



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 101104748 B

(45) 授权公告日 2012. 08. 22

(21) 申请号 200710142472. 0

(22) 申请日 2002. 07. 01

(30) 优先权数据

01117004. 0 2001. 07. 12 EP

(62) 分案原申请数据

02813847. 3 2002. 07. 01

(73) 专利权人 默克专利股份有限公司

地址 德国达姆施塔特

(72) 发明人 K · 安布罗修斯 R · 安塞尔曼

S · 舍恩

(74) 专利代理机构 中国国际贸易促进委员会专

利商标事务所 11038

代理人 刘明海

(51) Int. Cl.

C09C 3/06 (2006. 01)

C09C 1/00 (2006. 01)

C08K 3/00 (2006. 01)

C09D 7/12 (2006. 01)

C03C 6/00 (2006. 01)

A61K 8/19 (2006. 01)

D21H 21/44 (2006. 01)

(56) 对比文件

US 5753371 A, 1998. 05. 19, 全文.

CN 1270615 A, 2000. 10. 18, 说明书第 2 页倒数第 2 行—第 3 页第 11—15 行、第 4 页第 8 行—第 6 页第 2 行、第 6 页倒数第 1—5 行, 第 7 页第 1—7 行.

CN 1273258 A, 2000. 11. 15, 说明书第 1 页倒数第 2 行—第 5 页倒数第 1 行.

审查员 迟韶华

权利要求书 3 页 说明书 12 页

(54) 发明名称

玻璃鳞片基多层颜料

(57) 摘要

本发明涉及玻璃鳞片基多层颜料并涉及一种这样的颜料的生 产方法。得到的颜料可以用于任 何迄今为止珠光颜料已经应用的领域中, 例如用于塑料, 油漆, 油墨, 化妆品配方, 涂料, 包括溶剂基或水基汽车漆体系, 粉末涂料, 油墨和农用薄膜中, 用于纸张和塑料的激光标记。

1. 玻璃鳞片基多层颜料,其中玻璃鳞片涂覆有交替排布的具有高折射率的层和具有低折射率的层,并且玻璃鳞片涂覆有至少三层,其中该颜料包含至少一个层序列,其包含

- (A) 具有的折射率 $n > 1.8$ 的涂层,
 - (B) 具有的折射率 $n \leq 1.8$ 的涂层,和
 - (C) 具有的折射率 $n > 1.8$ 的涂层,
- 和,非必要的
- (D) 外保护层,

条件是,层组 (A)+(B) 可以在标准层组件 (A)+(B)+(C) 中出现最多 4 次,

其中玻璃鳞片的厚度为小于 $1\mu\text{m}$,并且玻璃鳞片的纵横比在 10-300 范围内。

2. 根据权利要求 1 的多层颜料,其特征为,所述层由金属氧化物、金属氟化物、金属卤氧化物、金属硫属元素化物、金属氮化物、金属氧氮化物、金属碳化物或其混合物组成。

3. 根据权利要求 2 的多层颜料,其特征为,所述金属氧化物是金属低氧化物。

4. 根据权利要求 2 的多层颜料,其特征为,所述金属硫属元素化物是金属硫化物。

5. 根据权利要求 1 或 2 的多层颜料,其特征为,具有高折射率的层由 TiO_2 , Fe_2O_3 , TiFe_2O_5 , Fe_3O_4 , BiOCl , Cr_2O_3 , ZrO_2 , ZnO , SnO_2 , CoO , Co_3O_4 , VO_2 , V_2O_3 , 钛酸铁,铁的氧化物水合物,钛的低氧化物,钒酸铋,铝酸钴,金属硫属元素化物、金属氮化物,金属氧氮化物,金属碳化物或其混合物组成。

6. 根据权利要求 5 的多层颜料,其特征为,所述金属硫属元素化物是金属硫化物。

7. 根据权利要求 1 至 5 中任一项的多层颜料,其特征为,具有低折射率的层由 SiO_2 、 Al_2O_3 、 $\text{AlO}(\text{OH})$ 、 B_2O_3 、 MgF_2 或其混合物组成。

8. 根据权利要求 1 的多层颜料,其特征为,它们具有下面的层结构:

玻璃鳞片 + TiO_2	+ SiO_2	+ TiO_2
玻璃鳞片 + TiO_2	+ SiO_2	+ Fe_2O_3
玻璃鳞片 + TiO_2	+ SiO_2	+ $\text{TiO}_2/\text{Fe}_2\text{O}_3$
玻璃鳞片 + TiO_2	+ SiO_2	+ $(\text{Sn}, \text{Sb})\text{O}_2$
玻璃鳞片 + $(\text{Sn}, \text{Sb})\text{O}_2$	+ SiO_2	+ TiO_2
玻璃鳞片 + Fe_2O_3	+ SiO_2	+ $(\text{Sn}, \text{Sb})\text{O}_2$
玻璃鳞片 + $\text{TiO}_2/\text{Fe}_2\text{O}_3$	+ SiO_2	+ $\text{TiO}_2/\text{Fe}_2\text{O}_3$
玻璃鳞片 + TiO_2	+ SiO_2	+ MoS_2
玻璃鳞片 + TiO_2	+ SiO_2	+ Cr_2O_3
玻璃鳞片 + Cr_2O_3	+ SiO_2	+ TiO_2
玻璃鳞片 + Fe_2O_3	+ SiO_2	+ TiO_2
玻璃鳞片 + TiO_2	+ Al_2O_3	+ TiO_2
玻璃鳞片 + Fe_2TiO_5	+ SiO_2	+ TiO_2
玻璃鳞片 + TiO_2	+ SiO_2	+ $\text{Fe}_2\text{TiO}_5/\text{TiO}_2$
玻璃鳞片 + TiO 低氧化物	+ SiO_2	+ TiO_2 低氧化物
玻璃鳞片 + TiO_2	+ SiO_2	+ $\text{TiO}_2 + \text{SiO}_2 + \text{TiO}_2 +$ 普鲁士蓝
玻璃鳞片 + TiO_2	+ SiO_2	+ $\text{TiO}_2 + \text{SiO}_2 + \text{TiO}_2$
玻璃鳞片 + $\text{TiO}_2 + \text{SiO}_2 + \text{TiO}_2$	+ SiO_2	+ $\text{TiO}_2 + \text{SiO}_2 + \text{TiO}_2$

和非必要的

(D) 外保护层。

9. 根据权利要求 1 至 8 中任一项的多层颜料,其特征为,玻璃鳞片涂覆有三层。

10. 根据权利要求 1 的多层颜料,其特征为,玻璃为 A 玻璃、C 玻璃、E 玻璃、ECR 玻璃。

11. 根据权利要求 1 的多层颜料,其特征为,底材上组合层的厚度不超过 $3\mu\text{m}$ 。

12. 根据权利要求 1 的多层颜料,其特征为,直径为 > 3 至 $< 40\mu\text{m}$ 用于汽车应用领域,且平均厚度为 > 0.2 至 $< 1\mu\text{m}$;直径为 > 3 至 $< 20\mu\text{m}$ 用于印刷应用领域,且平均厚度为 > 0.2 至 $< 0.5\mu\text{m}$ 。

13. 根据权利要求 1 的多层颜料,其特征为,掺混有体质颜料或透明性的和盖底的白色、彩色和黑色的有机和无机颜料,以及掺混常规透明性的彩色和黑色的基于经金属氧化物涂覆的云母、 TiO_2 薄片、 SiO_2 薄片或 Al_2O_3 薄片的珠光颜料,和涂覆或未涂覆的金属颜料, BiOCl 颜料,片状体形状的铁的氧化物,或石墨薄片。

14. 根据权利要求 13 的多层颜料,其特征为,其另外含有有机或无机着色剂、触变剂、湿润剂、分散剂、水、有机溶剂或溶剂混合物。

15. 根据权利要求 1 的多层颜料,其特征为,其进一步涂覆有有机或无机层以得到组合颜料。

16. 根据权利要求 1 的多层颜料,其特征为,在层 (A) 和 (B) 之间,在层 (B) 和 (C) 之间和 / 或在层 (C) 和表层 (D) 之间,具有另一个吸收性或非吸收性的层,即夹层 (S1)、(A1)、(B1) 或 (C1)。

17. 权利要求 16 的多层颜料,其特征为夹层厚度为 1-50nm。

18. 权利要求 16 的多层颜料,其特征为,用下面的层组件涂覆玻璃鳞片:

(S1) 非必要的 SnO_2

(A) TiO_2 或 Fe_2O_3

(B) SiO_2

(B1) 非必要的 SnO_2

(C) TiO_2

(D) 与应用相关的末道漆。

19. 一种制备根据权利要求 1 的多层颜料的方法,其包括通过湿法化学涂覆,或通过化学或物理气相沉积而涂覆玻璃鳞片并煅烧经涂覆的玻璃鳞片。

20. 根据权利要求 1 的多层颜料用在塑料、涂料、粉末涂料、油漆、油墨、印刷油墨、玻璃、陶瓷产品、农用薄膜中,用在化妆品配制剂中,用于纸张和塑料的激光标记方面的用途。

21. 根据权利要求 20 的用途,其特征为,多层颜料在其将应用到的体系中的浓度为 0.01-50wt%,基于体系的全部固体含量。

22. 根据权利要求 21 的用途,其特征为,所述多层颜料的浓度为 0.1-5wt%。

23. 根据权利要求 21 的用途,其特征为,多层颜料以 0.1-50wt% 的浓度用于塑料中。

24. 根据权利要求 23 的用途,其特征为,所述浓度为 0.5-7wt%。

25. 根据权利要求 21 的用途,其特征为,多层颜料以 0.5-10wt% 的浓度用于涂料中。

26. 根据权利要求 25 的用途,其特征为,所述涂料用于汽车修饰。

27. 根据权利要求 21 的用途,其特征为,多层颜料以 2-50wt% 引入印刷油墨中。

28. 根据权利要求 27 的用途,其特征为,所述浓度为 5-30wt%。
29. 根据权利要求 28 的用途,其特征为,所述浓度为 8-15wt%。
30. 根据权利要求 20 的用途,其特征为,用于闪光基底或喷淋胶。
31. 含有根据权利要求 1 的多层颜料的配制剂。
32. 含有根据权利要求 1 的多层颜料的无粉尘性的粉末、糊或颗粒。

玻璃鳞片基多层颜料

[0001] 本分案申请是基于申请号为 02813847.3、申请日为 2002 年 7 月 1 日、发明名称为“玻璃鳞片基多层颜料”的中国专利申请的分案申请。

[0002] 本发明涉及玻璃鳞片基多层颜料,并涉及一种生产这类颜料的方法以及它们用于塑料、油漆、涂料、粉末涂料、油墨、印刷油墨、玻璃、陶瓷产品、农用薄膜中,用于纸张和塑料的激光标记以及用于化妆品配制剂中的用途。

[0003] 珠光颜料或特殊效果的颜料应用于工业中的很多领域,特别是汽车罩面漆方面,装饰性涂料中,塑料中,油漆中,印刷油墨中和化妆品配制剂中。

[0004] 带有交替排布的高折射率层和低折射率层的多层光干涉颜料是公知的。它们在载体材料和各层的材料以及制备方法方面不同。这些层或者通过湿法中沉淀或者通过气相沉积或真空中喷镀而制备。涂覆于此载体或脱膜层上的这些层都是光学活性的并用于显现干涉色。

[0005] U. S. P. 4, 434, 010 公开了一种由反光金属例如铝制成的中间层和交替排布的两种分别具有高折射率和低折射率的透明性的介电材料例如二氧化钛和二氧化硅制成的层组成的多层光干涉颜料。这种多层颜料优选用于防伪产品如有价证券或钞票。

[0006] JP H7-759 公开了一种具有金属光泽的多层光干涉颜料,为得到金属光泽将底材涂覆有交替排布的二氧化钛层和二氧化硅层。底材包括铝、金或银的薄片或带有金属涂层的云母或玻璃的薄片。但是,不能产生作为光干涉颜料的特征和对其所要求的深度效应。这是因为光在形成核的金属层上发生全反射。因此,干涉效应保留限制到位于金属层上面的层。而且,底材缺乏透明性也大大限制了在应用领域相关的配制剂中与其它颜料的组合的选择性。

[0007] U. S. P. 3, 438, 796 和 U. S. P. 5, 135, 812 描述了例如具有位于中间的基本上不透明的铝膜的金属闪光颜料,在该铝膜的两个面上交替涂覆有低折射率的介电薄膜例如二氧化硅或氟化镁,和涂覆有部分透明的金属薄膜例如铬或铝的薄膜。由于此制备方法,这些颜料的中间金属薄膜只涂覆在片状体的表面和底面,而侧面区域形成破碎的边缘并与介质接触。

[0008] DE 44 05 494, DE 44 37 753, DE 195 16 181 和 DE 195 15 988 公开了通过使用 CVD 或湿法化学技术,将金属片状体,特别是片状铝粉,涂覆有低折射率的金属氧化物层例如用二氧化硅层,和高折射率的非选择性吸收的金属氧化物层或金属层而制备的闪光颜料。

[0009] 基于金属底材的闪光颜料通常具有优良的性能,包括优良的遮盖性能,但是施用,例如在油漆中施用的结果是一种经常不期望的“硬”金属光泽。

[0010] 不具有这种“硬”金属光泽的基于透明片状体形状的底材的闪光颜料是 WO 93/12182 的主题。将云母薄片用高折射率的金属氧化物层,例如 TiO_2 层覆盖,并用非选择性吸收的层覆盖。视 TiO_2 层的厚度而定,当直视这些颜料时显示一种特别的干涉色,其随着观察角度的倾斜而逐渐变弱并最终跳至灰色或黑色。干涉色没有变化,只是发现彩度降低。

[0011] JP 1992/93206 要求保护基于覆盖有反射金属层和 SiO_2 和 TiO_2 的交替层的玻璃鳞片或云母粒子的闪光颜料。

[0012] EP 0 753 545 A2 公开了基于多层涂覆的、非金属的、具有高折射率的片状体状的底材的闪光颜料,其对可见光为至少部分透明且具有至少一个包含具有低折射率的无色涂层和选择性或非选择性吸收的反光涂层的层组件 (assembly)。

[0013] 此发明的缺点是,它是一种技术上非常复杂且成本高的制备方法,经常很难以重复生产具有要求的产品质量的颜料。

[0014] U. S. P. 3, 331, 699 揭示,玻璃鳞片可以涂覆有半透明性的具有高折射率的金属氧化物例如二氧化钛的粒子层,条件是,首先在玻璃鳞片上沉积有不溶于从中沉积出半透明性的金属氧化物层的酸性溶液中的成核物质。该专利没有提及,光滑的透明性薄膜而不是粒子,是待开发的上等品质的光干涉颜料所必需的。该专利教导到,玻璃的本质不是关键,而成核表面的存在是关键。进一步指出,只有少量的金属氧化物化合物不溶于酸性溶液中,并能在玻璃鳞片上形成成核表面;氧化锡和勃姆石纤维形式的一水合氧化铝是所公开的唯一两种这样的材料。如在下面的实施例中所证明的,根据该专利的教导制备的产品的质量差。

[0015] U. S. 专利 5, 436, 077 教导一种玻璃鳞片底材,其具有金属覆盖层,在此层上形成一个金属氧化物例如二氧化钛的致密的保护性覆盖层。在该专利中,玻璃的本质是不重要的,金属涂层提供了要求的外观,且金属氧化物面漆的存在用于防止金属层受到腐蚀性环境的影响。

[0016] 对于珠光颜料的制备,片状底材的透明性和厚度是非常重要的。EP0289 240 B1 首次公开了以合理的价格生产极薄的玻璃鳞片的方法。根据该要求保护的方法,玻璃鳞片可以任意期望的组成例如由纯 SiO_2 制成,和以为希望的应用而剪裁的低至低于 $1.0 \mu\text{m}$ 的任意厚度而制成。

发明内容

[0017] 本发明的目的是克服现有技术中的问题,并提供具有有利的应用性能的新型多层颜料。

[0018] 现在已经惊奇地发现一种光干涉颜料,其基于多层涂覆的玻璃鳞片并包含光学功能层的一种特别排布,借助其实现了特别的光学效果。

[0019] 因此,本发明提供基于多层涂覆的玻璃鳞片的光干涉颜料,其含有至少三个具有高折射率和低折射率的交替层。

[0020] 优选,此层结构如下:

[0021] (A) 具有的折射率 $n > 1.8$ 的涂层,

[0022] (B) 具有的折射率 $n \leq 1.8$ 的涂层,和

[0023] (C) 具有高的折射率 $n > 1.8$ 的涂层,

[0024] 和,非必要的

[0025] (D) 外保护层。

[0026] 本发明还提供用于油漆、漆、印刷油墨、塑料、农用薄膜、陶瓷材料、玻璃和化妆品配制剂和用于纸张和塑料的激光标记中的本发明的颜料。

[0027] 优选的玻璃鳞片具有的厚度为小于 $1\mu\text{m}$, 优选 $< 0.8\mu\text{m}$ 。特别优选具有厚度 $\leq 0.5\mu\text{m}$ 的玻璃鳞片。玻璃可以划分为例如 A 玻璃、C 玻璃、E 玻璃、ECR 玻璃。对本发明而言, 优选石英玻璃, 但是这种玻璃非常昂贵。

[0028] 优选根据 EP 0 289 240 B1 制备的合适的玻璃鳞片的特征为, 它们含有的平均粒度在 $5\text{--}1000\mu\text{m}$ 范围内, 优选在 $5\text{--}150\mu\text{m}$ 范围内。优选的玻璃鳞片具有的平均粒度在 $5\text{--}150\mu\text{m}$ 范围内, 厚度在 $0.1\text{--}0.8\mu\text{m}$ 范围内, 优选在 $0.2\text{--}0.5\mu\text{m}$ 范围内。玻璃鳞片的纵横比在 $10\text{--}300$ 范围内, 优选在 $50\text{--}200$ 范围内。

[0029] 玻璃鳞片可以按与传统的珠光颜料相同的方式涂覆。用金属氧化物的涂覆可以通过任何已知的方法, 例如通过加热或在碱性条件下将金属盐水解, 沉积水合金属氧化物, 然后煅烧来完成。一般地, 此方法包括将薄的玻璃鳞片粒子分散并将该分散体与能在鳞片上形成一种水合金属氧化物薄膜涂层的前体组合。

[0030] 在底材上具有高折射率和低折射率的各个层的厚度是颜料的光学性能的必要条件。对于具有强干涉色的颜料来说, 各个层的厚度必须相对于彼此而精确调节。

[0031] 如果 n 是薄层的折射率, d 是其厚度, 则该层的干涉色定义为乘积 $n \cdot d$ ($n \cdot d =$ 光学厚度)。由这种膜在垂直光入射下在反射光中产生的颜色来自于波长如下的光的增强

$$[0032] \quad \lambda = \frac{4}{2N-1} \cdot n \cdot d$$

[0033] 和通过波长如下的光的衰减

$$[0034] \quad \lambda = \frac{2}{N} \cdot n \cdot d$$

[0035] 其中 N 是正整数。

[0036] 随着薄膜厚度的增加而产生的颜色变化是某些波长的光经过干涉而增强或衰减的结果。如果在多层颜料中的两个或多个层具有相同的光学厚度, 则反射光的颜色随着层数的增加而变得更正。此外, 可以经过适当选择层厚以实现颜色特别明显地作为观察角度的函数而变化。显现了显著的所谓的随角异色效应。各个层, 优选金属氧化物层的厚度, 与它们的折射率无关, 取决于使用的领域, 一般在 $10\text{--}1000\text{nm}$, 优选在 $15\text{--}800\text{nm}$, 特别是 $20\text{--}600\text{nm}$ 。

[0037] 本发明的多层颜料优选具有的特征为, 具有高折射率的涂层 (A) 与一个具有低折射率且在其上涂覆有一个具有高折射率的涂层的无色的涂层 (B) 组合。该颜料可以包含两个或多个, 相同或不同的层组件的组合, 不过优选用唯一的层组件 (A)+(B)+(C) 来覆盖底材。为了使随角异色效应更强, 本发明的颜料可以包含最多至 4 个层组件, 不过底材上组合层的厚度不应该超过 $3\mu\text{m}$ 。

[0038] 玻璃粒子可以涂覆有三层或更多层, 优选涂覆有 3、4、5、6 或 7 层选自金属氧化物、金属低氧化物、金属氟化物、金属卤氧化物、金属硫化物、金属硫属元素化物、金属氮化物、金属氧氮化物、金属碳化物或其混合物的化合物。特别优选的是涂覆有 3、5 或 7 个层的玻璃鳞片。层组 (packet) (A)+(B) 可以在标准层组件 (A)+(B)+(C) 中出现最多 4 次。

[0039] 具有高折射率的层 (A) 具有的折射率 $n > 1.8$, 优选 $n \geq 2.1$ 。适合作为层材料 (A) 的材料是所有普通技术人员公知的具有高折射率的材料, 是薄膜样, 可以均匀涂覆到底材粒子上。特别合适的材料是金属氧化物、金属硫化物或金属氧化物混合物, 例如 TiO_2 、 Fe_2O_3 、 TiFe_2O_5 、 Fe_3O_4 、 BiOCl 、 CoO 、 Co_3O_4 、 Cr_2O_3 、 VO_2 、 V_2O_3 、 Sn(Sb)O_2 、 ZrO_2 、 ZnO 或 SnO_2 , 钛酸铁, 铁的

氧化物水合物, 钛的低氧化物 (具有从 <4 到 2 的氧化态的还原钛物种), 钒酸铋, 铝酸钴以及这些化合物彼此之间或与其它金属氧化物的混合物或混合相。

[0040] 金属硫化物涂层优选自锡、银、镧、稀土金属的硫化物, 优选铈、铬、钼、钨、铁、钴和 / 或镍的硫化物。

[0041] 层 (A) 的厚度是 10-550nm, 优选 15-400nm, 特别是 20-350nm。

[0042] 适用于涂层 (B) 的具有低折射率的无色材料优选是金属氧化物或相应的氧化物水合物, 例如 SiO_2 , MgF_2 , Al_2O_3 , $\text{AlO}(\text{OH})$, B_2O_3 或这些金属氧化物的混合物。层 (B) 的厚度为 10-1000nm, 优选 20-800nm, 特别是 30-600nm。

[0043] 特别适用于具有高折射率的层 (C) 的材料是无色的或有色的金属氧化物, 例如 TiO_2 、 Fe_2O_3 、 TiFe_2O_5 、 Fe_3O_4 、 BiOCl 、 CoO 、 Co_3O_4 、 Cr_2O_3 、 VO_2 、 V_2O_5 、 $\text{Sn}(\text{Sb})\text{O}_2$ 、 ZrO_2 、 ZnO 或 SnO_2 , 钛酸铁, 铁的氧化物水合物, 钛的低氧化物, 钒酸铋, 铝酸钴以及这些化合物彼此之间或与其它金属氧化物的混合物或混合相。 TiO_2 层还可以含有吸附材料例如碳或用其涂覆。还特别感兴趣的是多层涂覆的玻璃鳞片, 其 TiO_2 涂层 (C) 是部分还原的, 并且其以及未改变的 TiO_2 含有氧化价态从 <4 到 2 的还原钛物种 (低价氧化物如 Ti_3O_5 、 Ti_2O_3 至 TiO , 钛的氮氧化物以及氮化钛)。还可以使用无色的高折射材料, 例如金属氧化物, 如二氧化锆, 特别是二氧化钛, 它们已经通过将着色剂引入金属氧化物层中, 通过在其中掺杂选择性吸收的金属阳离子或通过用着色剂例如普鲁士蓝或胭脂红涂覆金属氧化物层, 而用选择性吸收的着色剂着色。层 (C) 的厚度为 10-550nm, 优选 15-400nm, 特别是 20-350nm。

[0044] 除了其中层组 (A)+(B) 可以在本发明的颜料中出现最多至 4 次的标准层组 (A)+(B)+(C) 以外, 还有其它优选的实施方案。例如, 在底材 (S) 和层 (A) 之间, 在层 (A) 和 (B) 之间, 在层 (B) 和 (C) 之间和 / 或在层 (C) 和表层 (D) 之间, 本发明的颜料可能具有另一个吸收性或非吸收性的层 [(S1)、(A1)、(B1)、(C1)]。夹层的厚度为 1-50nm, 优选 1-40nm, 特别是 1-30nm。本发明的颜料可以含有多个相同或不同的 (A)+(B) 组合 (层组)。

[0045] 按这种方法得到的多层涂覆的玻璃鳞片具有的特征为, 在均一的薄玻璃鳞片周围有至少三个均匀的层。

[0046] 优选的本发明的随角异色效应的颜料在下面列出:

- | | | |
|--------|---|---|
| [0047] | 玻璃鳞片 + TiO_2 | + $\text{SiO}_2 + \text{TiO}_2$ |
| [0048] | 玻璃鳞片 + TiO_2 | + $\text{SiO}_2 + \text{Fe}_2\text{O}_3$ |
| [0049] | 玻璃鳞片 + TiO_2 | + $\text{SiO}_2 + \text{TiO}_2 / \text{Fe}_2\text{O}_3$ |
| [0050] | 玻璃鳞片 + TiO_2 | + $\text{SiO}_2 + (\text{Sn}, \text{Sb})\text{O}_2$ |
| [0051] | 玻璃鳞片 + $(\text{Sn}, \text{Sb})\text{O}_2$ | + $\text{SiO}_2 + \text{TiO}_2$ |
| [0052] | 玻璃鳞片 + Fe_2O_3 | + $\text{SiO}_2 + (\text{Sn}, \text{Sb})\text{O}_2$ |
| [0053] | 玻璃鳞片 + $\text{TiO}_2 / \text{Fe}_2\text{O}_3$ | + $\text{SiO}_2 + \text{TiO}_2 / \text{Fe}_2\text{O}_3$ |
| [0054] | 玻璃鳞片 + TiO_2 | + $\text{SiO}_2 + \text{MoS}_2$ |
| [0055] | 玻璃鳞片 + TiO_2 | + $\text{SiO}_2 + \text{Cr}_2\text{O}_3$ |
| [0056] | 玻璃鳞片 + Cr_2O_3 | + $\text{SiO}_2 + \text{TiO}_2$ |
| [0057] | 玻璃鳞片 + Fe_2O_3 | + $\text{SiO}_2 + \text{TiO}_2$ |
| [0058] | 玻璃鳞片 + TiO_2 | + $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{TiO}_2$ |
| [0059] | 玻璃鳞片 + Fe_2TiO_5 | + $\text{SiO}_2 + \text{TiO}_2$ |

- [0060] 玻璃鳞片 +TiO₂ +SiO₂+Fe₂TiO₅/TiO₂
- [0061] 玻璃鳞片 +TiO 低氧化物 +SiO₂+TiO₂ 低氧化物
- [0062] 玻璃鳞片 +TiO₂ +SiO₂+TiO₂+SiO₂+TiO₂+ 普鲁士蓝
- [0063] 玻璃鳞片 +TiO₂ +SiO₂+TiO₂+SiO₂+TiO₂
- [0064] 玻璃鳞片 +TiO₂+SiO₂+TiO₂ +SiO₂+TiO₂+SiO₂+TiO₂
- [0065] 和非必要的
- [0066] (D) 外保护层。
- [0067] 特别优选的实施方案是,用下面的层组件涂覆玻璃鳞片:
- [0068] (S1) 非必要的 SnO₂
- [0069] (A)TiO₂ 或 Fe₂O₃
- [0070] (B)SiO₂
- [0071] (B1) 非必要的 SnO₂
- [0072] (C)TiO₂
- [0073] (D) 与应用相关的末道漆。

[0074] 用具有高折射率的层 (A) 和 (C) 和非必要的另外的有色或无色的涂层涂覆底材,得到其颜色、光泽、遮盖力和觉察到的颜色的角度依赖性可以在很宽的限度内变化的颜料。

[0075] 本发明的颜料可以依靠在薄玻璃鳞片上形成三层或更多层具有高折 射率和低折 射率、精确限定的厚度和光滑表面的干涉层而容易地制备。在具有不同种金属氧化物或金属氧化物混合物的层的情况下,高折射率层在多层堆中的顺序可以任意排布,只要低折 射率层位于其中间。

[0076] 金属氧化物层优选通过湿法化学方法涂覆,可以使用为珠光颜料的生 产而开发的湿法化学涂覆技术;这类技术的描述参见例如 DE 14 67468, DE 19 59 988, DE 20 09 566, DE 22 14 545, DE 22 15 191, DE 2244 298, DE 23 13 331, DE 25 22 572, DE 31 37 808, DE 31 37 809, DE31 51 343, DE 31 51 354, DE 31 51 355, DE 32 11 602, DE 32 35 017, DE 38 42 330,或其它专利文献和其它公开出版物中。

[0077] TiO₂ 层可以是金红石或锐钛矿变体形式。优选 TiO₂ (金红石) 层。二氧化钛层也可以通过已知的方法,例如氨、氢气、烃蒸气及其混合物或金属粉末加以还原,参见 EP 0 735 114, DE 3 433 657, DE 4 125 134, EP 0 332 071, EP 0 707 050 或 W093/19131。混合的氧化铁 / 二氧化钛层可以通过逐级沉淀或各金属氧化物的共沉淀而制备。在湿法涂覆的情况下,将底材粒子悬浮在水中,在一定的 pH 值下加入可水解的金属盐,该 pH 值适于水解并且选择为使得金属氧化物或金属氧化物水合物直接沉淀到片状体的上面,而不发生任何副沉淀的情况。通常通过在同时计量加入碱和 / 或酸来保持 pH 值恒定。然后,将颜料过滤出来,洗涤并干燥,并非必要地进行煅烧,根据存在的特定涂层选择性地调节煅烧温度。一般,煅烧温度在 250-1000℃,优选在 350-900℃。如果需要,则颜料可以在再次悬浮以用于通过沉淀而涂覆其它层之前加以煅烧。

[0078] 涂覆也可以在流化床反应器中借助气相涂覆而进行,在这种情况下,可以例如适当使用在 EP 0 045 851 和 EP 0 106 235 中建议的用于制备珠光颜料的技术。

[0079] 所用的具有高折射率的金属氧化物优选是二氧化钛和 / 或氧化铁,而优选使用的具有低折射率的金属氧化物是二氧化硅。

[0080] 对于二氧化钛层的涂覆,优选的技术的描述参见 US3, 553, 001。

[0081] 将钛盐水溶液缓慢地加入待涂覆底材的悬浮液中,加热到约 50-100℃,并通过在同时计量加入碱例如氨的水溶液或碱金属氢氧化物水溶液 而将 pH 值保持基本恒定在约 0.5-5。一达到 TiO_2 沉淀物的要求层厚度,就停止加入钛盐溶液和碱。

[0082] 这种技术,也称为滴定法,因避免钛盐过量而突出。这通过每单位时间只供给水解反应对于用水合的 TiO_2 的均匀涂覆必要的并可以通过待涂覆粒子的有效表面积而每单位时间接收的量来实现。因此,没有沉淀到待涂覆的表面上水合二氧化钛粒子的形成可以最小化。

[0083] 二氧化硅层的涂覆可以例如如下进行:将硅酸钾或硅酸钠的溶液计量加入加热(50-100℃)的待涂覆底材的悬浮液中。通过在同时加入稀的无机酸例如 HCl 、 HNO_3 或 H_2SO_4 来将 pH 值保持恒定在约 6-9。一达到 SiO_2 的要求层厚度,就停止加入硅酸盐溶液。然后将悬浮液搅拌约 0.5h。

[0084] 为提高光稳定性和耐候性,通常建议视应用的领域而定,将多层涂覆玻璃鳞片进行表面处理。有用的表面处理和后处理方法包括例如下面的文献中描述的方法:DE-C 22 15 191, DE-A 31 51 354, DE-A 32 35017 或 DE-A 33 34 598, DE 40 30 727 A1, EP 0 649 886 A2, W097/29059, W0 99/57204, US 5, 759, 255。表面处理进一步提高了颜料的化学稳定性和/或有助于颜料的处理,特别是将其引入多种涂覆介质中。

[0085] 按这种方法形成的多层颜料以比较低的成本得到具有下列性能的光学上高度改善的随角异色效应颜料:

[0086] - 优异的亮度

[0087] - 清晰且正的颜色

[0088] - 强的随角异色效应

[0089] - 二中择一方面高性能的光学过滤性能

[0090] - 非常优良的透明性(在混合配制剂中重要),

[0091] 并因此适用于几乎所有在颜料领域中已知的应用领域。同时,它们的形状和粒度可以为达到最佳的性能而随意剪裁。

[0092] 特别是最后提到的方面是很重要的,因为对于很多应用领域,绝对有必要调节粒子形状。对于化妆品方面的使用,必须减小尺寸和厚度以实现光滑和丝光的外观。对于汽车罩面漆或印刷油墨,必须减小粒度至直径小于 $40\text{ }\mu\text{m}$ 或甚至 $20\text{ }\mu\text{m}$ 。这当然意味着,厚度必须服从这种趋势以保持醒目效果所需的纵横比。因此,对于这些实例,要求底材厚度为 $< 0.8\text{ }\mu\text{m}$ 和 $< 0.5\text{ }\mu\text{m}$ 。通过上述方法制备的玻璃鳞片满足这些要求。而且,它们显示出优异的平面性和光滑度(表面微结构),其可以用 BET(比表面积)与 WCA(水覆盖面积)的比值表示,参见 U. S. P. 4, 936, 913 和 U. S. P. 5, 127, 951 中对于铝颜料的描述。值为约 3,表示材料具有最佳的适合性。这些薄片的高质量也解释了观察到由其制备的颜料的高透明性。

[0093] 用于本发明的多层颜料的优选的设计方案是:

[0094] 直径为 $> 3 - < 40\text{ }\mu\text{m}$ 用于汽车应用领域或甚至更优选 $10 - 35\text{ }\mu\text{m}$, 且平均厚度为 $> 0.2 - < 1\text{ }\mu\text{m}$, 优选 $0.4 - 0.8\text{ }\mu\text{m}$

[0095] 直径为 $> 3 - < 20\text{ }\mu\text{m}$ 用于印刷应用领域, 优选 $5 - 20\text{ }\mu\text{m}$, 且平均厚度为 $> 0.2 - < 0.5\text{ }\mu\text{m}$ 。

[0096] 本发明的随角异色效应颜料可有利地用于许多目的,例如塑料、玻璃、陶瓷产品、农用薄膜、装饰性化妆品配制剂的着色,用于特别的涂料中,特别是用于汽车涂料和油墨包括印刷油墨中。所有常规的印刷工艺,例如胶版印刷、凹版印刷、揩金工艺、柔性版印刷,都可以采用。

[0097] 本发明的随角异色效应颜料还可以为这些目的而有利地掺混有体质颜料或透明性的和盖底的白色、彩色和黑色的有机和无机颜料,以及掺混常规透明性的彩色和黑色的基于经金属氧化物涂覆的云母、 TiO_2 薄片、 SiO_2 薄片或 Al_2O_3 薄片的珠光颜料,和涂覆或未涂覆的金属颜料, BiOCl 颜料,片状体形状的铁的氧化物,或石墨薄片。本发明的颜料可以进一步涂覆有有机或无机层以得到组合颜料。

[0098] 此外,本发明的颜料混合物可以含有有机或无机着色剂、触变剂、湿润剂、分散剂、水、有机溶剂或溶剂混合物等。

[0099] 本发明的颜料混合物简单且容易处理。这种颜料混合物可以通过简单的搅拌而引入其所应用到的体系中。不必进行费力的研磨和分散颜料。

[0100] 本发明经涂覆的玻璃鳞片可以用于材料,印刷油墨,塑料,农用薄膜,钮状膏的着色和 / 或涂覆,用于种子的涂覆,用于食物的着色,药剂或化妆品配制剂的涂层。这些颜料在其将应用到的体系中的浓度一般为 0.01-50wt%,优选 0.1-5wt%,基于体系的全部固体含量。此浓度一般取决于具体的应用领域。

[0101] 包含用量为 0.1-50wt%,特别是 0.5-7wt%的本发明的颜料混合物的塑料经常具有特别的亮度的特征。

[0102] 在涂料方面,特别是在汽车修饰中,根据本发明的颜料的用量为 0.5-10wt%。

[0103] 在粘合剂体系,例如用于油漆和用于凹版印刷、胶版印刷或丝网印刷的印刷油墨的着色中,此颜料以 2-50wt%,优选 5-30wt%,特别是 8-15wt%的量引入印刷油墨中。

[0104] 本发明同样还提供包含多层涂覆的玻璃鳞片、非必要的随角异色效应的颜料、粘合剂和非必要的添加剂的颜料制剂,所述的制剂为基本上无溶剂、自由流动的粉末或颗粒的形式。这样的颗粒含量最高至本发明颜料的 95wt%。一种其中将本发明的多层涂覆的玻璃鳞片用粘合剂和用水和 / 或有机溶剂,用或不用添加剂形成糊状物,并且其中糊状物随后干燥并形成致密的粒子形式例如颗粒、丸、团、母炼胶或片的颜料制剂,特别适用作用于印刷油墨的前体。

[0105] 因此,本发明还提供含有本发明的颜料的配制剂。

[0106] 为进一步举例说明本发明,下面列出多个非限制性的实施例。在这些实施例中,以及整个本说明书和权利要求的绝大部分中,所有的份数和百分比是按重量计,所有的温度是按摄氏度计,除非另有说明。

[0107] 实施例

[0108] 实施例 1

[0109] 将 100g 具有的最大直径为 $40\text{ }\mu\text{m}$ (平均 $22\text{ }\mu\text{m}$) 和平均厚度为 $0.5\text{ }\mu\text{m}$ 的玻璃鳞片 (折射率为 1.5) 悬浮在 2l 去离子水中。在强搅拌下,将此浆料加热至 75°C ,并通过在 0.5h 内加入 SnCl_4 的水溶液,相当于相对于玻璃鳞片为 3% SnO_2 的量,而开始涂覆。一达到 pH 值为 2.0,就在同时加入 32% NaOH 溶液以保持 pH 值为此值。

[0110] 将此浆料保持搅拌状态 15min,然后开始加入 TiCl_4 水溶液 ($400\text{gTiCl}_4/1\text{ H}_2\text{O}$)。用

NaOH 将 pH 值保持恒定在 2.0。继续进行直到达到要求的颜色。将此浆料再保持搅拌状态 15min。

[0111] 通过缓慢添加 NaOH, 将 pH 值升高至 8.0, 然后开始加入 1.35ml/min 的 10% 硅酸钠溶液 (从 74ml 含有 8% Na 和 27% SiO₂ 的硅酸钠溶液用 170ml 去离子水稀释制备)。用于合适的层厚所需的量必须准确计算, 因为其在涂覆过程中不是光学上可见的。再次搅拌 15min 后, 用 10% HCl 将 pH 值降低至 2.0, 并像第一次涂覆一样进行 TiO₂ 的第二次涂覆, 直到达到要求的终点。将浆料再保持搅拌状态 1 小时, 然后过滤出来, 洗涤除去盐, 干燥, 在 800℃ 下煅烧 (30 分钟) 并筛分。

[0112] 从得到的颜料制备一个刮涂膜以测量色彩特性。其具有高度发亮的清晰的随角异色效应并结合有优异的透明性。特别是在黑色背景的浅观察角度中, 其几乎“消失”。

[0113] 实施例 2 (比较实施例)

[0114] 本实施例按照与实施例 1 相同的方式实施。不用玻璃鳞片, 而是使用相同粒度分布的云母。

[0115] 最终的颜料的刮涂膜的效果是发亮并且颜色正, 但是其不具有独特的清晰度, 特别是由玻璃鳞片基的多层颜料在浅角度中显示的透明性。

[0116] 实施例 3

[0117] 将 100g 具有的最大直径为 40 μm (平均 22 μm) 和平均厚度为 0.8 μm 的玻璃鳞片 (折射率为 1.5) 悬浮在 2l 去离子水中。将此悬浮液加热至 75℃, 用稀盐酸调节至 pH 值为 1.8, 首先通过加入 3.3ml/min 的 SnCl₄ 溶液 (从 2.2g SnCl₄ 和 7.5ml 浓盐酸在 100ml 去离子水中制备), 而用 SnO₂ 涂覆。使用 32% 氢氧化钠溶液将 pH 值保持恒定。

[0118] 持续搅拌 15min, 然后在相同的 pH 值 / 温度条件下, 通过加入 1.5ml/min 的 TiCl₄ 溶液 (400g TiCl₄/l) 并用 32% 的氢氧化钠溶液将 pH 值保持恒定来进行用 TiO₂ 涂覆。在达到二级绿色终点后中断涂覆, 继续搅拌 15 分钟, 用稀氢氧化钠溶液将 pH 值调节至 8.0 (经过约 15 分钟的过程), 然后再继续搅拌 10 分钟。

[0119] 然后, 通过加入 3ml/min 的稀硅酸钠溶液 (从 7.3g 含有 8% Na 和 27% SiO₂ 的硅酸钠溶液和 80ml 去离子水制备), 不进行 pH 值补偿而进行用 SiO₂ 涂覆。随后, 继续搅拌 15 分钟, 用稀盐酸将 pH 值再调节至 1.8 (经过约 10 分钟的过程) 并如上所述通过加入 TiCl₄ 溶液而涂覆第二个 TiO₂ 层。在达到三级绿色对比终点后中断涂覆, 继续搅拌 15 分钟, 然后, 过滤出颜料, 洗涤, 干燥并在 850℃ 下煅烧 30 分钟。

[0120] 得到的颜料具有正的绿色干涉色。TiO₂ 层的划分如下:

[0121] 第一层: 约 170nm

[0122] 第二层: 约 85nm

[0123] 整个层: 约 260nm。

[0124] SiO₂ 夹层的厚度为约 5nm。

[0125] 实施例 4

[0126] 将 100g 具有的最大直径为 40 μm (平均 22 μm) 和平均厚度为 0.5 μm 的玻璃鳞片 (折射率为 1.5) 悬浮在 2l 去离子水中。将此悬浮液加热至 75℃, 用稀盐酸调节至 pH 值为 1.8, 首先通过加入 3.3ml/min 的 SnCl₄ 溶液 (从 2.2g SnCl₄ 和 7.5ml 浓盐酸在 100ml 去离子水中制备), 而用 SnO₂ 涂覆。使用 32% 氢氧化钠溶液将 pH 值保持恒定。

[0127] 持续搅拌 15min, 用 32% 氢氧化钠溶液将 pH 值调节至 2.6, 并通过加入 1ml/min 的 $\text{TiCl}_4/\text{FeCl}_3/\text{AlCl}_3$ 溶液 (394ml 从 165g30 % TiCl_4 溶液、274g34 % FeCl_3 溶液、6.2g $\text{AlCl}_3 \times 6\text{H}_2\text{O}$ 和 63ml 去离子水制备的溶液), 涂覆 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{TiO}_2$ 层。

[0128] 继续搅拌 15 分钟, 用 1.3ml/min 的 32% 氢氧化钠将 pH 值调节至 7.5, 然后再继续搅拌 15 分钟。通过加入含有 13.5% SiO_2 的 2ml/min 硅酸钠溶液 (从 196g 含有 27% SiO_2 的硅酸钠溶液和 196ml 去离子水制备) 进行用 SiO_2 涂覆。使用 15% 盐酸将 pH 值保持恒定。

[0129] 继续搅拌 30 分钟, 通过加入 1ml/min 的 SnCl_4 溶液 (从 3g SnCl_4 、10ml 浓盐酸和 90ml 去离子水制备) 将 pH 值调节至 1.8。

[0130] 继续搅拌 15 分钟, 用 32% 氢氧化钠溶液将 pH 值调节至 2.6, 并通过加入 1ml/min 的 $\text{TiCl}_4/\text{FeCl}_3/\text{AlCl}_3$ 溶液 (394ml 的与第一层相同的组合物), 涂覆第二个 $\text{TiO}_2/\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ 层。再继续搅拌 15min, 然后将颜料过滤出来, 洗涤, 干燥并在 850°C 下煅烧 30min。

[0131] 得到的颜料显示发亮和正的金色干涉色。

[0132] 实施例 5

[0133] 将 100g 具有的最大直径为 40 μm (平均 22 μm) 和平均厚度为 0.5 μm 的玻璃鳞片 (折射率为 1.5) 悬浮在 2l 去离子水中。将此悬浮液加热至 75°C, 用稀盐酸调节至 pH 值为 1.8, 首先通过加入 3.3ml/min 的 SnCl_4 溶液 (从 2.2g SnCl_4 和 7.5ml 浓盐酸在 100ml 去离子水中制备), 而用 SnO_2 涂覆。使用 32% 氢氧化钠溶液将 pH 值保持恒定。

[0134] 持续搅拌 15min, 然后在相同的 pH 值 / 温度条件下, 通过加入 1ml/min 的 TiCl_4 溶液 (15ml, 400g TiCl_4/l) 并用 32% 的氯化钠溶液将 pH 值保持恒定来进行用 TiO_2 涂覆。

[0135] 继续搅拌 15 分钟, 然后用 32% 氢氧化钠溶液将 pH 值调节至 2.6, 并通过加入 1ml/min 的 $\text{TiCl}_4/\text{FeCl}_3/\text{AlCl}_3$ 溶液 (376ml 从 157.5g30% TiCl_4 溶液、236g34% FeCl_3 溶液、5.9g $\text{AlCl}_3 \times 6\text{H}_2\text{O}$ 和 60ml 去离子水制备的溶液), 涂覆 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{TiO}_2$ 层。

[0136] 继续搅拌 15 分钟, 用 1.3ml/min 的 32% 的氢氧化钠将 pH 值调节至 7.5, 然后再继续搅拌 15 分钟。通过加入含有 13.5% SiO_2 的 2ml/min 硅酸钠溶液 (从 196g 含有 27% SiO_2 的硅酸钠溶液和 196ml 去离子水制备) 进行用 SiO_2 涂覆。使用 15% 盐酸将 pH 值保持恒定。

[0137] 继续搅拌 30 分钟, 通过加入 1ml/min 的 SnCl_4 溶液 (从 3g SnCl_4 、10ml 浓盐酸和 90ml 去离子水制备) 将 pH 值调节至 1.8。

[0138] 继续搅拌 15 分钟, 然后在相同的 pH 值 / 温度条件下, 通过加入 2ml/min 的 TiCl_4 溶液 (280ml, 400g TiCl_4/l) 并用 32% 的氢氧化钠溶液将 pH 值保持恒定来进行用 TiO_2 的第二次涂覆。

[0139] 继续搅拌 15 分钟, 用 32% 氢氧化钠溶液将 pH 值调节至 2.6, 并通过加入 0.8ml/min 的 $\text{TiCl}_4/\text{FeCl}_3/\text{AlCl}_3$ 溶液 (72ml 与第一层相同的组合物), 涂覆最后的 $\text{TiO}_2/\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ 层。再继续搅拌 15 分钟, 然后将颜料过滤出, 洗涤, 干燥并在 850°C 下煅烧 30 分钟。

[0140] 得到的颜料显示出比根据实施例 4 的颜料更加发亮和正的金色干涉色。

[0141] 用途实施例

[0142] 用途实施例 1: 闪光基底

[0143] A 相

[0144] Extender W 云母, CI77891 (二氧化钛) 9.00% (1)

[0145]	Microna [®] Matte Yellow	云母, CI77492(铁的氧化物)	4.00% (1)
[0146]	Microna [®] Matte Red	CI77491(铁的氧化物), 云母	0.40% (1)
[0147]	Microna [®] Matte Black	CI77499(铁的氧化物), 云母	0.30% (1)
[0148]	根据实施例 1 的颜料	二氧化硅, CI77891(二氧化钛),	
[0149]		云母, 氧化锡	4.50% (1)
[0150]	Ronasphere [®]	二氧化硅	5.00% (1)
[0151]	<u>B 相</u>		
[0152]	Blanose7HF	羧甲基纤维素	0.20% (2)
[0153]	Veegum	硅酸铝镁	1.00% (3)
[0154]	Texapon K1296	月桂基硫酸钠	0.60% (4)
[0155]	Triethanolamine	三乙醇胺	0.50% (1)
[0156]	Titriplex III	EDTA 二钠盐	0.25% (1)
[0157]	Methyl-4-hydroxybenzoate	对羟苯甲酸甲酯	0.15% (1)
[0158]	1,2-Propandiol	丙二醇	10.90% (1)
[0159]	Water	水	42.95%
[0160]	<u>C 相</u>		
[0161]	sopropyl myristate	肉豆蔻酸异丙酯	8.00% (4)
[0162]	Paraffin	矿脂(矿物油)	3.60% (1)
[0163]	Crodamol SS	十六烷基酯	2.60% (5)
[0164]	Monomuls60-35C	氢化的棕榈甘油酯	1.70% (4)
[0165]	Stearic acid	硬脂酸	1.50% (1)
[0166]	Eusolex [®] 6300	4-甲基亚苄基樟脑	1.30% (1)
[0167]	Eusolex [®] 4360	二苯甲酮-3	0.50% (1)
[0168]	RonaCare [™] Tocopheryl acetate	乙酸生育酚酯	0.10% (1)
[0169]	Magnesium stearate	硬脂酸镁	0.10% (1)
[0170]	Propyl-4-hydroxybenzoate	对羟苯甲酸丙酯	0.05% (1)
[0171]	<u>D 相</u>		
[0172]	Parfum200529	Parfum(香精)	0.20% (6)
[0173]	EuxylK400	苯氧基乙醇, 甲基二溴戊二腈	0.20% (7)
[0174]	<u>操作步骤:</u>		
[0175]	将 C 相的所有组分加热至 75℃, 同时搅拌直到所有的组分熔融。在高速搅拌 (Turrax) 下将 Blanose 和 Veegum 分开加入到 B 相的冷水中。加热至 75℃, 并加入 B 相的剩余组分, 混合直到混合物光滑和均匀。加入 A 相的组分。在 75℃ 下, 将 C 相掺入 A/B 相中, 并均化 2 分钟。加入 40℃ 的 D 相。冷却至室温, 同时搅拌并调节 pH 值至 6.0-6.5 (例如柠檬酸溶液)。		
[0176]	<u>供应商:</u>		
[0177]	(1) Merck KGaA/Rona [®]		
[0178]	(2) Aqualon GmbH		
[0179]	(3) Vanderbilt		

- [0180] (4)Cognis GmbH
- [0181] (5)Croda GmbH
- [0182] (6)Fragrance Resources
- [0183] (7)Schülke & Mayr GmbH
- [0184] 用途实施例 2 : 喷淋胶
- [0185] A 相
- [0186] 根据实施例 1 的颜料 0.10% (1)
- [0187] Keltrol T 黄原胶 0.75% (2)
- [0188] Water 水 64.95%
- [0189] B 相
- [0190] Plantacare 2000 UP 癸基葡萄糖苷 20.00% (3)
- [0191] Texapon ASV50 月桂基硫酸钠、月桂基 -8 硫酸钠、
- [0192] 月桂基硫酸镁、月桂基 -8 硫酸镁、
- [0193] 烯基硫酸钠、烯基硫酸镁 3.60% (3)
- [0194] Bronidox L 丙二醇、
- [0195] 5- 溴 -5- 硝基 -1,3- 二噁烷 0.20% (3)
- [0196] Parfum Everest79658SB Parfum 0.05% (4)
- [0197] 1% FD&C Blue No.1 in water 水, CI42090
- [0198] (FD&C Blue No.1) 0.20% (5)
- [0199] C 相
- [0200] Citric acid monohydrate 柠檬酸 0.15% (1)
- [0201] Water 水 10.00%
- [0202] 操作步骤:
- [0203] 将颜料分散于 A 相的水中。掺入 Keltrol T, 同时搅拌, 并混合直到彻底分散开。在搅拌的同时将 B 相和 C 相相继加入到 A 相中, 并缓慢搅拌直到胶均匀。
- [0204] 供应商:
- [0205] (1)Merck **KGaA/Rona®**
- [0206] (2)Kelco
- [0207] (3)Cognis GmbH
- [0208] (4)Haarmann & Reimer GmbH
- [0209] (5)BASFAG
- [0210] 用途实施例 3 : 凹版印刷油墨
- [0211] 凹版印刷油墨由下列组分组成:
- [0212] 70g 购自 Gebrüder Schmidt95MB011 的固含量为 20% 的硝基纤维素基粘合剂
- [0213] 15g **Minattec®** 31CM (购自 Merck KGaA, Darmstadt, 德国的导电颜料)
- [0214] 15g 根据实施例 1 的经涂覆的玻璃鳞片
- [0215] 用途实施例 4 : 塑料
- [0216] 将 1kg 聚乙烯 (PE-HD) 颗粒在转鼓混合器中用 2g 粘合剂均匀润湿。然后, 加入 10g 根据实施例 4 的经涂覆的玻璃鳞片和 2g Iriodin LS825 (购自 Merck KGaA, Darmstadt, 德

国的粒度 $<15\ \mu\text{m}$ 的导电颜料), 将组分混合 2 分钟。

[0217] 在常规条件下, 在注塑机上将这些颗粒加工, 得到尺寸为 $4\times 3\times 0.5\text{cm}$ 的小的分段 (stepped) 板。这些小的分段板具有显著的光泽和激光标记性。

[0218] 用途实施例 5 : 涂层

[0219] 30g 根据实施例 5 的经涂覆的玻璃鳞片

[0220] 10g **Minatec**[®] 40CM (购自 Merck KGaA, Darmstadt, 德国的导电颜料)

[0221] 42g 油漆基底 (AU-MF 体系, 固体 = 19%)

[0222] 18g 稀释剂混合物