

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第4612658号  
(P4612658)

(45) 発行日 平成23年1月12日(2011.1.12)

(24) 登録日 平成22年10月22日(2010.10.22)

(51) Int.Cl. F I  
**C 2 5 D 11/18 (2006.01)** C 2 5 D 11/18 3 0 5  
**C 0 9 B 45/20 (2006.01)** C 0 9 B 45/20  
**C 0 9 B 45/22 (2006.01)** C 0 9 B 45/22  
**C 0 9 B 45/16 (2006.01)** C 0 9 B 45/16 C L A A

請求項の数 4 (全 7 頁)

(21) 出願番号	特願2007-210192 (P2007-210192)	(73) 特許権者	000005315 保土谷化学工業株式会社 東京都港区芝公園二丁目4番1号
(22) 出願日	平成19年8月10日(2007.8.10)	(74) 代理人	100090918 弁理士 泉名 謙治
(62) 分割の表示 原出願日	特願平8-139793の分割 平成8年5月10日(1996.5.10)	(74) 代理人	100082887 弁理士 小川 利春
(65) 公開番号	特開2008-45208 (P2008-45208A)	(74) 代理人	100072774 弁理士 山本 量三
(43) 公開日 審査請求日	平成20年2月28日(2008.2.28) 平成19年8月10日(2007.8.10)	(72) 発明者	服部 良和 神奈川県横浜市鶴見区大黒町7番43号 保土谷化学工業株式会社横浜工場内
		(72) 発明者	赤井 稔 神奈川県横浜市鶴見区大黒町7番43号 保土谷化学工業株式会社横浜工場内 最終頁に続く

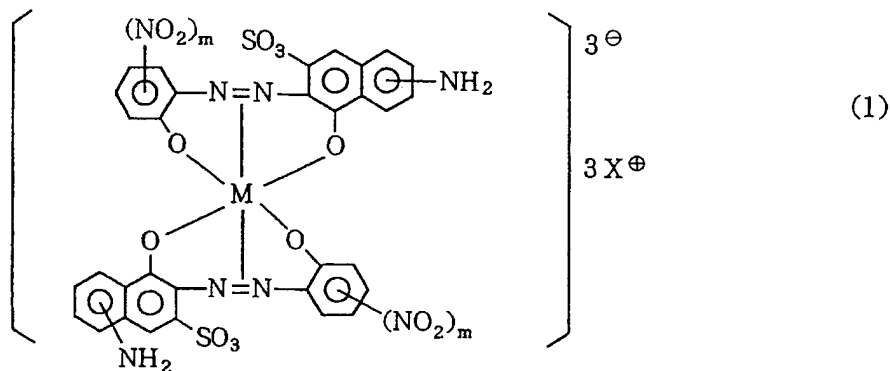
(54) 【発明の名称】 アルミニウムの着色方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

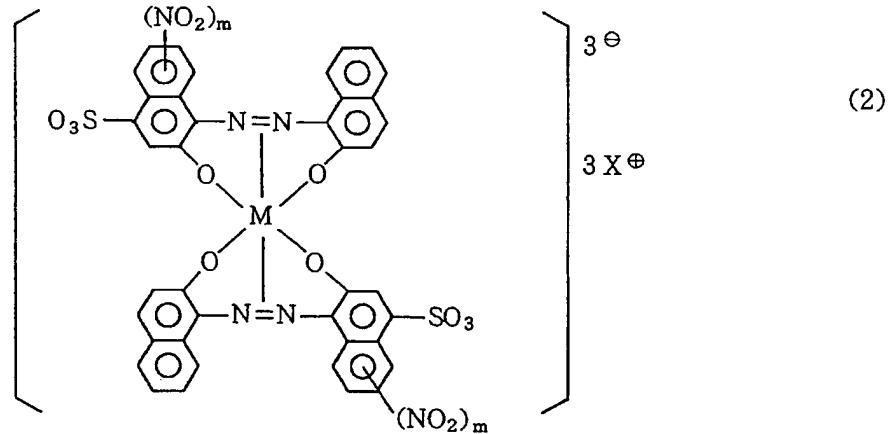
次の一般式(1)

【化1】



と次の一般式(2)

## 【化 2】



10

{ 一般式 ( 1 ) 及び一般式 ( 2 ) の式中、 $m$  は 1 又は 2 であり、 $X$  は、水素、ナトリウム、カリウム又はアンモニウムを表わし、 $M$  は、クロム、コバルト又は鉄を表わす。} で表わされる金属錯塩染料とを、70 ~ 90 重量部対 30 ~ 10 重量部配合した染料組成物を用いることを特徴とする陽極酸化処理アルミニウムの着色方法。

## 【請求項 2】

前記した一般式 ( 1 ) 及び一般式 ( 2 ) の  $M$  がクロムであることを特徴とする請求項 1 記載の陽極酸化処理アルミニウムの着色方法。

20

## 【請求項 3】

前記した一般式 ( 1 ) 及び一般式 ( 2 ) の  $M$  がコバルトであることを特徴とする請求項 1 記載の陽極酸化処理アルミニウムの着色方法。

## 【請求項 4】

前記した一般式 ( 1 ) 及び一般式 ( 2 ) の  $M$  が鉄であることを特徴とする請求項 1 記載の陽極酸化処理アルミニウムの着色方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【技術分野】

## 【0001】

本発明は、異なる 2 種類の金属錯塩染料を配合して用いるアルミニウムの着色方法に関する。

30

## 【背景技術】

## 【0002】

従来アルミニウムの着色は、水および適当な酸を含む電解液中でアルミニウムを陽極として通電し、アルミニウム表面を多孔質の酸化アルミニウム層としたのち (以下陽極酸化処理と略称する。) 金属錯塩染料、酸性染料、直接染料等を着色剤として使用することにより行われていた。例えば、金属錯塩染料は、特公昭 61 - 60869、特開昭 60 - 235867 号公報に記載されている染料等が挙げられる。近年、陽極酸化処理アルミニウムを黒色に着色する場合、需要の多様化に伴い、処理物の色の安定性、処理浴の継続の使用がランニングコスト、廃水問題の面から要求されている。

40

## 【発明の開示】

## 【発明が解決しようとする課題】

## 【0003】

しかしながら、従来より使用されている着色剤を用いた陽極酸化処理アルミニウムの黒色の着色では、処理浴の多数回のくりかえし使用の着色で、処理物の色相が充分に安定していないという問題があった。

## 【課題を解決するための手段】

## 【0004】

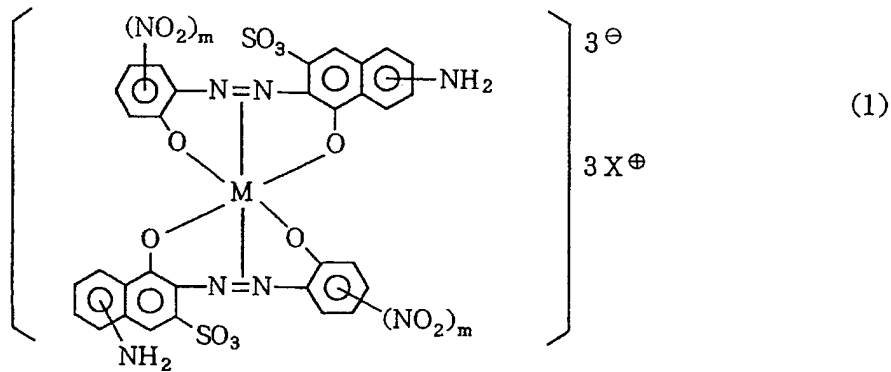
本発明者らは、上記課題を解決するため鋭意研究した結果、本発明を完成した。即ち、

50

本発明は次の一般式(1)

【0005】

【化1】

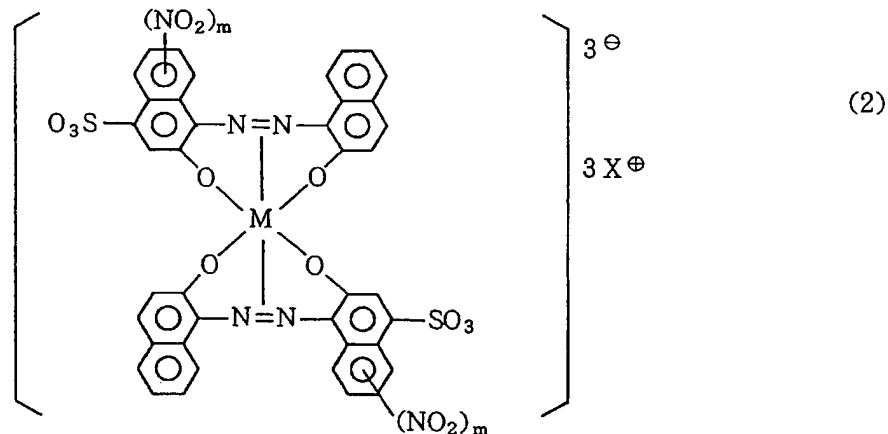


10

と次の一般式(2)

【0006】

【化2】



20

{一般式(1)及び一般式(2)の式中、mは1又は2であり、Xは、水素、ナトリウム、カリウム又はアンモニウムを表わし、Mは、クロム、コバルト又は鉄を表わす。}で表わされる金属錯塩染料とを、70~90重量部対30~10重量部配合した染料組成物を用いることを特徴とする陽極酸化処理アルミニウムの着色方法である。

【発明の効果】

【0007】

本発明のアルミニウムの着色方法は、染色浴に溶存アルミニウム、硫酸根を有する物質が蓄積しても、十分に黒色に着色される。そのため染色浴を多数回使用することができ、省力化、省エネルギー化が可能になった。

【発明を実施するための最良の形態】

【0008】

上記一般式(1)のうち、クロム錯塩染料は、特開昭55-97492号公報等で公知のものであり、上記一般式(2)のうちクロム錯塩染料は染料便覧等に記載のものであるが、これら染料を単独で陽極酸化処理アルミニウムの黒色の着色に用いた場合、処理浴のくり返し使用時に、処理物の最初の黒色が次第に灰色に変化するという現象がみられた。

【0009】

この原因は、かならずしも明らかではないが、処理浴(浸漬浴)を多数回くり返し使用すると、浸漬浴に陽極酸化処理アルミニウムに付着した溶存アルミニウム、硫酸根を有する物質、その他金属塩類や油脂等が混入し、これらの混入物が陽極酸化処理アルミニウムの着色を阻害し、陽極酸化処理アルミニウム着色物が一定の黒色にならず外観不良が発生

50

するものと考えられる。

【0010】

本発明では、一般式(1)と一般式(2)で表わされる金属錯塩染料を70~90重量部対30~10重量部の割合で配合することにより、数10回の処理浴の継続使用が可能となるが、一般式(1)で表わされる金属錯塩染料の配合使用割合が70部未満になると、即ち一般式(2)で表わされる金属錯塩染料の配合使用割合が30部以上になると、処理浴中への一般式(2)で表わされる染料の溶出(なきだし現象)が起き好ましくない。また一般式(1)の染料を90部を越えて使用すると、即ち一般式(2)の染料を10部未満で使用すると安定した黒色の着色物が得られない。

【実施例】

【0011】

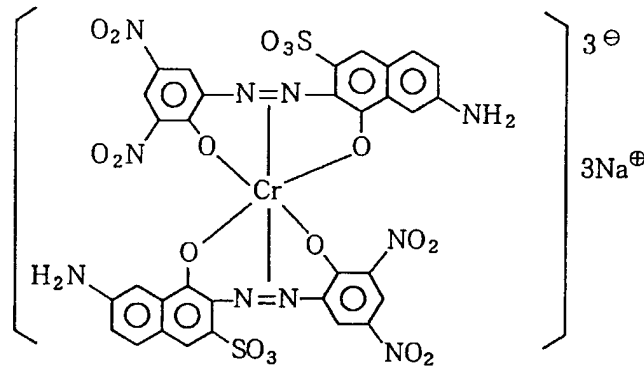
以下、実施例により本発明を更に詳しく説明するが、文中、部および%は重量部及び重量%を意味する。

実施例1

次の構造式

【0012】

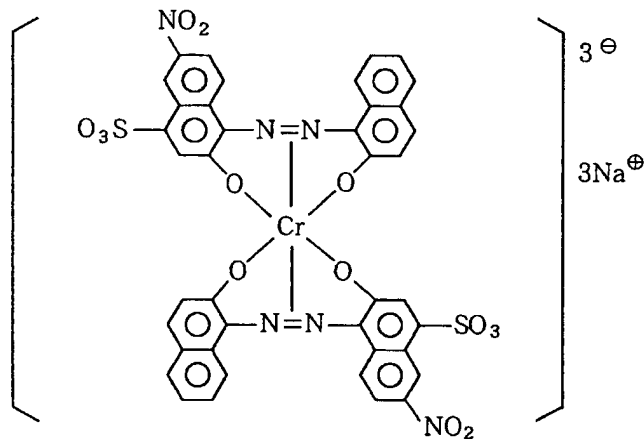
【化3】



で表わされるクロム錯塩染料(以下、クロム錯塩染料No.1という。)70部と次の構造式

【0013】

【化4】



で表わされるクロム錯塩染料(以下、クロム錯塩染料No.2という。)30部とを1リットルのボールミルに加え、約5時間混合し粉碎して染料組成物を得た(以下、染料組成物No.1という)。

【0014】

比較例1

実施例 1 で用いたクロム錯塩染料 No. 1、100 部を実施例 1 と全く同様に処理して染料粉末を得た（以下、比較染料 No. 1 という）。

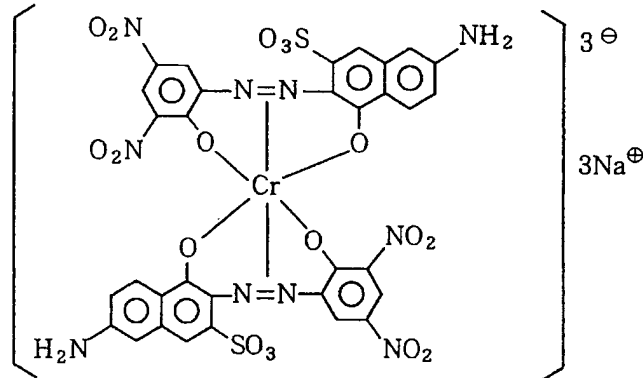
【0015】

実施例 2

次の構造式

【0016】

【化 5】



10

で表わされるクロム錯塩染料（以下、クロム錯塩染料 No. 3 という）80 部と、実施例 1 で用いたクロム錯塩染料 No. 2、20 部とを 1 リットルのボールミルに加え、実施例 1 と同様に処理して染料組成物（染料組成物 No. 2 ）を得た。

20

【0017】

比較例 2

実施例 2 で用いたクロム錯塩染料 No. 3、100 部を実施例 2 と全く同じに処理して染料粉末（比較染料 No. 2 ）を得た。

【0018】

実施例 3

実施例 1 ~ 2、比較例 1 ~ 2、で得られた染料組成物、比較染料を用いて陽極酸化処理アルミニウムを浸漬浴中で、多数回のくりかえし着色を行った。結果を表記する。

【0019】

30

【表 1】

陽極酸化処理アルミニウム、多数回のくりかえし着色結果

着色剤	着色結果 陽極酸化 アルミニウム処理量	色 相				耐 光 値		耐 熱 値	
		10 dm <sup>2</sup>	50 dm <sup>2</sup>	100 dm <sup>2</sup>	150 dm <sup>2</sup>	10 dm <sup>2</sup>	150 dm <sup>2</sup>	10 dm <sup>2</sup>	150 dm <sup>2</sup>
実施例 1 の染料組成物 No. 1	黒 色	黒 色	黒 色	黒 色	7 級 以 上	7 級 以 上	5 級	5 級	
比較例 1 の比較染料 No. 1	黒 色	暗 灰 い 色	灰 色	明 る い 灰 色	7 級 以 上	6 級	5 級	4 級	
実施例 2 の染料組成物 No. 2	黒 色	黒 色	黒 色	黒 色	7 級 以 上	7 級 以 上	5 級	5 級	
比較例 2 の比較染料 No. 2	黒 色	暗 灰 い 色	灰 色	明 る い 灰 色	7 級 以 上	6 級	5 級	4 級	

40

【0020】

なお、陽極酸化処理をしたアルミニウム試験片の着色物は次のようにして得た。厚さ 3 mm のアルミニウム（純度 99.85%）片を 20% 硫酸水溶液中、温度 20℃、10 dm<sup>2</sup> / 1.4 V の条件で、45 分間陽極酸化処理を行ない、酸化皮膜の膜厚、15 μm の酸化皮膜層を有するアルミニウム片を得た。別に実施例 1、2 および比較例 1、2 で得ら

50

れた染料を用いて、1.0%の染色浴を調整し、これらの染色浴に、上記のアルミニウム片を浸漬し、pH 5.5、温度60℃、時間15分間の条件で着色した。第2回目以降の着色は、染色浴の染料濃度が1.0%になるように調整して、着色操作をくり返した。従って、表1中、150 dm<sup>2</sup>とは、この着色操作を15回くり返したことを意味する。

【0021】

表中、耐光値は、着色アルミニウム試験片をフェードオメーター（光源、カーボンアーク灯）256時間照射後、変退色用ブルースケールで判定した。耐熱値は、着色アルミニウム試験片を200℃5時間処理した後、グレースケールで判定した。

【0022】

表中から明らかのように、本発明の染料組成物No.1、No.2を使用した場合は、多数回（15回）くり返し着色を行なっても、優れた黒色を呈し、さらに耐光、耐熱の性能も優れていた。それに比べ、比較染料No.1、No.2の場合は、5～10回くりかえし着色すると色相が灰色で黒色にならず、さらに耐光、耐熱も低下し、本発明に係わる着色剤より実用上劣っていた。

【0023】

また、くり返し使用中の染色浴中の溶存アルミニウム、及び硫酸根の蓄積量を測定した。その結果を表2に示した。

【0024】

【表2】

溶存アルミ (Al<sup>3+</sup>) および硫酸根を有する物質 (SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>) の蓄積量

陽極酸化 アルミニウム処理量	Al <sup>3+</sup> , SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	Al <sup>3+</sup>	SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>
50 dm <sup>2</sup>		30 ppm	650 ppm
100 dm <sup>2</sup>		52 ppm	1050 ppm
150 dm <sup>2</sup>		86 ppm	1400 ppm

10

20

---

フロントページの続き

審査官 瀧口 博史

- (56)参考文献 特開昭55-97492(JP,A)  
特開昭55-60562(JP,A)  
特開平3-94098(JP,A)  
特開平2-105864(JP,A)  
特開平6-340837(JP,A)  
特開平7-70457(JP,A)  
特開平2-117962(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C25D 11/18

C09B 45/14