は、上記実施例 1 と同様にして塗料を作製し、この塗料を用いて塗装サンプルを作製した。

50

## 【 0 0 2 9 】

( 比較例 2 )

光輝性顔料として、従来のパール顔料であるチタニア被覆アルミナ（商品名「シラリック」、メルク社製）を用いる以外は、上記実施例 1 と同様にして塗料を作製し、この塗料を用いて塗装サンプルを作製した。

## 【 0 0 3 0 】

〔 塗膜の評価 〕

上記の実施例 1、比較例 1 及び 2 のそれぞれの塗装サンプルについて、白色度、光輝感、及びシルキー感を評価した。

## 【 0 0 3 1 】

白色度については、色彩色度計（ミノルタ社製「CR-300」）を用いて、b 値を測定した。b 値の値に応じて、以下のようにして評価した。

; b 値が 3 以上

; b 値が 2 未満

## 【 0 0 3 2 】

光輝感については、以下の基準で評価した。

: 非常に高い輝度を有する

: やや高い輝度を有する

## 【 0 0 3 3 】

シルキー感については、以下の基準で評価した。

: 絹のような意匠性を有する

: わずかに絹のような意匠性を有する

x : 絹の意匠が全くない

評価結果を表 1 に示す。

## 【 0 0 3 4 】

## 【 表 1 】

	白色度	光輝感	シルキー感
実施例 1	○ (b 値 ; + 1. 8)	○	○
比較例 1	△ (b 値 ; + 3. 1)	○	△
比較例 2	○ (b 値 ; + 1. 5)	◎	×

表 1 から明らかなように、本発明の第 1 の局面に従う光輝性顔料を用いた実施例 1 の塗装サンプルは、白色度に優れ、かつ良好なシルキー感を有している。

## 【 0 0 3 5 】

( 実施例 2 )

〔 光輝性顔料の調製 〕

$K_{0.5 \sim 0.7} L i_{0.27} T i_{1.6} O_{3.85 \sim 3.95}$  の組成式で表される層状チタン酸塩 40 g を、0.5 規定の塩酸 600 g 中に入れ、40 ℃ にて 12 時間攪拌した。濾過、水洗した後、1800 g の脱イオン交換水に分散させ、これに、n - プロピルアミン 27 g を脱イオン交換水 600 g に希釈した溶液を添加した。40 ℃ で 2 時間攪拌した後、0.5 規定の塩酸を pH 1 になるまで滴下した。さらに濾過、水洗し、110 ℃ で乾燥し、薄片状チタン酸を得た。得られた薄片状チタン酸を、PWC 60 % となるように高分子樹脂溶液中に添加し混合した。高分子樹脂としてはポリウレタン塗料を用い、溶媒（分散媒）として水を用い、40 重量 % のエマルジョンを調製した。

## 【 0 0 3 6 】

得られた塗料を PET フィルムの上に、乾燥膜厚が 20 μm となるように塗布し、乾燥して、塗膜を得た。図 5 は、この塗膜の断面を示す走査型電子顕微鏡（SEM）写真であ

10

20

40

50

る。図5においては、観察しやすいように酸素プラズマを1時間照射することにより樹脂を除去している。白く見える部分が薄片状チタン酸の薄膜であり、黒く見える部分が樹脂の存在していた部分である。

【0037】

上記の塗膜を、ボールミルにより粉碎し、気流分級機により分級して、光輝性顔料を得た。

【0038】

〔塗料の調製〕

上記のようにして得られた光輝性顔料を用い、実施例1と同様にして塗料を作製し、この塗料を用いて実施例1と同様にして塗装サンプルを作製した。

【0039】

〔塗膜の評価〕

得られた実施例2の塗装サンプルについて、実施例1と同様にして白色度、光輝感、及びシルキー感を評価した。評価結果を表2に示す。なお、表2においては、比較例1及び比較例2の評価結果も併せて示している。

【0040】

【表2】

	白色度	光輝感	シルキー感
実施例2	○(b値; +1.6)	○	○
比較例1	△(b値; +3.1)	○	△
比較例2	○(b値; +1.5)	◎	×

表2に示す結果から明らかなように、本発明の第2の局面に従う光輝性顔料を用いた実施例2の塗装サンプルは、優れた白色度を示し、かつ良好なシルキー感を有するものである。

【図面の簡単な説明】

【0041】

【図1】本発明の第1の局面に従う光輝性顔料を示す模式図。

【図2】本発明の第2の局面に従う光輝性顔料を示す模式図。

【図3】薄片状チタン酸の原料となる層状チタン酸塩を示す模式図。

【図4】薄片状チタン酸を示す走査型電子顕微鏡写真(スケールは5μmを示す)。

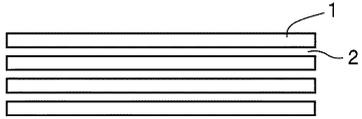
【図5】薄片状チタン酸を高分子樹脂溶液中に分散して調製した塗料から形成した塗膜の断面を示す走査型電子顕微鏡写真(但し、樹脂の部分は除去しており、スケールは5μmを示す)。

【符号の説明】

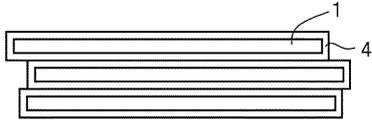
【0042】

- 1 薄膜
- 2 空隙
- 3 層状チタン酸塩
- 4 高分子樹脂

【 図 1 】



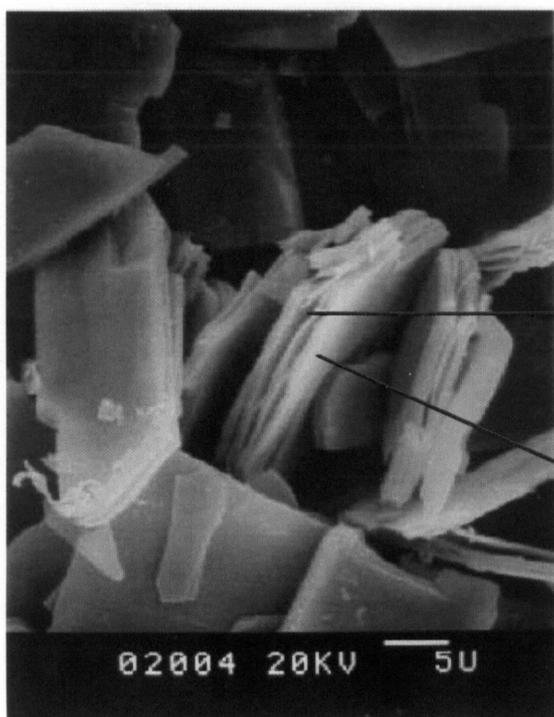
【 図 2 】



【 図 3 】



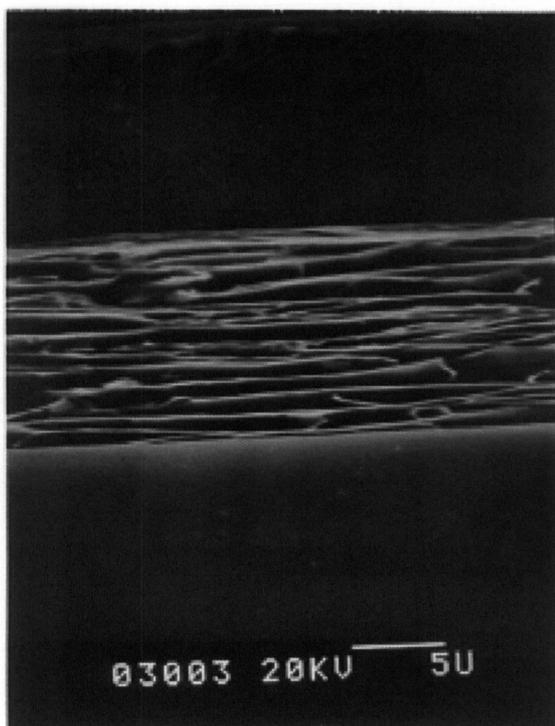
【図4】



空隙

薄片状チタン酸

【図5】



03003 20KV 5U

---

フロントページの続き

(72)発明者 梅村 晋

愛知県豊田市トヨタ町 1 番地 トヨタ自動車株式会社内

(72)発明者 近藤 晃次

愛知県豊田市トヨタ町 1 番地 トヨタ自動車株式会社内

(72)発明者 森 宏仁

徳島県徳島市川内町加賀須野 4 6 3 大塚化学株式会社研究技術センター内

(72)発明者 後藤 俊樹

東京都千代田区神田司町 2 - 9 大塚化学株式会社内

F ターム(参考) 4G047 CA01 CB02 CC01 CD02

4J037 AA21 CC13 CC14 CC16 CC21 CC22 CC23 CC24 CC26 DD10

EE03 EE04 EE08 EE28 EE29 EE43 FF02 FF03 FF09