

公 告 本

附件 二(A): 第 87117046

號專利申請案

中文說明書修正頁

民國 89 年 7 月呈

申請日期	87 年 10 月 14 日
案 號	87117046
類 別	C09C 1/00

修正
89. 7. 28 充 A4 C4

(以上各欄由本局填註)

發 明 專 利 說 明 書 473521		
一、發明 名稱	中 文	干涉顏料及製備彼之方法
	英 文	Interference pigments and process for preparing the same
二、發明 人	姓 名	(1) 克利斯多夫·舒密特 Schmidt, Christoph (2) 傑哈德·法夫 Pfaff, Gerhard (3) 克里斯汀納·珊克 Schank, Christina
	國 籍	(1) 德國 (2) 德國 (3) 德國
住、居所		(1) 德國達木士塔·法蘭克福特路二五〇號 250 Frankfurter Strasse, 64293 Darmstadt, Germany
		(2) 德國達木士塔法蘭克福特路二五〇號 Frankfurter Strasse 250, 64293 Darmstadt, Germany
三、申請人	姓 名 (名稱)	(1) 麥克專利有限公司 Merck Patent GmbH
	國 籍	(1) 德國
住、居所 (事務所)		(1) 德國達木士塔法蘭克福特路二五〇號 Frankfurter StraBe 250, 64293 Darmstadt Germany
	代 表 人 姓 名	(1) 哈伯瑞 Haberer, 史卡特勒 Schuttler,

裝

訂

線

經濟部中央標準局員工消費合作社印製

修正
* 月 日
89. 7. 28. 充

申請日期	87 年 10 月 14 日
案 號	87117046
類 別	

A4
C4

(以上各欄由本局填註)

發 明 專 利 說 明 書		
一、發明 名稱	中 文	
	英 文	
二、發明 創作人	姓 名	(1) 沙賓·蕭恩 Schoen, Sabine
	國 籍	(1) 德國 (1) 德國達木士塔法蘭克福特路二五〇號 Frankfurter Straße 250, 64293 Darmstadt, Germany
三、申請人	住、居所	
	姓 名 (名稱)	
	國 籍	
	住、居所 (事務所)	
	代 表 人 姓 名	

裝 訂 線

經濟部中央標準局員工消費合作社印製

(由本局填寫)

承辦人代碼：
大 類：
I P C 分類：

A6
B6

本案已向：

國 (地區) 申請專利，申請日期： 案號： ， ☐ 有 ☐ 無主張優先權
德國 1997 年 10 月 17 日 197 46 067.4 ☒ 有主張優先權

有關微生物已寄存於： ， 寄存日期： ， 寄存號碼：

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁各欄)

裝

訂

線

五、發明說明 ()

本發明有關以多層塗覆小片狀基材為底質之干涉顏料。

光澤顏料或特殊效果顏料應用於工業界諸多領域，特別是汽車最後加工部分，裝飾塗料、塑料、塗料、印刷墨水與化妝品調配物。

光澤顏料在介於二或多種干涉顏色間依角度變化而改變顏色，其於汽車最後加工以及反仿冒保護有價文件特別重要。

干涉顏料通常由厚度自 200 至 1000 毫微米之小片狀基材組成，其塗覆厚度自 50 至 300 毫微米之高度折射金屬氧化物或金屬氧化物混合物。以金屬氧化物層之折射指數嚴格測定此等顏料之光學性質。除了使用化學蒸氣澱積 (CVD) 或物理蒸氣澱積 (PVD) 技術製備高密度及因而製得接近最適折射指數之金屬氧化物層的可能性之外，金屬氧化物在細碎小片狀基材上之澱積作用通常可對於存在基材之氫氧化鈉溶液滴定含水酸性金屬鹽溶液，其描述於例如 DE 14 67 468 與 DE 20 09 566。

蒸氣澱積技術之缺點係所需成本高。例如，US 4,434,010 揭示一種多層干涉顏料，其由例如一種折射金屬（諸如鋁）中間層、兩種分別為高折射指數與低折射指數（諸如二氧化鈦與二氧化矽）之透明介電材料交替層組成。反仿冒保護證券使用此多層顏料為佳。

JP H 7 - 759 揭示一種具有金屬光澤之多層干

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

五、發明說明(2)

涉顏料，其基材塗覆二氧化鈦與二氧化矽之交替層。該基材包括塗覆金屬之鋁、金或銀片，或是雲母或玻璃片。不過無法產生干涉顏料特有且必要之深度效果。此係因為形成核心之金屬層的光全部反射之故。因此，折射效果仍受位於金屬層之層限制。此外，該基材缺乏透明度會大幅限制其與相關應用調配物之其他顏料各種組合可能性。

U S 3, 438, 796 與 U S

5, 135, 812 描述例如金屬光澤顏料，其具有不透明鋁中間薄膜，兩側交替塗覆低折射指數介電薄膜，諸如二氧化矽或氟化鎂，以及部分透明金屬薄膜，諸如鉻或鋁薄膜。因該製備方法之故，此等顏料之中間金屬薄膜僅塗覆小片上面與下面，側面形成中斷邊緣，而且可與介質接觸。

D E 44 05 494、D E

44 37 753、D E 195 16 181 與

D E 195 15 988 揭示光澤顏料，其係使用

C V D 或濕式化學技術將低折射指數金屬氧化物層（諸如二氧化矽層）與高折射指數非選擇性吸收金屬氧化物層或金屬層塗覆金屬小片（尤其是鋁片）。

以金屬基材為底質之光澤顏料通常具有良好性能性質，包括良好不透明性，但是其有諸如例如塗料應用之結果為“硬式”金屬光澤，此現象通常是不想要的結果。

W O 93 / 12182 主題是以透明小片狀基材為底質之光澤顏料，其不具有該“硬式”金屬光澤。以高折射指

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

製

訂

經濟部中央標準局員工消費合作社印製

五、發明說明 (3)

數金屬氧化物層（諸如 TiO_2 ）與非選擇性吸收層覆蓋雲母片。視 TiO_2 層厚度而定，直視此等顏料時其顯示特定干涉顏色，當視角愈斜該干涉顏色愈弱，最後變成灰或黑。該干涉顏色無法改變，但是發現顏色飽和度下降。

J P 1 9 9 2 / 9 3 2 0 6 申請一種專利光澤顏料，其係以玻璃片或雲母粒子為底質，其上覆蓋不透明金屬層與 SiO_2 與 TiO_2 交替層。

E P 0 7 5 3 5 4 5 揭示光澤顏料，以多層塗覆之高折射指數非金屬小片狀基材為底質，其對可見光呈至少部分透明，而且具有至少一層包括低折射指數無色塗層與選擇性或非選擇性吸收的反射塗層之組合。此發明之缺點係其技術非常複雜、製造成本高，而且很難重複製得具有所需產物品質之顏料。

本發明目的係提出一種基本上為透明之干涉顏料，其具有強烈干涉顏色及／或強烈角度依存性干涉顏色，此係其顯著良好性能性質，而且可以簡易方式同時製備。

令人驚異的是，已發現一種以多層塗覆小片狀基材為底質，而且包括光學功能層特定排列之干涉顏料藉由光學功能層可以達成特殊光學效果。

因此，本發明提出以多層塗覆小片狀基材為底質之干涉顏料，其包括至少一層順序，其包括

- (A) 一種折射指數 $n \geq 2.0$ 之塗料，
- (B) 一種折射指數 $n \geq 1.8$ 之無色塗料，
- (C) 一種高折射指數之非吸收性塗料，

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

裝

訂

經濟部中央標準局員工消費合作社印製

五、發明說明(4)

以及，若情況需要則包含

(D) 一種外部保護層。

本發明亦提出本發明顏料於塗料、漆、印刷墨水、塑料、陶瓷材料、玻璃與化妝品調配物之用途。

本發明多層顏料之適用基材首先必須為透明，其次是透明小片狀物質。較佳基材為頁矽酸鹽與塗覆金屬氧化物之小片狀材料。特別適用者是天然與合成雲母、滑石、高嶺土、小片狀氧化鐵類、氮氧化鉍、玻璃、 SiO_2 、 Al_2O_3 或 TiO_2 片、合成陶瓷片、無載體合成小片、LCP 類或其他相當材料。

該基材大小本身並無特殊限制，而且可與特定標的應用配合。一般而言，該小片狀基材厚度介於 0.1 與 5 微米，特別是介於 0.2 與 4.5 微米。另兩個尺寸範圍通常介於 1 與 250 微米，介於 2 與 200 微米為佳，特別是介於 5 與 50 微米。

對於該顏料光學性質而言，該基材上高折射指數與低折射指數個別層厚度極為重要。對於具有強烈干涉顏色之顏料而言，必須依照各層關係精確地調整各層厚度。

若 n 是一薄層折射指數且 d 係其厚度，此層之干涉顏色由產物 $n \cdot d$ 定義 ($n \cdot d =$ 光學厚度)。該顏色係由位於反射光中垂直入射光下之此種薄膜形成，該反射光係某種波長之光強化

$$\lambda = \frac{4}{2N - 1} \cdot n \cdot d$$

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

五、發明說明(5)

及某種波長之光減弱

$$\lambda = \frac{2}{N} \cdot n \cdot d$$

所致，其中 N 為正整數。

顏色變化與薄膜厚度增加有關，其係經由干涉作用使特定波長之光強化或減弱之結果。若一多層顏料中之二或多層具有相同光學厚度，隨著層數增加該反射光顏色變得更強烈。此外，可經由選擇適當層厚使顏色依視角變化產生特別強烈變化。如前述，會發生所謂顏色突然改變。各別金屬氧化物層厚度與其折射指數無關，其視使用領域而定，通常自 10 至 1000 毫微米，自 15 至 800 毫微米為佳，20 - 600 毫微米尤佳。

本發明之光澤顏料特徵為一種高折射指數塗層 (A) 與一種低折射指數且其上塗覆高折射指數非吸收性塗層之無色塗層 (B) 併用。該顏料可包括二或多種相同或不同層結構組合，不過以唯一層結構 (A) + (B) + (C) 覆蓋該基材為佳。為使顏色突然改變更強烈，本發明顏料可包括高達 4 層結構，不過該基材上所有層厚度不可超過 3 微米。

高折射指數層 (A) 之折射指數 $n \geq 2.0$ ， $n \geq 2.1$ 為佳。適於作為層材料 (A) 之材料係熟知本技藝習知之材料，其全為高折射指數，呈薄膜狀而且可永久性塗覆於基材粒子上。特別適用之材料係金屬氧化物或金屬

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

五、發明說明(6)

氧化物混合物，諸如 TiO_2 、 Fe_2O_3 、 ZrO_2 、 ZnO 或 SnO ，或是高折射指數化合物，諸如例如鈦酸鐵、氧化鐵水合物、低氧化鈦、氧化鉻、釩酸鉍、鋁酸鈦以及此等化合物彼此之混合物或混合相，或是與其他金屬氧化物之混合物或混合相。

層(A)厚度為10—550毫微米，15—400毫微米為佳，20—350毫微米尤佳。

適用於塗層(B)之低折射指數無色材料係金屬氧化物或相當之氧化物水合物，諸如 SiO_2 、 Al_2O_3 、 $AlO(OH)$ 、 B_2O_3 或此等金屬氧化物之混合物。層(B)厚度為10—1000毫微米，20—800毫微米為佳，30—600毫微米尤佳。

特別適於作為高折射指數非吸收性塗層(C)之材料係無色金屬氧化物，諸如 TiO_2 、 ZrO_2 、 SnO_2 、 ZnO 與 $BiOCl$ ，以及其混合物。層(C)之厚度為10—550毫微米，15—400毫微米為佳，20—350毫微米尤佳。

除了可高達本發明顏料四次之標準層組合(A)+(B)+(C)外，還有其他較佳具體實例。例如，介於本發明顏料基材(S)與層(A)間，介於層(A)與層(B)間、介於層(B)與層(C)間，及／或介於層(C)與最上層(D)間可另外存在一種吸收或非吸收層〔(S1)、(A1)、(B1)、(C1)〕。該中間層厚度為1—50毫微米，1—40毫微米為佳，1—30毫

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

五、發明說明(7)

微米尤佳。

特佳具體實例是具有下列層組合之基材塗層：

① (S1) 選擇性 SnO_2

(A) TiO_2 或 Fe_2O_3

(B) SiO_2

② (B1) 選擇性 SnO_2

(C) TiO_2

(D) 與應用相關之最終塗層

以高折射指數層 (A) 與 (C)、低折射指數層 (B) 及若情況需要另外以有色或無色塗層塗覆基材製得顏料，其顏色、光澤、不透明性與可察覺角度依存顏色在寬鬆限制內變化。

本發明顏料極易製造，其係於細碎小片狀基材上產生二或多種高折射指數與低折射指數、厚度經精確定義且具有光滑表面之干涉層製得。

以濕式化學方法塗覆金屬氧化物層為佳，可使用製造珍珠光澤顏料發展出之濕式化學塗覆技術，此種技術描述於例如 DE 1 4 6 7 4 6 8、DE

1 9	5 9	9 8 8	、DE	2 0	0 9	5 6 6	、DE
2 2	1 4	5 4 5	、DE	2 2	1 5	1 9 1	、DE
2 2	4 4	2 9 8	、DE	2 3	1 3	3 3 1	、DE
2 5	2 2	5 7 2	、DE	3 1	3 7	8 0 8	、DE
3 1	3 7	8 0 9	、DE	3 1	5 1	3 4 3	、DE
3 1	5 1	3 5 4	、DE	3 1	5 1	3 5 5	、DE

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

經濟部中央標準局員工消費合作社印製

五、發明說明 (8)

3 2 1 1 6 0 2 、 D E 3 2 3 5 0 1 7 或其他專利文件與其他公告。

濕式塗覆實例中，該基材粒子懸浮於水中，並於適於水解之 p H 值下添加一或多種可水解金屬鹽類，使該金屬氧化物或金屬氧化物水合物直接沉澱於小片上，而且沒有任何二次沉澱情況。通常同時計量添加一種鹼及／或酸使該 p H 值保持固定。隨後，分離該顏料、清洗並乾燥，若情況需要煅燒之，其可使現有特定塗層之煅燒溫度最適化。通常，此煅燒溫度介於 2 5 0 與 1 0 0 0 ℃，介於 3 5 0 與 9 0 0 ℃ 為佳。若情況需要，塗覆個別塗層之後可以分離、乾燥該顏料，若情況需要，於用以沉澱塗覆另外層之再懸浮作用前煅燒之。

亦可利用氣相塗覆於一流體化床中進行塗覆作用，此情況下，其可能適當使用例如 E P 0 0 4 5 8 5 1 與 E P 0 1 0 6 2 3 5 所提出用以製備珍珠光澤顏料技術。

所使用之高折射指數金屬氧化物以二氧化鈦及／或氧化鐵為佳，所使用之低折射指數金屬氧化物以二氧化矽為佳。

以 U S 3 , 5 5 3 , 0 0 1 所述之技術塗覆該二氧化鈦層為佳。

將一種鈦鹽水溶液緩慢添加於加熱至約 5 0 至 1 0 0 ℃ 之欲塗覆材料懸浮液，隨後同時計量添加一種鹼（例如氨水溶液或鹼金屬氫氧化物水溶液）使 p H 值固定保持約

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

裝

訂

經濟部中央標準局員工消費合作社印製

五、發明說明 9)

0.5 至 5。當 TiO_2 沉澱物達到所需厚度同時中止鈦鹽溶液與鹼之添加作用。

此技術亦稱為滴定方法，值得注意的是其避免鈦鹽過量。此係僅對該水解作用供應每單位時間數量達成，該數量係均勻塗覆水合 TiO_2 所需量，而且是每單位時間欲塗覆粒子現有表面所能接受到之數量。因此，不會產生未沉澱在欲塗覆表面上之水合二氧化鈦粒子。

二氧化矽層之塗覆作用可以例如下列方法進行。將矽酸鉀或矽酸鈉溶液計量添加於加熱至 $50 - 500^\circ C$ 之欲塗覆基材懸浮液。同時添加一種稀釋無機酸（諸如 HCl 、 NH_4OH 或 H_2SO_4 ）使 pH 值保持約 6 - 9。 SiO_2 達到所需厚度同時，中止該矽酸鹽溶液之添加作用。隨後攪拌該批次約 0.5 小時。

為加強光安定性與耐候化性，視使用領域而定，通常對完成顏料進行後塗覆方法或後處理方法。適用方法描述於例如 DE - C 22 15 191、DE - A 31 51 354、DE - A 32 35 017 或 DE - A 33 34 598。此種後塗覆作用另外提高該顏料化學安定性或處理便利性，尤其是提高其與其他介質之結合性。

本發明顏料可與大量有色系統相容，以漆、塗料與印刷墨水部分之有色系統為佳，尤其是證券印刷墨水。因為本發明顏料不可複印光學效果之故，其尤其適於製造經反仿冒保護有價文件，諸如銀行票據、支票、支票卡、信用

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

裝

訂

經濟部中央標準局員工消費合作社印製

五、發明說明(10)

卡、身份證等。此外，該顏料亦適於雷射標記紙與塑料，及適合應用於農業部分，諸如例如溫室薄膜。

因此本發明亦提出將該顏料應用於諸如塗料、印刷墨水、漆、塑料、陶瓷材料與玻璃調配物，及製備化妝品。

當然該多層顏料各種標的應用情況下亦可使用與其他顏料之摻合物，例如透明且具覆蓋力之白色、有色與黑色顏料，及與小片狀氧化鐵、有機顏料、全光照相顏料、L C P（液晶聚合物）及習用以塗覆金屬氧化物雲母與S i O₂小片之透明有色與黑色珍珠顏料等之摻合物。該多層顏料可以任何比例與習用市售顏料與補充劑混合。

下列實施例係用以說明本發明，其對本發明並無任何限制。

實施例

實施例 1

將於 2 升去離子水之 1 0 0 克雲母（P S D 1 0 - 6 0 微米）加熱至 8 0 °C。於此溫度下劇烈攪拌並計量添加 4 3 0 摳氧化鐵（I I I）溶液（1 4 . 2 5 % F e）。此添加過程中，使用氫氧化鈉水溶液（3 2 % N a O H）使 p H 值保持 4 . 0。隨後，使用氫氯酸（1 5 % H C l）將 p H 值降至 1 . 8，並於此 p H 值下添加 3 0 毫升 T i C l₄ 溶液（4 0 . 0 克 T i C l₄ / 升）。此添加作用期間，以氫氧化鈉水溶液（3 2 % N a O H）使 p H 值保持固定。然後，使用氫氧化鈉水溶液（3 2 %

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

訂

五、發明說明 (11)

N a O H) 將 p H 值提高至 7 . 5 , 於此 p H 值下添加 2 5 2 克去離子水中之 2 5 2 克矽酸鈉 (2 7 % S i O ₂) 。添加作用期間, 使用氫氯酸 (1 5 % H C l) 使 p H 值保持固定。

隨後, 使用氫氯酸 (1 5 % H C l) 將 p H 值降至 2 . 0 , 並於此 p H 值下計量加入於 9 0 毫升去離子水中之 3 克 S n C l ₄ × 5 H ₂ O 與 1 0 毫升氫氯酸 (3 7 % H C l) 。此添加作用期間, 使用氫氧化鈉水溶液 (3 2 % N a O H) 使 p H 值保持固定。然後使用氫氯酸 (1 5 % H C l) 將 p H 值降至 1 . 8 , 並於此 p H 值下計量添加 6 5 5 毫升 T i C l ₄ 溶液 (4 0 0 克 / 升) 。此添加作用期間, 使用氫氧化鈉水溶液 (3 2 % N a O H) 使 p H 值保持固定。添加 T i C l ₄ 溶液之後, 攪拌該混合物 1 5 分鐘, 並過濾該產物, 以去離子水清洗, 於約 1 1 0 °C 乾燥, 並於 8 5 0 °C 煅燒 4 5 分鐘。製得之干涉顏料具有強烈紅紫色干涉顏色。

實施例 2

將於 2 升去離子水之 1 0 0 克雲母 (P S D 1 0 - 6 0 微米) 加熱至 8 0 °C 。於此溫度下劇烈攪拌並計量添加 4 3 0 掙氯化鐵 (I I I) 溶液 (1 4 . 2 5 % F e) 。此添加過程中, 使用氫氧化鈉水溶液 (3 2 % N a O H) 使 p H 值保持 4 . 0 。隨後, 使用氫氧化鈉水溶液 (3 2 % N a O H) 將 p H 值升至 7 . 5 , 並於此 p H 值下

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

五、發明說明(12)

添加 252 克去離子水中之 252 克矽酸鈉 (27% SiO_2)。此添加作用期間，使用氫氯酸 (15% HCl) 使 pH 值保持固定。

隨後，使用氫氯酸 (15% HCl) 將 pH 值降至 2.0，並計量加入於 90 毫升去離子水中之 3 克 $\text{SnCl}_4 \times 5\text{H}_2\text{O}$ 與 10 毫升氫氯酸 (37% HCl)。此添加作用期間，使用氫氧化鈉水溶液 (32% NaOH) 使 pH 值保持固定。然後使用氫氯酸 (15% HCl) 將 pH 值降至 1.8，並計量添加 476 毫升 TiCl_4 溶液 (400 克/升)。此添加作用期間，使用氫氧化鈉水溶液 (32% NaOH) 使 pH 值保持固定。添加 TiCl_4 溶液之後，攪拌該混合物 15 分鐘，並過濾該產物，以去離子水清洗，於約 110℃ 乾燥，並於 850℃ 煅燒 30 分鐘。製得之干涉顏料具有強烈紅色干涉顏色。

實施例 3

將於 2 升去離子水之 100 克白雲母 (粒子大小 10-60 微米) 加熱至 80℃。然後，於 pH 值 2.0 下邊劇烈攪拌邊添加於 90 毫升去離子水中之 3 克 $\text{SnCl}_4 \times 5\text{H}_2\text{O}$ 與 10 毫升氫氯酸 (37% HCl) 溶液。此添加過程中，使用氫氧化鈉水溶液 (32% NaOH) 使 pH 值保持固定。隨後，於 pH 值 1.8 下添加 155 毫升 TiCl_4 溶液 (400 克 TiCl_4 /升)。此添加作用

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

五、發明說明 (13)

期間，以氫氧化鈉水溶液（32% NaOH）使 pH 值保持固定。然後，使用氫氧化鈉水溶液將 pH 值提高至 2.6，於此 pH 值下添加 25 毫升 TiCl₄ 溶液、48 克 FeCl₃ 溶液（14.25% Fe）與 4.8 克去離子水中 AlCl₃ × 6H₂O 之 100 毫升溶液。添加作用期間，使用氫氧化鈉水溶液（32% NaOH）使 pH 值保持固定。

隨後，使用氫氧化鈉水溶液（32% NaOH）使 pH 值升至 7.5，並於此 pH 值下計量加入於 271 克去離子水中之 271 克矽酸鈉溶液（27% SiO₂）。此添加作用期間，使用氫氯酸（10% HCl）使 pH 值保持固定。然後使用氫氯酸（10% HCl）將 pH 值降至 2.0，並計量添加於 90 毫升去離子水中之 3 克

SnCl₄ × 5H₂O 與 10 毫升氫氯酸（37% HCl）溶液。此添加作用期間，使用氫氧化鈉水溶液（50% NaOH）使 pH 值保持固定。隨後，於 pH 值 1.8 下添加 45 毫升 TiCl₄ 溶液（400 克 TiCl₄ / 升），再次使用氫氧化鈉水溶液（32% NaOH）使 pH 值升至 2.6，於此 pH 值下計量加入 129 毫升 TiCl₄ 溶液、206 克 FeCl₃ 溶液（14.25% Fe）與 10.2 克於 157 毫升去離子水中之 AlCl₃ × 6H₂O 之 230 毫升溶液。此添加作用期間，使用氫氧化鈉水溶液（32% NaOH）使 pH 值保持固定。最後吸濾該顏料，以去離子水清洗，於約 110℃ 乾燥，並於

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

裝

訂

五、發明說明 (14)

850℃煅燒30分鐘。結果為一種具有強烈紅紫色之干涉顏料，其顏色自橙色變化至強烈黃綠色。

實施例 4

於形成氣體氣氛 (N_2/H_2 ; 85/15) 中以 850℃煅燒實施例 2 之乾燥顏料。以此方式製備之顏料顯示強烈棕色效果與強烈光澤。

實施例 5

將於 2 升去離子水之 100 克白雲母 (粒子大小 10-60 微米) 加熱至 80℃。然後，於 pH 值 2.0 下邊劇烈攪拌邊以 4 毫升/分鐘計量速度添加於 90 毫升去離子水中之 3 克 $SnCl_4 \times 5H_2O$ 與 10 毫升氫氯酸 (37% HCl) 溶液。此添加過程中，使用氫氧化鈉水溶液 (32% $NaOH$) 使 pH 值保持固定。隨後，於 pH 值 1.8 下以 2 毫升/分鐘計量速度添加 155 毫升 $TiCl_4$ 溶液 (400 克 $TiCl_4$ /升)。此添加作用期間，以氫氧化鈉水溶液 (32% $NaOH$) 使 pH 值保持固定。然後，使用氫氧化鈉水溶液將 pH 值提高至 2.6，於此 pH 值下添加 25 毫升 $TiCl_4$ 溶液 ($TiCl_4$ /升)、48 克 $FeCl_3$ 溶液 (14.25% Fe) 與 4.8 克去離子水中 $AlCl_3 \times 6H_2O$ 之 100 毫升溶液。添加作用期間，使用氫氧化鈉水溶液 (32% $NaOH$) 使 pH 值保持固定。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

五、發明說明 (15)

隨後，使用氫氧化鈉水溶液（32% NaOH）使 pH 值升至 7.5，並於此 pH 值下以 2 毫升／分鐘計量速度計量加入於 297 克去離子水中之 297 克矽酸鈉溶液（27% SiO₂）。使用氫氯酸（10% HCl）使 pH 值保持固定。然後使用氫氯酸（10% HCl）將 pH 值降至 2.0，並以 4 毫升／分鐘速度計量添加於 90 毫升去離子水中之 3 克 SnCl₄ × 5H₂O 與 10 毫升氫氯酸（37% HCl）溶液。此添加作用期間，使用氫氧化鈉水溶液（32% NaOH）使 pH 值保持固定。隨後，於 pH 值 1.8 下以 2 毫升／分鐘速度添加 250.5 毫升 TiCl₄ 溶液（400 克 TiCl₄／升），再次使用氫氧化鈉水溶液（32% NaOH）使 pH 值保持固定。

隨後吸濾該顏料，以去離子水清洗，於約 110℃ 乾燥。此階段後，製得之顏料具有紅紫色，該顏色會變化至黃綠色。

最後，於 850℃ 煅燒該顏料 30 分鐘。結果為一種具有黃紅色光澤之干涉顏料，其顏色會變化至強烈黃綠色。

實施例 6

如實施例 5 沉澱金屬氧化物層。此外，於 pH 值 2.6 下，以 1 毫升／分鐘速度添加 129 毫升 TiCl₄ 溶液（400 克 TiCl₄／升）、147 毫升 FeCl₃

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

訂

五、發明說明 (16)

溶液 (14 . 08 % Fe) 與 10 . 2 克去離子水中
 $AlCl_3 \times 6H_2O$ 及 157 毫升去離子水之 130 毫升
 混合物。此添加作用期間，使用氫氧化鈉水溶液 (32 %
 $NaOH$) 使 pH 值保持固定。

如實施例 1 - 5 製造該顏料。

該乾燥顏料顯示具有高度光澤之強烈紅紫色，其會轉
 變成橙色。煅燒之後，該顏料具有黃紅色光澤，其顏色會
 轉變成具有強烈光澤之黃色。

實施例 7

於形成氣體氣氛 (N_2 / H_2 ; 85 / 15) 中以
 850 °C 煅燒實施例 4 乾燥產物 30 分鐘。以此方式製備
 之顏料顯示紅棕色效果及強烈光澤，其亦具有高度不透明
 性。其變化上，該顏色會改變成強烈黃綠色。

實施例 8

於形成氣體氣氛 (N_2 / H_2 ; 85 / 15) 中以
 850 °C 煅燒實施例 5 乾燥產物 30 分鐘。以此方式製備
 之顏料顯示深紅棕色效果及強烈光澤，其亦具有高度不透
 明性。其變化上，該顏色會改變成強烈金黃色。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

A5
B5

四、中文發明摘要 (發明之名稱：干涉顏料及製備彼之方法)

本發明有關以多層塗覆小片狀基材為底質之干涉顏料，小片狀基材包括至少一層順序，其包括

- (A) 一種折射指數 $n \geq 2.0$ 之塗料，
- (B) 一種折射指數 $n \geq 1.8$ 之無色塗料，
- (C) 一種高折射指數之非吸收性塗料，

以及，若情況需要則包含

- (D) 一種外部保護層。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁各欄)

裝

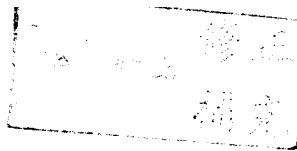
英文發明摘要 (發明之名稱：Interference pigments and process for preparing the same)

The present invention relates to interference pigments on the basis of multiply coated, platelet-shaped substrates which comprise at least one layer sequence comprising

- (A) a coating having a refractive index $n \geq 2.0$,
 - (B) a colourless coating having a refractive index $n \leq 1.8$, and
 - (C) a nonabsorbing coating of high refractive index,
- and, if desired,
- (D) an external protective layer.

訂

線



六、申請專利範圍

附件 (A) :

第 87117046 號專利申請案

中文申請專利範圍修正本

民國 90 年 8 月修正

1. 一種以多層塗覆小片狀基材為底質之干涉顏料，其包含至少一層順序，其包含

(A) 折射指數 n 介於 2.0 至 3.0 之塗料，

(B) 折射指數 n 介於 1.2 至 1.8 之無色塗料，

(C) 高折射指數 n 介於 1.8 至 2.7 之非吸收性塗料，

以及，若情況需要

(D) 外部保護層。

2. 如申請專利範圍第 1 項之干涉顏料，其中介於基材 (S) 與層 (A) 之間進一步存有無色金屬氧化物層 (S1)，介於層 (A) 與層 (B) 之間進一步存有有色或無色金屬氧化物層 (A1)，介於層 (B) 與層 (C) 之間進一步存有無色金屬氧化物層 (B1)，及／或介於層 (C) 與層 (D) 之間進一步存有有色或無色金屬氧化物層 (C1)，其中該有色金屬氧化物係選自 Fe_2O_3 ， TiFe_2O_5 (TiO_2 和 Fe_2O_3 之混合金屬氧化物)、低氧化鈦或 Cr_2O_3 ，且該無色金屬氧化物係選自 SiO_2 ， Al_2O_3 ， $\text{AlO}(\text{OH})$ ， B_2O_3 ， TiO_2 ， ZrO_2 ， SnO_2 ， ZnO 或 BiOCl 。

3. 如申請專利範圍第 1 或 2 項之干涉顏料，其中該

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

六、申請專利範圍

小片狀基材是天然或合成雲母、玻璃、 Al_2O_3 、 SiO_2 或 TiO_2 片，以及塗覆金屬氧化物之小片狀材料。

4．如申請專利範圍第1或2項之干涉顏料，其中層（A）、（B）與（C）基本上係由金屬氧化物組成。

5．如申請專利範圍第1或2項之干涉顏料，其中層（A）基本上係由二氧化鈦、氧化鐵、氮氧化鉍、氧化鋯、氧化錫、氧化鋅、低氧化鈦、鈦酸鐵、氧化鐵水合物、氧化鉻、釩酸鉍、鋁酸鈷，或其混合物組成。

6．如申請專利範圍第1或2項之干涉顏料，其中層（B）基本上係由二氧化矽、氧化鋁、氟化鎂，或其混合物組成。

7．如申請專利範圍第1或2項之干涉顏料，其中層（C）基本上係由二氧化鈦、氮氧化鉍、氧化鋯、氧化錫、氧化鋅，或其混合物組成。

8．如申請專利範圍第1或2項之干涉顏料，其中特徵為層順序（A）－（C）高達四次。

9．如申請專利範圍第8項之干涉顏料，其中僅包含一層順序（A）－（C）。

10．一種製備申請專利範圍第1或2項之干涉顏料的方法，其特徵為藉由濕式化學法塗覆水解分解於水性介質中之金屬鹽，將金屬氧化物塗覆於小片狀基材上。

11．如申請專利範圍第1或2項之干涉顏料，其係用於塗料、漆、印刷墨水、塑料、陶瓷材料、玻璃與化妝

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

裝

訂

六、申請專利範圍

品調配物。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂