



República Federativa do Brasil
Ministério da Economia
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(11) BR 112016027743-0 B1



(22) Data do Depósito: 21/05/2015

(45) Data de Concessão: 12/04/2022

(54) Título: PIGMENTO DE EFEITO, E, MÉTODO PARA PRODUÇÃO DE UM PIGMENTO DE EFEITO

(51) Int.Cl.: C09C 3/06.

(30) Prioridade Unionista: 25/03/2015 US 62/137,918; 28/05/2014 US 62/004,007.

(73) Titular(es): BASF SE.

(72) Inventor(es): STEVEN JONES; MEAGHAN CLARK MCGUIRE; JAMES SIOSS; CHRISTOPHER SICHMELLER; MARTIN SALTZMAN.

(86) Pedido PCT: PCT US2015031882 de 21/05/2015

(87) Publicação PCT: WO 2015/183674 de 03/12/2015

(85) Data do Início da Fase Nacional: 25/11/2016

(57) Resumo: PIGMENTO DE EFEITO, COMPOSIÇÃO, E, MÉTODOS PARA PRODUÇÃO DE UM PIGMENTO DE EFEITO E PARA AUMENTAR UM CROMA A UM CERTO MATIZ PARA UM PIGMENTO DE EFEITO Um pigmento de efeito de alto croma inclui um substrato de plaqueta e um revestimento óptico formado sobre o substrato de plaqueta. O revestimento óptico inclui uma primeira camada de alto índice de refração, uma segunda camada de alto índice de refração na primeira camada de alto índice de refração, e um terceiro material difundindo tendo um alcance de difusão entre 100% para difusão parcial da primeira camada de alto índice de refração, da segunda camada de alto índice de refração ou ambas a primeira e a segunda camadas de alto índice de refração. A primeira e a segunda camadas de alto índice de refração têm, independentemente, um índice de refração de cerca de > 1,65. O terceiro material difundido é SiO₂ um óxido de metal é diferente do que a primeira e a segunda camadas de alto índice de refração.

PIGMENTO DE EFEITO, E, MÉTODO PARA PRODUÇÃO DE UM PIGMENTO DE EFEITO

[01] Este pedido tem o benefício dos pedidos de patentes US provisórios 62/004.007, depositado em 28 de maio de 2014, e 62/137.918, depositado em 25 de março de 2015, ambos aqui incorporados em sua totalidade para referência.

CAMPO TÉCNICO

[02] Esta divulgação refere-se a pigmentos de efeito revestidos com camadas de alto índice de refração e difusão de material de baixo índice dos mesmos para aumentar o croma do pigmento de efeito, a métodos de preparação e suas utilizações em pintura, tintas a jato de tinta, tintas de impressão, revestimentos, tintas industriais, revestimento automotivo, tintas de impressão, plásticos, cosméticos ou formulações cosméticas e esmaltes para cerâmica ou vidro.

FUNDAMENTOS

[03] Os pigmentos de efeito também foram referidos como pigmentos de brilho, pigmentos lustrosos, pigmentos perolados ou pigmentos de interferência. Tais pigmentos tendo um núcleo constituído por um material transparente ou não transparente são conhecidos, tais como, por exemplo, mica natural ou sintética, SiO_2 , alumínio ou vidro. Estes núcleos são revestidos com um material de alto índice de refração, em geral, um óxido de metal de índice de refração maior do que cerca de 1,65.

[04] Além disso, é possível obter pigmentos que são mais intensos na cor (isto é, tendo croma mais alto) através da aplicação alternada de camadas de alto e baixo índice de refração em um substrato.

[05] No entanto, aumentar o croma de pigmentos de efeito formados a partir de um diâmetro de plaquetas (d_{50}) igual ou inferior a cerca de 15 microns é difícil utilizando camadas alternadas distintas de alto/baixo índice de refração. A deposição ou codeposição de uma camada distinta de

baixo índice de refração na camada de alto índice de refração, muitas vezes leva à aglomeração, quando o diâmetro das plaquetas é de 15 microns ou menos.

[06] Assim, seria útil desenvolver novas formas de fazer pigmentos de efeito com alto croma, em vez do método convencional de empilhamento camadas alternadas independentes e separadas de alto/baixo índice de refração em um substrato.

SUMÁRIO

[07] Surpreendentemente o croma de pigmentos de efeito pode ser melhorado pela presença de um óxido de um terceiro material difundido entre uma primeira e uma segunda camada de alto índice de refração, em que o terceiro material difundido tem um alcance de difusão entre 100% à difusão parcial em uma ou ambas primeiras e segundas camadas de alto índice de refração.

[08] Além disso, vantagens secundárias foram descobertas quando o terceiro material difundido é então difundido.

[09] Exemplos destas e outras vantagens incluem, uma utilização mais eficiente da(s) matéria-prima(s) e/ou um pigmento de efeito mais eficiente durante a utilização, isto é, uma % em peso inferior de material de revestimento (ou seja, menos material(ais) de alto índice de refração são necessários para conseguir a mesma aparência que os pigmentos de efeito tradicionais com a alternância de camadas distintas de materiais de alto e baixo índice de refração em uma dada aplicação. O presente método também fornece uma vantagem na formação de pigmentos de alto croma cujo tamanho das plaquetas é de cerca de 15 microns ou menos, em que a deposição de um material de baixo índice de refração, tal como SiO₂ não causa aglomeração.

[10] Consequentemente, é divulgado aqui um pigmento de efeito compreendendo

uma plaqueta revestida com

um revestimento óptico e o revestimento óptico compreende:
uma primeira camada de alto índice de refração
uma segunda camada de alto índice de refração formada sobre
a primeira camada de alto índice de refração; e

um terceiro material difundido em que o terceiro material difundido tem um alcance de difusão entre 100% à difusão parcial em uma ou ambas as primeiras e segundas camadas de alto índice de refração;

em que a primeira e a segunda camada de alto índice de refração é formada a partir de materiais tendo alto de índice de refração de cerca de $> 1,65$, por exemplo, a primeira e a segunda camada de alto índice de refração são selecionadas independentemente a partir do grupo consistindo em SnO_2 , TiO_2 , Cr_2O_3 , ZnO , ZrO_2 , óxidos de ferro (tais como Fe_3O_4 , Fe_2O_3), óxidos de cobre, óxidos de cobalto, óxidos de manganês, alumina e suas misturas;

o terceiro material difundido é SiO_2 ou um óxido de metal, por exemplo, o terceiro material difundido é selecionado a partir do grupo que consiste em Al_2O_3 , SnO_2 , SiO_2 , óxidos de cobalto, óxido de magnésio, óxido de manganês, óxidos de cobre, óxidos de ferro (isto é, Fe_2O_3 , Fe_3O_4), B_2O_3 , TiO_2 , Cr_2O_3 , ZnO , ZrO_2 e suas misturas;

com a condição de que o terceiro material difundido seja diferente do que a primeira e a segunda camada de alto índice de refração.

[11] Uma modalidade especial abrange:

[12] Um pigmento de efeito compreendendo

uma plaqueta revestida com

um revestimento óptico e o revestimento óptico compreende:

uma primeira camada de TiO_2 ;

uma segunda camada de TiO_2 formada sobre a primeira camada de TiO_2 ; e um terceiro material difundido é SiO_2 entre a primeira camada de TiO_2 e a segunda camada de TiO_2 e tem um alcance de difusão

entre 100% à difusão parcial em uma ou ambas a primeira e a segunda camadas de TiO₂. As camadas de TiO₂ podem ser rutilo ou anatase.

[13] Além disso, vários métodos são divulgados. Estes métodos incluem a fabricação do pigmento de efeito acima e um método para aumentar o croma de um pigmento de efeito, tal como descrito acima por revestimento de uma plaqueta com um revestimento óptico compreendendo as etapas de incorporação de um terceiro material difundido entre uma primeira camada de alto índice de refração e uma segunda camada de alto índice de refração, em que a segunda camada de alto índice de refração é formada sobre a primeira camada de alto índice de refração e o terceiro material difundido tem um alcance de difusão entre 100% à difusão parcial em uma ou ambas a primeira e a segunda camadas de alto índice de refração.

BREVE DESCRIÇÃO DOS DESENHOS

[14] A Figura 1A é uma Microscopia Eletrônica de Transmissão de Alta Resolução (TEM) de uma seção transversal do pigmento de efeito do Exemplo 2.

[15] A Figura 1B é uma Espectroscopia de Energia Dispersiva de Raios-X (EDXS) em conjunto com a TEM de uma seção transversal do pigmento de efeito mostrado na Fig. 1A.

[16] A Figura 2A é uma Micrografia Eletrônica de Transmissão de Alta Resolução (TEM) de uma seção transversal do pigmento de efeito preparado no Exemplo 8, a ampliação foi de 200.000.

[17] A Figura 1B é uma imagem de Espectroscopia de Energia Dispersiva de Raios-X (EDXS) em conjunto com a TEM de uma seção transversal do pigmento de efeito mostrado na Fig. 2A.

[18] A Figura 3A é uma Micrografia Eletrônica de Transmissão de Alta Resolução (TEM) de uma seção transversal do pigmento de efeito preparado no Exemplo 9, a ampliação foi de 200.00.

[19] A Figura 3B é uma imagem de Espectroscopia de Energia

Dispersiva de Raios-X (EDXS) em conjunto com a TEM de uma seção transversal do pigmento de efeito mostrado na Fig. 3A.

[20] A Figura 4A é uma Micrografia Eletrônica de Transmissão de Alta Resolução (TEM) de uma seção transversal do pigmento de efeito preparado no Exemplo 13, a ampliação foi de 200.000.

[21] A Figura 4B é uma imagem de Espectroscopia de Energia Dispersiva de Raios-X (EDXS) em conjunto com a TEM de uma seção transversal do pigmento de efeito mostrado na Fig. 4A.

[22] A Figura 5A mostra uma vista em corte transversal do presente pigmento inventivo, tendo difusão parcial, incluindo bolsas de um terceiro material difundido.

[23] A Figura 5B mostra uma vista em corte transversal do pigmento de efeito da presente invenção, tendo difusão completa do terceiro material difundido para a primeira e segunda camadas.

DESCRIÇÃO DETALHADA

[24] As Figuras 1-5 mostram um pigmento de efeito, incluindo um substrato 4, tendo um revestimento óptico 11 no mesmo.

[25] O substrato 4 é um substrato de plaquetas ou lamelar tendo um diâmetro que é maior do que a espessura do substrato, tais como plaquetas (flocos). Um substrato de plaquetas inclui substratos lamelares, em forma de placa e em flocos.

[26] As plaquetas geralmente são um substrato de plaquetas e não são esféricas. Em um exemplo, a maior dimensão do substrato das plaquetas varia de cerca de 1 µm (micron) a cerca de 1 mm (milímetro).

[27] O diâmetro é definido, por exemplo, como a distribuição de tamanho de partícula d50 determinada por meio de dispersão de luz estática utilizando um Malvern Mastersizer® Hydro2000S.

[28] Existem vantagens especiais na formação de um pigmento de efeito que tem uma d50 de cerca de 15 microns ou menos com o presente

método. O presente método para formar o revestimento óptico de croma mais alto é vantajoso para os substratos de cerca de 15 microns ou menos, porque, em contraste com a formação típica de camadas de alto/baixo índice de refração sobre tais substratos, a aglomeração é minimizada pelo presente método.

[29] Assim, o pigmento de efeito pode ser formado usando um diâmetro de plaquetas (d_{50}) de cerca de 15 microns ou menos, por exemplo cerca de 15 microns a 1 micron.

[30] O substrato pode ser transparente ou não transparente.

[31] Exemplos de substratos de plaquetas adequados incluem tais materiais lamelares como óxido de alumínio, vidro lamelar, perlita, alumínio, mica natural, mica sintética, oxiclreto de bismuto, óxido de ferro lamelar, grafite lamelar, sílica lamelar, bronze, aço inoxidável, pérolas naturais, nitreto de boro, floco de cobre, cobre de flocos de liga, flocos de zinco, zinco em flocos da liga, óxido de zinco, esmalte, caulino, porcelana, dióxido de titânio, dióxido de titânio lamelar, subóxido de titânio, zeólitos, talco, caulino, flocos de cerâmica sintéticas e combinações dos mesmos.

[32] Em uma modalidade, o substrato pode ser selecionado a partir do grupo que consiste de mica natural, mica sintética, perlite, vidro lamelar, oxiclreto de bismuto e alumínio. A mica (natural e sintética) é de especial importância.

[33] Tal como definido acima, o substrato pode ser tratado ou não tratado. Por exemplo, o substrato pode ser tratado com óxido de estanho como um diretor de rutilo para a primeira camada de alto índice de refração. Por exemplo, o substrato pode ser tratado com virtualmente qualquer agente, tal como silicones e agentes de acoplamento. Alternativamente, o substrato pode ser tratado mecanicamente para alisar a superfície, ou tratamentos de plasma ou de radiação para ativar a superfície antes da aplicação do revestimento óptico.

[34] As Figuras 1-5 mostram o substrato 4 revestido com um revestimento óptico 11. O revestimento óptico 11 inclui duas camadas de alto índice de refração distintas e separadas e adjacentes 1 e 2, respectivamente, e um terceiro material difundido 3, que tem um alcance de difusão entre 100% à difusão parcial em uma ou ambas a primeira e segunda camadas de alto índice de refração 1 e 2, respectivamente. Cada uma das camadas de alto índice de refração é uma camada distinta separada, que se estendem desde a superfície de interface respectiva para a superfície remota com material entre as mesmas.

[35] O revestimento óptico 11 tem uma espessura física total após calcinação. Esta espessura física total inclui a espessura da primeira camada de alto índice de refração 1, a espessura da segunda camada de alto índice de refração 2 e o terceiro material difundido 5 em uma ou ambas as primeiras e as segundas camadas de alto índice de refração, incluindo quaisquer bolsas descontínuas 3 do terceiro material difundido entre a primeira e a segunda camada de alto índice. A espessura física total é medida de um lado do substrato de plaquetas. Como tal, a espessura física total é equivalente à distância a partir da superfície remota 8 da primeira camada de alto índice de refração 1 mais próxima da superfície da plaqueta 4 para uma superfície remota 9 da segunda camada de alto índice de refração 2 mais distante da superfície do substrato de plaquetas 4. A espessura física total, após calcinação do revestimento óptico varia de cerca de 10 nm a cerca de 700 nm. Em outros exemplos, a espessura física total, após calcinação do revestimento óptico varia de cerca de 15 nm a cerca de 600 nm ou de cerca de 20 nm a cerca de 550 nm. A espessura do revestimento óptico acima após calcinação varia entre cerca de 15 nm a cerca de 600 nm ou cerca de 20 nm a cerca de 550 nm, não incluem, por exemplo uma camada protetora externa formada sobre o pigmento de efeito, camadas adicionais formadas antes ou depois da deposição da primeira e da segunda camadas de alto índice de refração acima.

[36] Cada camada de alto índice de refração é formada a partir de um material ou materiais que têm um índice de refração maior do que cerca de 1,65. Em uma modalidade, a primeira e a segunda camadas de alto índice de refração são do mesmo material, e em outra modalidade, a primeira e a segunda camadas de alto índice de refração são materiais diferentes. Exemplos da primeira e/ou segunda camadas de alto índice de refração incluem SnO_2 , TiO_2 , Cr_2O_3 , ZnO , ZrO_2 , óxidos de ferro (por exemplo, Fe_3O_4 , Fe_2O_3), óxidos de cobre, óxidos de cobalto, óxidos de manganês, alumina e suas misturas.

[37] Em um exemplo, o revestimento óptico inclui Fe_2O_3 como a primeira camada de alto índice de refração, Fe_2O_3 como a segunda camada de alto índice de refração e Al_2O_3 , SnO_2 , SiO_2 , ou suas misturas como o terceiro material difuso tendo um alcance de difusão entre 100% à difusão parcial em uma ou ambas a primeira e a segunda camadas de alto índice de refração. Em um outro exemplo específico, o revestimento óptico inclui rutilo ou anátase TiO_2 como a primeira camada de alto índice de refração, rutilo ou anátase₂ como a segunda camada de alto índice de refração e SiO_2 ou SnO_2 como o terceiro material difundido. Em qualquer um destes exemplos, qualquer um dos materiais em plaquetas pode ser utilizado como o substrato.

[38] Em outro exemplo, tanto a primeira camada de alto índice de refração quanto a segunda camada de alto índice de refração são selecionadas a partir do grupo consistindo de TiO_2 (rutilo ou anátase), Fe_2O_3 e misturas do mesmo com SiO_2 , SnO_2 ou Al_2O_3) como o terceiro material difundido. Assim, uma modalidade prevê um pigmento de efeito que compreende uma plaqueta revestida com um revestimento óptico em que o revestimento óptico é, pelo menos:

a primeira ou segunda camadas de alto índice de refração são Fe_2O_3 ;

a primeira ou segunda camadas de alto índice de refração são

TiO₂;

a primeira ou segunda camadas de alto índice de refração são

Fe₂O₃ ou

a primeira ou segunda camadas de alto índice de refração são

TiO₂.

[39] Cada uma das camadas de alto índice de refração (1 e 2) é uma camada separada e distinta, que é definida como e se estende entre uma superfície de interface (6 e 7, respectivamente) a uma superfície remota (8 e 9, respectivamente).

[40] As superfícies remotas são as superfícies distantes (superfícies não adjacentes) das primeiras camadas de alto índice de refração 1 e das segundas camadas de alto índice de refração 2. As Figuras 5A e 5B mostram a primeira superfície remota 8 da primeira camada de índice de refração 1 mais próxima de um substrato 4 e a segunda superfície remota 9 da segunda camada de índice de refração 2 mais afastada do substrato.

[41] Além disso, cada camada de alto índice de refração também inclui a superfície de interface que é oposta e espaçada da superfície remota. A primeira camada de alto índice de refração 1 e uma segunda camada de alto índice de refração 2 são adjacentes umas as outras nas suas respectivas superfícies de interface 6 e 7, respectivamente. A segunda camada de alto índice de refração 2 é formada na superfície da interface 6 da primeira camada de alto índice de refração 1 e não há nenhuma camada distinta ou separada entre a primeira e a segunda camadas de alto índice de refração 1 e 2, respectivamente.

[42] As Figuras 5A e 5B mostram a primeira superfície de interface 6 da primeira camada de alto índice de refração 1 adjacente à segunda superfície de interface 7 da segunda camada de alto índice de refração 2.

[43] A primeira superfície de interface 6 está adjacente e em contato com a segunda superfície de interface 7 a um número de pontos. A

Figura 5B mostra a dispersão completa do terceiro material difundido 5 para a primeira camada de alto índice de refração 1 e a segunda camada de alto índice de refração 2, e as superfícies de interfaces 6 e 7, respectivamente, estão continuamente em contato e adjacentes umas às outras em todos os pontos. A Figura 5A mostra bolsas descontínuas 3 do terceiro material difundido 5 entre a primeira superfície de interface 6 e a segunda superfície de interface 7. A primeira e a segunda superfícies de interface 6 e 7, respectivamente, tocam em vários pontos e envelopam o terceiro material difundido 5, formando ali bolhas individuais ou bolsas 3 de terceiro material difundido 5 entre as superfícies de interface 6 e 7, como mostrado nas Figuras 5A e 3B.

[44] As figuras mostram o terceiro material difundido 5, que tem um alcance de difusão entre 100% difundido para parcialmente difundido em uma ou ambas a primeira e a segunda camadas de alto índice de refração 1 e 2, respectivamente.

[45] O terceiro material difundido 5 é um óxido e pode ser SiO_2 ou um material de óxido de metal que é diferente do que a primeira camada de alto índice de refração e uma segunda camada de alto índice de refração 2. Alguns exemplos do óxido adequado para utilização como terceiro material difundido incluem Al_2O_3 , SnO_2 , SiO_2 , óxidos de cobalto, óxido de magnésio, óxido de manganês, óxidos de cobre, óxidos de ferro (isto é, Fe_2O_3 , Fe_3O_4), B_2O_3 , TiO_2 , Cr_2O_3 , ZnO , ZrO_2 e suas misturas, por exemplo Al_2O_3 , SnO_2 , SiO_2 , óxidos de cobalto, óxido de magnésio, óxido de manganês, B_2O_3 , TiO_2 , ZnO e ZrO_2 .

[46] O terceiro material difundido 5 está presente no revestimento óptico 11 em uma quantidade que varia desde cerca de 0,5% em peso a cerca de 11% em peso onde a % do peso é baseada no peso total do revestimento óptico sobre o substrato de plaquetas. Por exemplo, o terceiro material difundido 5 está presente no revestimento óptico em uma quantidade que

varia desde cerca de 1% em peso a cerca de 9% em peso, variando de cerca de 1,5% em peso a cerca de 8% em peso onde a % em peso é baseada no peso total do revestimento óptico no substrato de plaqueta.

[47] Como tal, esta % em peso é aplicável para Al_2O_3 , SnO_2 , SiO_2 , B_2O_3 , TiO_2 , Fe_2O_3 , Cr_2O_3 , ZnO , ZrO_2 , óxidos de cobalto, óxido de magnésio, óxido de manganês, óxidos de cobre, óxidos de ferro e suas misturas, por exemplo SiO_2 , SnO_2 , Al_2O_3 ou suas misturas como o terceiro material difundido.

[48] O terceiro material difundido 5 está presente no revestimento óptico 11 como sendo, pelo menos, parcialmente difundido em uma ou ambas as camadas de alto índice de refração 1 e 2, com ou sem bolsas 3 de terceiro material difundido 5, dependendo da quantidade de difusão. A difusão do terceiro material difundido 5 é a migração do terceiro material difundido 5 em uma ou ambas as camadas adjacentes de ambas a primeira e a segunda camadas de alto índice de refração 1 e/ou 2 de tal modo que o terceiro material difundido 3 torna-se parte da camada de alto índice de refração entre a camada de interface e a camada remota daquela camada de alto índice de refração. O alcance de difusão está entre a difusão completa do terceiro material difundido ou difusão 100% sem bolsas de terceiro material difundido concentrado para difusão parcial do terceiro material difundido 5, que inclui bolsas isoladas 3 de terceiro material difundido 5 entre as interfaces 6 e 7. O alcance de difusão é determinado por Micrografia Eletrônica de Transmissão de Alta Resolução (ampliação TEM-200000) e/ou uma seção transversal de Espectroscopia de Energia Dispersiva de Raios-X (EDXS) em conjunto com o TEM do pigmento de efeito calcinado. A direção de viagem ou difusão do terceiro material difundido é a partir das superfícies de interface, 6 e/ou 7, das camadas adjacentes de alto índice de refração 1 e/ou 2 para as superfícies remotas 8 e/ou 9. Isto é mostrado nas Figuras 1B, 2B, 3B, 4B, que mostram as imagens em seção transversal do pigmento de efeito calcinado utilizando

EDXS em conjunto com TEM. A Figura 1B mostra graficamente a distribuição de silicose nas superfícies de interface da primeira e da segunda camadas de alto índice de refração em relação às superfícies remotas. Observe a difusão de silício para a segunda camada de TiO_2 de alto índice de refração indicado pelo elemento 10.

[49] O alcance de difusão do terceiro material difundido 5 afeta a natureza das camadas de alto índice de refração 1 e 2, e por sua vez, afeta as propriedades ópticas do pigmento de efeito resultante. Como exemplos, o terceiro material difundido 5 afeta o modo como uma ou ambas as camadas de alto índice de refração são depositadas sobre um substrato ou plaqueta e/ou como uma ou ambas as camadas de alto índice de refração interagem quando calcinadas. Em geral, o terceiro material difundido 5 afeta as propriedades ópticas, em particular o croma, do pigmento de efeito resultante.

[50] A difusão parcial do terceiro material difundido 5 renderia bolsas descontínuas 3 do terceiro material difundido 5, devido ao fato de que o terceiro material difundido 5 não é 100% difundido em uma ou ambas a primeira e a segunda camadas de alto índice de refração 1 e 2, respectivamente.

[51] A Figura 3B mostra algumas bolsas descontínuas 3 isoladas e independentes de terceiro material difundido concentrado 5 entre as superfícies de interface 6 e 7. As bolsas descontínuas 3 não são uma camada separada que se prolonga de forma contínua entre a primeira camada de alto índice de refração 1 e a segunda camada de alto índice de refração 2. Na verdade, as bolsas descontínuas 3 de terceiro material difundido concentrado não são, de todo, uma camada, já que uma camada contínua não forneceria os benefícios como aqui descritos.

[52] É ainda contemplado que o revestimento óptico poderá incluir outra(s) camada(s) adicional(ais), tais como camada(s) de alto índice de refração ou camada(s) de baixo índice de refração, acima ou abaixo da

primeira superfície remota 8 ou da segunda superfície remota 9. Além disso, um revestimento transparente ou de tratamento de superfície pode ser adicionado como uma camada superior para proteger o pigmento de efeito contra o intemperismo e semelhantes. Também é possível ter múltiplos do revestimento óptico 11 empilhados uns em cima dos outros.

[53] Todos os exemplos de pigmentos de efeito aqui divulgados podem ser incorporados em uma variedade de produtos e utilizados em uma variedade de aplicações. Como exemplos, os pigmentos de efeito podem ser incorporados em tintas, tintas de jato de tinta ou outras tintas de impressão, revestimentos, revestimentos para automóveis, plásticos, cosméticos, formulações e esmaltes para vidros cerâmicos ou composições.

[54] Assim, o pigmento de efeito pode compreender o substrato de plaquetas e um revestimento óptico tendo, por exemplo, as estruturas abaixo.

[55] Fe_2O_3 /alcance de difusão entre 100 % a difusão parcial $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Fe}_2\text{O}_3$;

[56] Fe_2O_3 /alcance de difusão entre 100 % a difusão parcial $\text{SnO}_2/\text{Fe}_2\text{O}_3$;

[57] Fe_2O_3 /alcance de difusão entre 100 % a difusão parcial $\text{SiO}_2/\text{Fe}_2\text{O}_3$;

[58] TiO_2 (rutilo ou anatáse)/alcance de difusão entre 100 % a difusão parcial $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Fe}_2\text{O}_3$;

[59] Fe_2O_3 /alcance de difusão entre 100 % a difusão parcial $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{TiO}_2$ (rutilo ou anátase);

[60] Fe_2O_3 /alcance de difusão entre 100 % a difusão parcial $\text{SnO}_2/\text{TiO}_2$ (rutilo ou anátase);

[61] TiO_2 (rutilo ou anátase)/alcance de difusão entre 100 % a difusão parcial $\text{SnO}_2/\text{Fe}_2\text{O}_3$;

[62] Fe_2O_3 /alcance de difusão entre 100 % a difusão parcial $\text{SiO}_2/\text{TiO}_2$ (rutilo ou anatáse);

[63] TiO_2 (rutilo ou anátase)/ alcance de difusão entre 100 % a difusão parcial $\text{SiO}_2/\text{Fe}_2\text{O}_3$;

[64] Rutilo TiO_2 / alcance de difusão entre 100 % a difusão parcial $\text{SiO}_2/\text{Rutilo TiO}_2$;

[65] TiO_2 (rutilo ou anátase)/alcance de difusão entre 100 % a difusão parcial $\text{SnO}_2/\text{TiO}_2$ (rutilo anátase);

[66] e

[67] TiO_2 (rutilo ou anátase) /alcance de difusão entre 100 % a difusão parcial $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{TiO}_2$ (rutilo ou anátase).

[68] A "difusão entre 100% para difusão parcial do terceiro material difundido" acima não indica uma camada, tal como explicado anteriormente, mas em vez disso é uma forma abreviada de dizer que o terceiro material difundido tem um alcance de difusão entre 100% para difusão parcial das interfaces de 6 e/ou 7 da primeira ou da segunda camadas de alto índice de refração em direção às superfícies remotas 8 e/ou 9 das camadas de alto índice de refração.

Método de Fazer os Pigmentos de Efeito

[69] Os pigmentos de efeito aqui divulgados são feitos por revestimento de uma plaqueta 4 com um revestimento óptico 11. É também contemplado que a plaqueta pode ser pré-tratada com um revestimento e, em seguida, subsequentemente revestida com o revestimento óptico inventivo 11. Por conseguinte, o revestimento óptico inventivo 11 pode ou não estar em contato direto com a superfície da plaqueta, mas em vez disso pode estar em uma plaqueta pré-tratada ou pré-revestida. O método de formar o revestimento óptico inventivo pode envolver precipitação, coprecipitação ou deposição de vapor químico (CVD). Assim, o uso do termo "deposição" engloba precipitação, coprecipitação e deposição de vapor químico.

[70] Um exemplo de uma precipitação aquosa é descrito abaixo.

[71] Uma pasta aquosa, incluindo a plaqueta, é preparada. Em um

exemplo, a pasta aquosa inclui água e a plaqueta. Esta pasta pode ser aquecida e agitada. O pH da pasta pode ser ajustado a um pH predeterminado, dependendo do material a ser precipitado sobre a plaqueta (isto é, diferentes precursores para a primeira ou segunda camada de alto índice de refração ou terceiro material difundido pode formar em diferentes pHs). Este ajuste de pH pode ser feito pela adição de um ácido ou base adequado à pasta aquosa. Após o ajuste do pH, o pH da pasta pode variar desde cerca de 1 a cerca de 12.

[72] Ao pH apropriado, dependendo do material a ser precipitado, a primeira camada de alto índice de refração é precipitada sobre a plaqueta na pasta aquosa. Um precursor da primeira camada de alto índice de refração pode ser adicionado à pasta aquosa e o valor de pH adequado pode ser mantido por adição de uma base/ácido apropriados. Como exemplos, uma solução aquosa de TiCl_4 (por exemplo, 40%) pode ser um precursor adequado para TiO_2 e uma solução aquosa de FeCl_3 (por exemplo, 39%) pode ser um precursor adequado para Fe_2O_3 . O precursor pode ser adicionado a uma velocidade adequada, enquanto o pH é mantido. A primeira camada de alto índice de refração reveste a plaqueta do precipitado ou do óxido de metal formado.

[73] Quando uma quantidade desejável do precipitado é formada, o pH pode então ser ajustado para cima ou para baixo para o valor de pH adequado, a fim de introduzir o precursor do terceiro material difundido à pasta. Um ácido adequado (por exemplo, HCl , H_2SO_4) podem ser utilizado para baixar o pH, e uma base adequada (por exemplo, NaOH) pode ser utilizada para aumentar o pH. Ao valor de pH adequado, um precursor para o terceiro material difundido é adicionado à pasta aquosa. A quantidade do precursor adicionado e o tempo de precipitação pode depender, pelo menos em parte, do material (ais) usado(s) no método e do desejado alcance de difusão. Em alguns exemplos do método, pode ser desejável aumentar o pH quando um precursor para um terceiro material difundido de SiO_2 ou um

precursor para um terceiro material difundido de Al_2O_3 é usado e pode ser desejável diminuir o pH quando um precursor para um terceiro material difundido de SnO_2 é usado.

[74] Quando uma quantidade desejada de terceiro material difundido é adicionado à pasta, o pH pode então ser ajustado de volta a ou próximo ao pH apropriado. A este pH, o terceiro material difundido pode ser precipitado sobre a primeira camada de alto índice de refração. O precipitado, um precursor da primeira camada de alto índice de refração pode ser adicionado à pasta aquosa e o valor de pH adequado pode ser mantido por adição de uma base/ácido apropriados. O precursor pode ser adicionado a uma velocidade adequada, enquanto o pH é mantido. A segunda camada de alto índice de refração se forma sobre a primeira camada de alto índice de refração.

[75] Quando uma cor final desejável do pigmento de efeito é alcançada, a suspensão pode ser filtrada e os sólidos resultantes podem ser lavados e calcinados. Durante todo o método, a pasta aquosa pode ser agitada.

[76] Embora o exemplo acima descreva um método particular de precipitação aquosa e sequências de adições, as modalidades do pigmento de efeito podem ser alcançadas por qualquer número de métodos bem conhecidos por versados na técnica, tais como deposição de vapor químico, precipitação aquosa (como acima) e coprecipitação contanto que a estrutura definida pelo revestimento óptico seja alcançada. Por exemplo, a adição do terceiro material difundido pode acontecer após a deposição da primeira camada de alto índice de refração e antes da precipitação da segunda camada de alto índice de refração. Alternativamente, a adição do terceiro material difundido pode acontecer durante a deposição da primeira ou da segunda camada de alto índice de refração. O óxido do terceiro material difundido tem um alcance de difusão a partir de 100% para difusão parcial na primeira camada de alto índice de refração e/ou a segunda camada de alto índice de

refração após a precipitação e/ou calcinação. O método aqui descrito também pode ser usado para aumentar o croma de um pigmento de efeito a uma dada tonalidade.

[77] Por conseguinte,
um método para produzir um pigmento de efeito compreendendo:

o revestimento de uma plaqueta com um revestimento óptico compreende as etapas de:

deposição de uma primeira camada de alto índice de refração na plaquetas;

deposição de uma segunda camada de alto índice de refração;

e

deposição de um terceiro material difundido subsequente para depositar a primeira camada de alto índice de refração e antes de depositar a segunda camada de alto índice de refração

ou

codeposição de um terceiro material difundido durante a deposição da primeira ou da segunda camada de alto índice de refração e o terceiro material difundido depositado tem um alcance de difusão entre 100% para difusão parcial em uma ou em ambas a primeira camada de alto índice de refração e a segunda camada de alto índice de refração,

com a condição de que o terceiro material difundido seja diferente da primeira e da segunda camada de alto índice de refração.

[78] No método acima para fazer o pigmento de efeito inventivo, a primeira e a segunda camada de alto índice de refração são formadas a partir de materiais tendo alto de índice de refração de cerca de $> 1,65$, por exemplo, a primeira e a segunda camada de alto índice de refração são selecionadas independentemente a partir do grupo consistindo em SnO_2 , TiO_2 , Cr_2O_3 , ZnO , ZrO_2 , óxidos de ferro (tais como Fe_3O_4 , Fe_2O_3), óxidos de cobre, óxidos

de cobalto, óxidos de manganês, alumina e suas misturas;

[79] o terceiro material difundido é SiO_2 ou um óxido de metal, por exemplo, o terceiro material difundido é selecionado a partir do grupo que consiste em Al_2O_3 , SnO_2 , SiO_2 , óxidos de cobalto, óxido de magnésio, óxido de manganês, óxidos de cobre, óxidos de ferro (isto é, Fe_2O_3 , Fe_3O_4), B_2O_3 , TiO_2 , Cr_2O_3 , ZnO , ZrO_2 e suas misturas.

[80] Uma modalidade importante é quando o terceiro material é SnO_2 , SiO_2 ou Al_2O_3 e a primeira e a segunda camadas de alto índice de refração são Fe_2O_3 ou TiO_2 .

[81] Além disso, como explicado anteriormente um método para aumentar um croma a uma dada tonalidade de um pigmento de efeito é divulgado, compreendendo:

o revestimento de uma plaqueta com um revestimento óptico compreende as etapas de:

deposição de uma primeira camada de alto índice de refração no substrato da plaqueta;

deposição de uma segunda camada de alto índice de refração;

e

deposição de um terceiro material difundido subsequente à deposição da primeira camada de alto índice de refração elevado e antes de depositar a segunda camada de alto índice de refração ou de co-depositar o terceiro material difundido durante a deposição da primeira ou da segunda camada de alto índice de refração

e o terceiro material depositado difundido tem um alcance de difusão entre 100% de difusão para a difusão parcial em uma ou em ambas a primeira camada de alto índice de refração e a segunda camada de alto índice de refração,

com a condição de que o terceiro material difundido seja diferente do que a primeira e a segunda camada de alto índice de refração.

[82] No método acima para aumentar o croma o pigmento de efeito inventivo, a primeira e a segunda camada de alto índice de refração são formadas a partir de materiais tendo alto de índice de refração de cerca de $> 1,65$, por exemplo, a primeira e a segunda camada de alto índice de refração são selecionadas independentemente a partir do grupo consistindo em SnO_2 , TiO_2 , Cr_2O_3 , ZnO , ZrO_2 , óxidos de ferro (tais como Fe_3O_4 , Fe_2O_3), óxidos de cobre, óxidos de cobalto, óxidos de manganês, alumina e suas misturas;

[83] o terceiro material difundido é SiO_2 ou um óxido de metal, por exemplo, o terceiro material difundido é selecionado a partir do grupo que consiste em Al_2O_3 , SnO_2 , SiO_2 , óxidos de cobalto, óxido de magnésio, óxido de manganês, óxidos de cobre, óxidos de ferro (isto é, Fe_2O_3 , Fe_3O_4), B_2O_3 , TiO_2 , Cr_2O_3 , ZnO , ZrO_2 e suas misturas. O terceiro material difundido é especialmente SnO_2 , SiO_2 ou Al_2O_3 e a primeira e a segunda camadas de alto índice de refração são Fe_2O_3 ou TiO_2 .

[84] Em ambos os métodos acima descritos, quando a precipitação é utilizada em vez de DCV, a primeira e a segunda camadas de alto índice de refração e o terceiro material difundido são realizados em condições de pH que conduzam à precipitação do material particular que irá variar dependendo do material precipitado.

[85] Quando apropriado, uma camada protetora pode ser aplicada sobre o topo do segundo material de alto índice de refração. Como exemplo, a camada de SiO_2 (protetora) pode ser aplicada no topo da camada de TiO_2 (segunda camada de alto índice de refração). Neste exemplo, pode ser usado o método seguinte. Uma solução de silicato de sódio de sódio é doseada para dentro de uma suspensão do material a ser revestido, tal suspensão foi aquecida a cerca de 50°C - 100°C , especialmente 70°C - 80°C . O pH é mantido de 4 a 10, de preferência de 6,5 a 8,5, pela adição simultânea de ácido clorídrico a 10% (HCl). Após a adição da solução de silicato de sódio, a agitação é efetuada durante 30 minutos.

[86] Para melhorar o tempo e estabilidade à luz, os (multicamadas) flocos revestidos/pigmentos de efeito podem ser, dependendo do campo de aplicação, submetidos a um tratamento de superfície. O tratamento da superfície pode facilitar a manipulação do pigmento, especialmente a sua incorporação em várias composições para várias aplicações.

[87] Dependendo do método de condicionamento ou da aplicação pretendida, pode ser vantajoso adicionar certas quantidades de agentes de melhoramento de textura ao pigmento de efeito antes ou depois do processo de condicionamento, desde que este não tenha efeito adverso sobre a utilização dos pigmentos de efeito para a coloração de várias composições para várias aplicações. Os agentes adequados incluem ácidos graxos que contenham pelo menos 18 átomos de carbono, por exemplo, esteárico ou ácido bênico ou amidas ou seus sais metálicos, especialmente os sais de magnésio, e também plastificantes, ceras, ácidos de resina, tal como o ácido abiético, o sabão de colofônia, alquilfenóis ou alifáticos álcoois, tais como álcool estearílico, ou compostos 1,2-di-hidroxi-alifáticos contendo de 8 a 22 átomos de carbono, tal como o 1,2-dodecanodiol, e resinas de maleato de colofônio também modificadas ou resinas de colofônio de ácido fumárico. São adicionados agentes de melhoramento de textura em quantidades que variam de 0,1 a 30% em peso, especialmente de 2 a 15% em peso, baseado no produto final.

[88] Para ilustrar ainda mais a presente descrição, os exemplos são aqui dados. É para ser entendido que estes exemplos são fornecidos para fins ilustrativos e não são para ser interpretados como limitativos do âmbito da presente descrição.

EXEMPLOS

Exemplo 1

[89] Uma pasta aquosa contendo 6,5% de 130g de flocos de mica (tamanho médio de partícula de cerca de 20 μm) foi aquecida a 82°C e

agitada. O pH da pasta foi ajustado para 1,6 com HCl a 28%. Em seguida, 15g de 20% de $\text{SnCl}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ foram adicionados a uma taxa de 2,0 g/min enquanto o pH foi mantido a 1,60 por adição de NaOH a 10%. A suspensão foi deixada para agitar durante 30 minutos. 40% de TiCl_4 foram então adicionados a uma taxa de 2,0 g/min enquanto o pH foi mantido a 1,50 por adição de NaOH a 35%.

[90] No tom perolado desejado, o pH da suspensão foi elevado para 7,8 com NaOH a 35%. Em seguida, 150 g de 20% de $\text{Na}_2\text{SiO}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ foram adicionados a uma taxa de 2,0 g/min, enquanto o pH foi mantido a 7,80 pela adição de HCl a 28%. Após a adição de 20% de $\text{Na}_2\text{SiO}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ estar completa, o pH da pasta foi ajustado a 1,7 com HCl a 28%. Em seguida, 28 g de 20% de $\text{SnCl}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ foram adicionados a uma taxa de 2,0 g/min enquanto o pH foi mantido a 1,60 por adição de NaOH a 10%. A suspensão foi deixada para agitar durante 30 minutos. 40% de TiCl_4 foram então adicionados a uma taxa de 2,0 g/min enquanto o pH foi mantido a 1,50 por adição de NaOH a 35%.

[91] Na tonalidade desejada, 50 mL da pasta foram filtrados e o bolo de prensa foi lavado com água e calcinado a 850°C durante 20 minutos. A amostra foi extraída para a medição de cor. O matiz resultante foi de 322 e o croma foi de 79. A % de SiO_2 em peso com base no peso total do revestimento óptico calcinado nos pigmentos de efeito do Exemplo 1 foi de 7,4%.

Exemplo 2

[92] O Exemplo 2 foi executado com o mesmo procedimento descrito no Exemplo 1, exceto que 75 g de 20% de $\text{Na}_2\text{SiO}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ foram adicionados. Na tonalidade desejada, 50 mL da pasta foram filtrados e o bolo de prensa foi lavado com água e calcinado a 850°C durante 20 minutos. A amostra foi extraída para a medição de cor. O matiz resultante foi de 321 e o croma foi de 79,5. A % de SiO_2 em peso com base no peso total do

revestimento óptico calcinado nos pigmentos de efeito do Exemplo 2 foi de 3,7%.

[93] O pigmento de efeito preparado no Exemplo 2 foi adicionado a uma laca de etila a 5% em peso, secos e, em seguida, cortados em cruz para dar uma amostra em seção transversal, que foi examinada através de Microscopia Eletrônica de Transmissão de Alta Resolução (TEM). Esta imagem é mostrada na Fig. 1A. A mesma amostra foi também examinada através de Espectroscopia de Energia Dispersiva de Raios-X (EDXS), a fim de examinar a distribuição dos vários elementos revestidos sobre a mica. O gráfico da fatia elementar é mostrado na Fig. 1B e mostra claramente que o SiO_2 é pelo menos parcialmente difundido na camada de TiO_2 de alto índice de refração.

[94] A micrografia TEM na Figura 1A, mostra a estrutura do grão da primeira e da segunda camada de material de alto índice de refração (TiO_2) (1 e 2) sobre o substrato de mica. A fatia elementar EDXS (Figura 1B), mostra que o terceiro material difundido de SiO_2 não existe como uma camada distinta entre o primeiro e o segundo material de alto índice de refração, mas sim como difundido na segunda camada de alto índice de refração. Por conseguinte, o terceiro material é difundido, pelo menos parcialmente, em um de ambos o primeiro e o segundo materiais de alto índice de refração.

Exemplo 3

[95] O Exemplo 3 foi executado com o mesmo procedimento descrito no Exemplo 1, exceto que 50 g de 20% de $\text{Na}_2\text{SiO}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ foram adicionados. Na tonalidade desejada, 50 mL da pasta foram filtrados e o bolo de prensa foi lavado com água e calcinado a 850°C durante 20 minutos. A amostra foi extraída para a medição de cor. O matiz resultante foi de 324 e o croma foi de 75. A % de SiO_2 em peso com base no peso total do revestimento óptico calcinado nos pigmentos de efeito do Exemplo 2 foi de

2,5%

Exemplo 4

[96] O Exemplo 4 foi executado com o mesmo procedimento descrito no Exemplo 1, exceto que 50 g de 20% de $\text{Na}_2\text{SiO}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ foram adicionados. Na tonalidade desejada, 50 mL da pasta foram filtrados e o bolo de prensa foi lavado com água e calcinado a 850°C durante 20 minutos. A amostra foi extraída para a medição de cor. O matiz resultante foi de 322 e o croma foi de 76. A % de SiO_2 em peso com base no peso total do revestimento óptico calcinado nos pigmentos de efeito do Exemplo 3 foi de 1,2%

Exemplo Comparativo 4

[97] O Exemplo Comparativo 4 foi executado com o mesmo procedimento que o estabelecido no Exemplo 1, exceto que nenhum 20% de $\text{Na}_2\text{SiO}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ foi adicionado e o pH não foi aumentado para 7,8. Na tonalidade desejada, 50 mL da pasta foram filtrados e o bolo de prensa foi lavado com água e calcinado a 850°C durante 20 minutos. A amostra comparativa foi extraída para a medição de cor. O matiz resultante foi de 324 e o croma foi de 72.

[98] Os resultados de croma para os Exemplos 1-4 e Exemplo Comparativo 4 ilustram que o maior croma pode ser obtido quando o SiO_2 aqui divulgado é pelo menos parcialmente difundido em uma ou em ambas as camadas de alto índice de refração.

Exemplo 5

[99] O Exemplo 5 foi executado com o mesmo procedimento descrito no Exemplo 1, exceto que 125 g de 20% de $\text{Na}_2\text{SiO}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ foram adicionados. Na tonalidade desejada, 50 mL da pasta foram filtrados e o bolo de prensa foi lavado com água e calcinado a 850°C durante 20 minutos. A amostra foi extraída para a medição de cor. O matiz resultante foi 325,2. A % de SiO_2 em peso com base no peso total do revestimento óptico calcinado nos

pigmentos de efeito do Exemplo 5 foi de 6,1%

Exemplo 6

[100] O Exemplo 6 foi executado com o mesmo procedimento descrito no Exemplo 1, exceto que 50 g de 20% de $\text{Na}_2\text{SiO}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ foi adicionado. Na tonalidade desejada, 50 mL da pasta foram filtrados e o bolo de prensa foi lavado com água e calcinado a 850°C durante 20 minutos. A amostra foi extraída para a medição de cor. O matiz resultante foi de 324,6. A % de SiO_2 em peso com base no peso total do revestimento óptico calcinado nos pigmentos de efeito do Exemplo 6 foi de 2,4%

[101] Os pigmentos dos Exemplos 5 e 6 e do Exemplo Comparativo 4 foram expostos à experiências de calcinação adicionais. Cada um dos bolos de prensa a partir dos Exemplos 5 e 6 e do Exemplo Comparativo 4 também foram calcinados a 625°C durante 20 min. A Tabela 1 ilustra a tonalidade medida após a calcinação a 850°C , a tonalidade medida após a calcinação de 625°C e o matiz delta entre as duas temperaturas de calcinação.

TABELA 1

Amostra	Matiz após 850°C	Matiz após 625°C	Matiz delta
Exemplo Comp. 4	324	291	33
Exemplo 5	325,2	315	10,2
Exemplo 6	324,6	321	3,6

[102] O matiz delta é indicativo da quantidade de densificação que a amostra sofre na calcinação subsequente. Um grande matiz delta indica que a amostra passou por mais encolhimento/densificação durante o processo de calcinação adicional. Para os Exemplos 5 e 6, uma nova calcinação significativamente não causou mais encolhimento/densificação, ao passo que para o Exemplo Comparativo 4, uma nova calcinação causou significativamente mais encolhimento/densificação. Como tal, os resultados mostrados na Tabela 1 indicam que a pequena quantidade de SiO_2 (terceiro material difuso) dos Exemplos 5 e 6 permitiram uma deposição de TiO_2 mais eficaz. No Exemplo Comparativo 4, onde nenhum SiO_2 foi usado, um grande matiz delta da camada de TiO_2 foi observado, com 33 graus de matiz entre os

625°C e 850°C calcinação. Como tal, de modo a alcançar a espessura óptica desejada do revestimento e a tonalidade após a calcinação para o Exemplo Comparativo 4, cerca de 19% a mais da solução de TiCl_4 teria de ser usada.

[103] Com base nestes resultados, pode-se concluir neste exemplo que a pequena quantidade de SiO_2 difundido permite que a espessura desejada do revestimento óptico (espessura total do primeiro e do segundo materiais de alto índice de refração e terceiro material difundido), e, por conseguinte, o matiz alvo, seja obtido, com menos solução de TiCl_4 (ou outra solução precursora) do que seria necessário para se obter a mesma espessura óptica e matiz alvo sem o SiO_2 terceiro material difundido.

Exemplo 7

[104] Uma pasta aquosa a 5% contendo 100g de flocos de mica (tamanho médio de partícula cerca de 10 μm) foi aquecida a 82°C e agitada. O pH da pasta foi ajustado para 1,6 com HCl a 28%. Em seguida, 27 g de 20% de $\text{SnCl}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ foram adicionados a uma taxa de 0,8 g/min enquanto o pH foi mantido a 1,60 por adição de NaOH a 10%. A suspensão foi deixada para agitar durante 90 minutos antes de se adicionar 40% de TiCl_4 a uma taxa de 1,1 g/min enquanto o pH foi mantido a 1,60 pela adição de NaOH a 35%.

[105] No tom perolado desejado, o pH da suspensão foi elevado para 7,8 com NaOH a 35%. Em seguida, 40 g de 20% $\text{Na}_2\text{SiO}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ foram adicionados a uma taxa de 2,0 g/min, enquanto o pH foi mantido a 7,80 pela adição de HCl a 28%. Após a adição de 20% de $\text{Na}_2\text{SiO}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ estar completa, o pH da pasta foi ajustado a 1,6 com HCl a 28%. Em seguida, 40 g de 20% de $\text{SnCl}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ foram adicionados a uma taxa de 0,5 g/min enquanto o pH foi mantido a 1,60 por adição de NaOH a 35%. A suspensão foi deixada para agitar durante 30 minutos antes de se adicionar 40% de TiCl_4 a uma taxa de 1,1 g/min enquanto o pH foi mantido a 1,60 pela adição de NaOH a 35%.

[106] Na tonalidade desejada, 60 mL da pasta foram filtrados e o bolo de prensa foi lavado com água e calcinado a 850°C durante 20 minutos.

A amostra foi extraída para a medição de cor. O matiz resultante foi de 277 e o croma foi de 68. O nível de SiO_2 nos óxidos revestidos é 1,48%. Baseado em difração de raios X em pó, 100% do TiO_2 está na fase rutilo.

Exemplo Comparativo 7

[107] Este exemplo comparativo foi realizada como no Exemplo 7, exceto que nenhum 20% da solução de $\text{SnCl}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ foi adicionado à segunda camada de TiO_2 após a adição de 20% da solução de $\text{Na}_2\text{SiO}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$.

[108] O matiz resultante foi de 276 e o croma foi de 58. O nível de SiO_2 nos óxidos revestidos é 2,30%. Baseado em difração de raios X em pó, 72% do TiO_2 está na fase rutilo e 28% do TiO_2 está na fase anátase. Assim, a segunda camada TiO_2 está na fase de anátase.

Exemplo 8

[109] Uma pasta aquosa contendo 5% de 100g de flocos de mica (tamanho médio de partícula de cerca de 20 μm) foi aquecida a 82°C e agitada. O pH da pasta foi ajustado para 3,2 com HCl a 28%. Em seguida, 39% de FeCl_3 foram adicionados a uma taxa de 1,3 g/min, enquanto o pH foi mantido a 3,2 pela adição de NaOH a 35%.

[110] No tom bronze desejado, o pH da pasta foi elevado para 6,0 com NaOH a 35%, e a pasta foi arrefecida a 30°C. Em seguida, 25 g de 20% de $\text{Na}_2\text{Al}_2\text{O}_4$ foram adicionados a uma taxa de 0,5 g/min enquanto o pH foi mantido a 6,0 por adição de 25% de H_2SO_4 . Depois da adição estar completa, o pH da pasta foi ajustado para 3,2 com HCl a 28%, e pasta foi aquecida a 82°C. 39% de FeCl_3 foram adicionados a uma taxa de 1,3 g/min enquanto o pH foi mantido a 3,2 por adição de 35% de NaOH.

[111] Na tonalidade desejada, 55 mL da pasta foram filtrados e o bolo de prensa foi lavado com água e calcinado a 850°C durante 20 minutos. A amostra foi extraída para a medição de cor. O matiz resultante foi de 49,7 e o croma foi de 87,8. A % de Al_2O_3 em peso com base no peso total do revestimento óptico calcinado nos pigmentos de efeito do Exemplo 8 foi de

4%.

[112] O pigmento de efeito preparado no Exemplo 8 foi adicionado a uma laca de etila a 5% em peso, secos e, em seguida, cortados em cruz para dar uma amostra em seção transversal, que foi examinada através de Microscopia Eletrônica de Transmissão de Alta Resolução (TEM). Esta imagem é mostrada na Fig. 2A. A mesma amostra foi também examinada através de Espectroscopia de Energia Dispersiva de Raios-X (EDXS), a fim de examinar a distribuição dos vários elementos revestidos sobre a mica. Esta imagem é mostrada na Fig. 2B.

[113] Na Figura 2A, há claramente um revestimento denso de hematita de 70 nm a 95 nm, formado sobre o substrato de mica. Adjacente a esta densa camada de hematita estão 20 nm a 50 nm de partículas esféricas de óxido de ferro frouxamente arranjadas (hematita). Como evidenciado pela EDXS (Figura 2B), o óxido de alumínio 5 é difundido nas partículas esféricas de óxido de ferro de hematita 2. Além disso, fica também claro que a deposição de óxido de alumínio não conduz a uma camada intermédia separada ou revestimento entre os dois primeiros e segundos materiais de alto índice de refração 1 e 2, mas em vez disso mostra o óxido de alumínio sendo completamente difundido no segundo material de alto índice de refração 2 e a difusão ocorre entre a interface 7 e a superfície remota 9 da segunda camada de alto índice de refração 2.

Exemplo 9

[114] Uma pasta aquosa contendo 5% de 100g de flocos de mica (tamanho médio de partícula de cerca de 20 μm) foi aquecida a 82°C e agitada. O pH da pasta foi ajustado para 3,2 com HCl a 28%. Em seguida, 39% de FeCl_3 foram adicionados a uma taxa de 1,3 g/min, enquanto o pH foi mantido a 3,2 pela adição de NaOH a 35%.

[115] No tom bronze desejado, o pH da pasta foi reduzido para 1,5 com HCl a 28%. Em seguida, 60 g de 20% $\text{SnCl}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ foram adicionados a

uma taxa de 1,0 g/min enquanto o pH foi mantido a 1,5 por adição de NaOH a 35%. Depois da adição estar completa, o pH da pasta foi ajustado para 3,2 com NaOH a 35%. 39% de FeCl₃ foram adicionados a uma taxa de 1,3 g/min, enquanto o pH foi mantido a 3,2 pela adição de NaOH a 35%.

[116] Na tonalidade desejada, 55 mL da pasta foram filtrados e o bolo de prensa foi lavado com água e calcinado a 850°C durante 20 minutos. A amostra foi extraída para a medição de cor. O matiz resultante foi de 52,7 e o croma foi de 96. A % de SnO₂ em peso com base no peso total do revestimento óptico calcinado nos pigmentos de efeito do Exemplo 9 foi de 6%

[117] Ver Figuras 3A e 3B. A camada exterior de hematita é semelhante àquela nas Figuras 2A e 2B. Ela é menos densa do que a primeira camada de Fe₂O₃. O SnO₂ é parcialmente difundido na camada de Fe₂O₃. Ver elemento 3 da Figura 3B.

Exemplo 10:

[118] Uma pasta aquosa contendo 5% de 100g de flocos de mica (tamanho médio de partícula de cerca de 20 µm) foi aquecida a 82°C e agitada. O pH da pasta foi ajustado para 1,5 com HCl a 28%. Em seguida, 20% de SnCl₄·5H₂O foram adicionados a uma taxa de 0,8 g/min enquanto o pH foi mantido a 1,5 por adição de NaOH a 10%. A solução foi agitada durante 30 minutos e, em seguida, 40% de TiCl₄ foram adicionados a uma taxa de 1,9 g/min. O pH foi mantido a 1,5 pela adição de HCl a 35%.

[119] No tom perolado desejado, o reator foi arrefecido até 30°C e o pH foi elevado para 6,0 com NaOH a 35%. Em seguida, 25 g de 20% de Na₂Al₂O₄ foram adicionados a uma taxa de 0,5 g/min, enquanto o pH foi mantido a 6,0 pela adição de 25% de H₂SO₄. Após a adição estar completa, a pasta foi aquecida até 82°C. O pH da pasta foi ajustado para 3,2 com 39% de FeCl₃ e o FeCl₃ foi adicionado a uma taxa de 1,3 g/min. O pH foi mantido a 3,2 pela adição de NaOH a 35%.

[120] Na tonalidade desejada, 55 mL da pasta foram filtrados e o bolo de prensa foi lavado com água e calcinado a 850°C durante 20 minutos. A amostra foi extraída para a medição de cor. O matiz resultante foi de 48 e o croma foi de 79. A % de Al_2O_3 em peso com base no peso total do revestimento óptico calcinado nos pigmentos de efeito do Exemplo 10 foi de 2%.

Exemplo Comparativo 11

Mica revestida com Fe_2O_3

[121] Uma pasta aquosa contendo 16% de 160g de flocos de mica (tamanho médio de partícula de cerca de 20 μm) foi aquecida a 76°C e agitada. O pH da pasta foi ajustado para 3,3 com HCl a 28%. Em seguida, 39% de FeCl_3 foram adicionados a uma taxa de 1,3 g/min, enquanto o pH foi mantido a 3,3 pela adição de NaOH a 35%. Nenhum precursor Al_2O_3 ou SnO_2 foi utilizado.

[122] Na tonalidade desejada, 55 mL da pasta foram filtrados e o bolo de prensa foi lavado com água e calcinado a 850°C durante 20 minutos. A amostra comparativa foi extraída para a medição de cor. O matiz resultante foi de 53,9 e o croma foi de 66.

Exemplo 12:

[123] Uma pasta aquosa contendo 10% de 100g de flocos de mica (tamanho médio de partícula de cerca de 10 μm) foi aquecida a 82°C e agitada. O pH da pasta foi ajustado para 3,2 com HCl a 28%. Em seguida, 39% de FeCl_3 foram adicionados a uma taxa de 3,2 g/min, enquanto o pH foi mantido a 3,2 pela adição de NaOH a 35%.

[124] No tom bronze desejado, o pH da pasta foi elevado para 6,0 com NaOH a 35%, e a pasta foi arrefecida a 30°C. Em seguida, 25 g de 20% de $\text{Na}_2\text{Al}_2\text{O}_4$ foram adicionados a uma taxa de 1,5 g/min enquanto o pH foi mantido a 6,0 por adição de 25% de H_2SO_4 . Após a adição estar completa, o pH da pasta foi ajustado para 3,2 com HCl a 28%, e a pasta foi aquecida a

82°C. 39% de FeCl_3 foram adicionados a uma taxa de 2,3 g/min enquanto o pH foi mantido a 3,2 por adição de 35% de NaOH.

[125] Na tonalidade desejada, 55 mL da pasta foram filtrados e o bolo de prensa foi lavado com água e calcinado a 850°C durante 20 minutos. A amostra foi extraída para a medição de cor. O matiz resultante foi de 59,3 e o croma foi de 78,2. A % de Al_2O_3 com base no peso total do revestimento óptico calcinado nos pigmentos de efeito do Exemplo 11 foi de 3%.

Exemplo Comparativo 13

[126] Uma pasta aquosa contendo 20% de 400g de flocos de mica (tamanho médio de partícula de cerca de 10 μm) foi aquecida a 76°C e agitada. O pH da pasta foi ajustado para 3,3 com HCl a 28%. Em seguida, 39% de FeCl_3 foram adicionados a uma taxa de 3,2 g/min, enquanto o pH foi mantido a 3,3 pela adição de NaOH a 35%. Nenhum precursor Al_2O_3 ou SnO_2 foi utilizado.

[127] Na tonalidade desejada, 55 mL da pasta foram filtrados e o bolo de prensa foi lavado com água e calcinado a 850°C durante 20 minutos. A amostra comparativa foi extraída para a medição de cor. O matiz resultante foi de 59,9 e o croma foi de 53,4.

[128] Cada um dos exemplos 8, 9 e 10-12 incluíram Fe_2O_3 como as camadas de alto índice de refração no revestimento óptico. O Exemplo 10 incluiu rutilo de TiO_2 e Fe_2O_3 como os materiais de alto índice de refração no revestimento óptico. A Tabela 2 ilustra o terceiro material difundido utilizado (se houver), a percentagem em peso do terceiro material difundido, o tamanho do substrato de partícula, o matiz e o croma para cada um dos Exemplos 8, 9, 10, e 11, e Exemplos Comparativos 10 e 12 após a calcinação a 850°C.

Exemplo 14

[129] Uma pasta aquosa contendo 10% de 100g de flocos de mica (tamanho médio de partícula de cerca de 10 μm) foi aquecida a 82°C e agitada. O pH da pasta foi ajustado para 3,2 com HCl a 28%. Em seguida,

39% de FeCl_3 foram adicionados a uma taxa de 3,2 g/min, enquanto o pH foi mantido a 3,2 pela adição de NaOH a 35%.

[130] No tom bronze desejado, o pH da pasta foi elevado para 7,8 com NaOH a 35%. Em seguida, 60 g de 20% de Na_2SiO_3 foram adicionados a uma taxa de 0,5 g/min, enquanto o pH foi mantido a 7,8 pela adição de HCl a 28%. Depois da adição estar completa, o pH da pasta foi ajustado para 3,2 com NaOH a 28%. 39% de FeCl_3 foram adicionados a uma taxa de 2,0 g/min, enquanto o pH foi mantido a 3,2 pela adição de NaOH a 35%.

[131] Na tonalidade desejada, 55 mL da pasta foram filtrados e o bolo de prensa foi lavado com água e calcinado a 850°C durante 20 minutos. A amostra foi extraída para a medição de cor. O matiz resultante foi de 60,23 e o croma foi de 76,82. A % de SiO_2 em peso com base no peso total do revestimento óptico calcinado nos pigmentos de efeito foi de 2,2%

TABELA 2

Amostra	Terceiro material difundido	Como % em peso de revestimento óptico total	Substrato Tamanho de partícula (μm)	Matiz após 850°C	Croma, após 850°C
Exemplo 8	Al_2O_3	4	20	49,7	87,8
Exemplo 9	SnO_2	6	20	52,7	96
Exemplo 10	Al_2O_3	2	20	48	79
Exemplo Comp. 11	Nenhum	0	20	53,9	66
Exemplo 12	Al_2O_3	3	10	59,3	78,2
Exemplo Comp. 13	Nenhum	0	10	59,9	53,4
Exemplo 14	SiO_2	2,2	10	60,23	76,82

[132] Comparando os Exemplos 8, 9, 10, 12 e 14 com os Exemplos Comparativos 11 e 13, pode-se concluir que a hematita (Fe_2O_3) ou a hematita e o dióxido de titânio rutilo (TiO_2) com Al_2O_3 SnO_2 ou SiO_2 como terceiros materiais difundidos aumentam significativamente o croma do pigmento resultante. Como tal, o método aqui divulgado pode ser utilizado para aumentar o croma a um certo matiz de um pigmento de efeito. A partir destes resultados, pode-se também concluir que o tamanho do substrato subjacente não afeta prejudicialmente a intensificação no croma.

Exemplo 15

[133] Uma pasta aquosa de 11,5% contendo 230g de flocos de vidro

(tamanho médio de partícula de cerca de 45 microns), foi aquecida a 80°C e agitada. O pH da pasta foi ajustado para 1,4 com 28% de HCl, e 20% de SnCl₄·5H₂O foram adicionados a uma velocidade de 2,2 g/min. O pH foi mantido a 2,2 pela adição de NaOH a 35%. A solução foi agitada durante 30 minutos e, em seguida, 40% de TiCl₄ foram adicionados a um pH de 1,4. O pH foi mantido a 2,2 pela adição de HCl a 35%.

[134] No tom perolado desejado, o pH foi elevado para 3,2 com NaOH a 35%. 39% de FeCl₃ foram adicionados a 1,1 g/min e o pH foi mantido a 3,2 com NaOH a 35%. No tom bronze desejado, o pH foi reduzido para 1,4 com HCl a 28% e 80g de 20% SnCl₄·5H₂O foram adicionados a 2,2 g/min enquanto o pH foi mantido a 1,4 com NaOH a 35%. Depois da adição estar completa, o pH da pasta foi ajustado para 3,2 com NaOH a 35%. 39% de FeCl₃ foram adicionados a uma taxa de 1,1 g/min, enquanto o pH foi mantido a 3,2 pela adição de NaOH a 35%.

[135] Na tonalidade desejada, 55 mL da pasta foram filtrados e o bolo de prensa foi lavado com água e calcinado a 625°C durante 20 minutos. A amostra foi extraída para a medição de cor. O matiz resultante foi de 65 e o croma foi de 67.

[136] A % de terceiro material difundido de SnO₂ em peso com base no peso total do revestimento óptico calcinado nos pigmentos de efeito do Exemplo 14 foi de 7%. O peso total do revestimento óptico calcinado neste Exemplo incluiu 77% de Fe₂O₃, 14% de SnO₂ (7% de SnO₂ como diretor rutilo e 7% como terceiro material difundido), e 9% de TiO₂.

Exemplo 16

[137] Uma pasta aquosa contendo 10% de 200g de flocos de mica (tamanho médio de partícula de cerca de 10 µm) foi aquecida a 76°C e agitada. O pH da pasta foi ajustado para 3,2 com HCl a 28%. Em seguida, 39% de FeCl₃ foram adicionados a uma taxa de 3,2 g/min, enquanto o pH foi mantido a 3,2 pela adição de NaOH a 35%.

[138] No tom bronze desejado, o pH da pasta foi elevado para 7,8 com NaOH a 35%. Em seguida, 60 g de 20% de Na_2SiO_3 foram adicionados a uma taxa de 0,5 g/min, enquanto o pH foi mantido a 7,8 pela adição de HCl a 28%. Depois da adição estar completa, o pH da pasta foi ajustado para 3,2 com NaOH a 28%. 100 g de 39% FeCl_3 foram adicionados a uma taxa de 2,0 g/min, enquanto o pH foi mantido a 3,2 pela adição de NaOH a 35%.

[139] Na tonalidade desejada, 55 mL da pasta foram filtrados e o bolo de prensa foi lavado com água e calcinado a 850°C durante 20 minutos. A amostra foi extraída para a medição de cor. O matiz resultante foi de 68,34 e o croma foi de 48. A % de SiO_2 em peso com base no peso total do revestimento óptico calcinado nos pigmentos de efeito foi de 6,5%

Exemplo Comparativo 17

[140] Uma pasta aquosa contendo 5% de 100g de flocos de mica (tamanho médio de partícula de cerca de 10 μm) foi aquecida a 82°C e agitada. O pH da pasta foi ajustado para 3,2 com HCl a 28%. Em seguida, 39% de FeCl_3 foram adicionados a uma taxa de 3,2 g/min, enquanto o pH foi mantido a 3,2 pela adição de NaOH a 35%

[141] No tom bronze desejado, o pH da pasta foi elevado para 7,8 com NaOH a 35%. Em seguida, 702g de 20% Na_2SiO_3 foram adicionados a uma taxa de 0,5 g/min, enquanto o pH foi mantido a 7,8 pela adição de HCl a 28%. 300 g de 39% de FeCl_3 foram adicionados a uma taxa de 1,0 g/min, enquanto o pH foi mantido a 3,2 pela adição de NaOH a 35%.

[142] Na tonalidade desejada, 55 mL da pasta foram filtrados e o bolo de prensa foi lavado com água e calcinado a 850°C durante 20 minutos. A amostra foi extraída para a medição de cor. O matiz resultante era de 68,95 e o croma foi 47,45. A % de SiO_2 em peso com base no peso total do revestimento óptico calcinado nos pigmentos de efeito foi de 25,4%

[143] Comparar o exemplo 16 com o exemplo comparativo 17 mostra que existe uma progressão mais rápida da cor utilizando o presente

processo. Note que o exemplo 16 mostra que 60g de SiO₂ e 100 g de cloreto férrico são necessárias para atingir um matiz de 68 em 200 g de mica, enquanto que em uma pilha multicamada típica, 700 g de SiO₂ e 300 g de cloreto férrico em 100g de mica são necessários para atingir o mesmo matiz.

[144] Referência ao longo do relatório descritivo a "um exemplo", "um outro exemplo", "um exemplo", "uma modalidade", e assim por diante, significa que um elemento particular (por exemplo, recurso, estrutura, e/ou característica) descrito em ligação com o exemplo/modalidade está incluído em pelo menos um exemplo/modalidade aqui descritos, e pode ou não estar presente em outros exemplos/modalidades. Além disso, é para ser entendido que os elementos descritos para qualquer exemplo/modalidade podem ser combinados de qualquer modo adequado nos vários exemplos/modalidades, a menos que o contexto dite claramente o contrário.

[145] É para ser entendido que as variações aqui proporcionadas incluem a variação especificada e qualquer valor ou subintervalo dentro da variação indicada. Por exemplo, uma variação de cerca de 10 nm a cerca de 700 nm, deve ser interpretado para incluir não apenas os limites expressamente recitados de cerca de 10 nm a cerca de 700 nm, mas também incluir valores individuais, tais como 11 nm, 125 nm, 404,5 nm, etc, e subintervalos, tais como de cerca de 15 nm a cerca de 400 nm, de cerca de 30 nm a cerca de 375 nm, etc. Além disso, quando "cerca de" é utilizado para descrever um valor, este destina-se a englobar as variações menores (até/-10%) a partir do valor indicado.

[146] Embora vários exemplos tenham sido descritos em detalhes, é para ser entendido que os exemplos descritos podem ser modificados. Portanto, a descrição anterior deve ser considerada não limitativa.

REIVINDICAÇÕES

1. Pigmento de efeito, caracterizado pelo fato de que compreende:

uma plaqueta revestida com

um revestimento óptico e o revestimento óptico compreende:

uma primeira camada de alto índice de refração

uma segunda camada de alto índice de refração formada sobre a primeira camada de alto índice de refração; e

um terceiro material difundido

em que

a primeira camada de alto índice de refração está adjacente e em contato com a segunda camada de alto índice de refração;

o terceiro material difundido está difundido 100% em uma ou ambas a primeira e a segunda camadas de alto índice de refração ou

o terceiro material difundido está parcialmente difundido em uma ou ambas, a primeira e a segunda camadas de alto índice de refração, inclui bolsas descontínuas isoladas do terceiro material difundido entre a primeira e a segunda camadas de alto índice de refração e não forma uma camada separada que se estende continuamente entre a primeira camada de alto índice de refração e a segunda camada de alto índice de refração;

em que a primeira e a segunda camadas de alto índice de refração são formadas a partir de materiais tendo um índice de refração $> 1,65$;

o terceiro material difundido é SiO_2 ou um óxido metálico;

e o terceiro material difundido é diferente da primeira e da segunda camadas de alto índice de refração.

2. Pigmento de efeito de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que a primeiras e a segunda camadas de alto índice de refração são selecionadas a partir do grupo que consiste em SnO_2 , TiO_2 ,

Cr₂O₃, ZnO, ZrO₂, Fe₂O₃, Fe₃O₄, óxidos de cobre, óxidos de cobalto, óxidos de manganês, alumina e suas misturas.

3. Pigmento de efeito de acordo com a reivindicação 1 ou 2, caracterizado pelo fato de que o terceiro material difundido é selecionado a partir do grupo que consiste em Al₂O₃, SnO₂, SiO₂, óxidos de cobalto, óxido de magnésio, óxido de manganês, óxidos de cobre, Fe₂O₃, Fe₃O₄, B₂O₃, TiO₂, Cr₂O₃, ZnO, ZrO₂, e suas misturas;

4. Pigmento de efeito de acordo com a reivindicação 3, caracterizado pelo fato de que o terceiro material difundido é selecionado a partir do grupo que consiste em Al₂O₃, SnO₂, SiO₂ e suas misturas.

5. Pigmento de efeito de acordo com qualquer uma das reivindicações 2 a 4, caracterizado pelo fato de que a primeira e a segunda camadas de alto índice de refração são selecionadas a partir do grupo consistindo de TiO₂, Fe₂O₃ e suas misturas.

6. Pigmento de efeito de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 5, caracterizado pelo fato de que a difusão do terceiro material difundido é determinada por Micrografia Eletrônica de Transmissão de Alta Resolução (ampliação TEM 200000) e/ou de Espectroscopia de Energia Dispersiva de Raios-X (EDXS) de uma seção transversal do pigmento de efeito calcinado.

7. Pigmento de efeito de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que, se a primeira e a segunda camadas de alto índice de refração são TiO₂ e o terceiro material difundido é SiO₂, então a primeira e a segunda camadas de TiO₂ de alto índice de refração são rutilo de TiO₂.

8. Pigmento de efeito de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que o revestimento óptico compreende pelo menos:

Fe₂O₃/alcance de difusão entre 100 % a difusão parcial Al₂O₃/Fe₂O₃;

Fe_2O_3 / alcance de difusão de 100 % para difusão parcial SnO_2 / Fe_2O_3 ;

Fe_2O_3 / alcance de difusão entre 100 % a difusão parcial SiO_2 / Fe_2O_3 ;

TiO_2 (rutilo ou anátase)/alcance de difusão entre 100 % a difusão parcial Al_2O_3 / Fe_2O_3 ;

Fe_2O_3 /alcance de difusão entre 100 % a difusão parcial Al_2O_3 / TiO_2 (rutilo ou anátase);

Fe_2O_3 /alcance de difusão de 100 % para difusão parcial SnO_2 / TiO_2 (rutilo ou anátase);

TiO_2 (rutilo ou anátase)/alcance de difusão entre 100 % a difusão parcial SnO_2 / Fe_2O_3 ;

Fe_2O_3 /alcance de difusão entre 100 % a difusão parcial SiO_2 / TiO_2 (rutilo ou anátase);

TiO_2 (rutilo ou anátase)/alcance de difusão entre 100 % a difusão parcial SiO_2 / Fe_2O_3 ;

Rutilo TiO_2 / alcance de difusão entre 100 % a difusão parcial SiO_2 /Rutilo TiO_2 ;

TiO_2 (rutilo ou anátase)/alcance de difusão entre 100 % a difusão parcial SnO_2 / TiO_2 (rutilo ou anátase);

ou

TiO_2 (rutilo ou anátase)/alcance de difusão entre 100 % a difusão parcial Al_2O_3 / TiO_2 (rutilo ou anátase).

9. Pigmento de efeito de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 8, caracterizado pelo fato de que a plaqueta é selecionada dentre o grupo consistindo em óxido de alumínio, vidro lamelar, perlita, alumínio, mica natural, mica sintética, oxicloreto de bismuto, óxido de ferro lamelar, grafite lamelar, sílica lamelar, bronze, aço inoxidável, pérola natural, nitreto de boro, floco de cobre, floco de liga de cobre, flocos de zinco, liga de

zinco floco, óxido de zinco, esmalte, porcelana argila, porcelana, óxido de titânio, dióxido de titânio, titânio lamelar substituído, zeólitos, talco, caulino, flocos de cerâmica sintéticos e suas combinações.

10. Pigmento de efeito de acordo com a reivindicação 9, caracterizado pelo fato de que a plaqueta é selecionada a partir do grupo que consiste em micas naturais e sintéticas, talco, caulino, óxidos de ferro, oxiclreto de bismuto, flocos de vidro, SiO_2 , Al_2O_3 , flocos de cerâmica sintética, alumínio e grafite.

11. Pigmento de efeito de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 10, caracterizado pelo fato de que o terceiro material difundido está presente no revestimento óptico em uma quantidade que varia desde 0,5% em peso a 11% em peso, e % em peso é baseada no peso total do revestimento óptico após calcinação.

12. Pigmento de efeito de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 11, caracterizado pelo fato de que uma espessura física total, após calcinação do revestimento óptico varia de 10 nm a 700 nm.

13. Pigmento de efeito de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 12, caracterizado pelo fato de que o diâmetro das plaquetas varia de 1 μm (mícron) de 1 mm (milímetro).

14. Pigmento de efeito de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que o revestimento óptico compreende:

uma primeira camada de TiO_2 ;

uma segunda camada de TiO_2 formada sobre a primeira camada de TiO_2 ;

e

um terceiro material difundido é SiO_2 .

15. Pigmento de efeito de acordo com a reivindicação 14, caracterizado pelo fato de que o pigmento de efeito opticamente revestido é calcinado e a difusão do SiO_2 é determinada por Micrografia Eletrônica de

Transmissão de Alta Resolução (ampliação TEM 200000) e/ou Espectroscopia de Energia Dispersiva de Raios-X (EDXS) de uma seção transversal do pigmento de efeito calcinado.

16. Pigmento de efeito de acordo com a reivindicação 14, caracterizado pelo fato de que a primeira e a segunda camadas de TiO_2 são rutilo TiO_2 .

17. Método para produção de um pigmento de efeito como definido em qualquer uma das reivindicações 1 a 16, caracterizado pelo fato de que compreende:

o revestimento de uma plaqueta com um revestimento óptico compreendendo as etapas de:

deposição de uma primeira camada de alto índice de refração na plaqueta;

deposição de uma segunda camada de alto índice de refração;

e

e deposição de um terceiro material difundido subsequente para depositar a primeira camada de alto índice de refração e antes de depositar a segunda camada de alto índice de refração

ou

codeposição do terceiro material difundido durante a deposição ou a primeira camada de alto índice de refração ou a segunda camada de alto índice de refração e o terceiro material difundido depositado está difundido 100% em uma ou em ambas a primeira camada de alto índice de refração e a segunda camada de alto índice de refração, ou

o terceiro material difundido está parcialmente difundido em uma ou ambas, a primeira e a segunda camadas de alto índice de refração, inclui bolsas descontínuas isoladas do terceiro material difundido entre a primeira e a segunda camadas de alto índice de refração e não forma uma camada separada que se estende continuamente entre a primeira camada de

alto índice de refração e a segunda camada de alto índice de refração, com a condição de que o terceiro material difundido é diferente do que a primeira e a segunda camadas de alto índice de refração.

18. Método de acordo com a reivindicação 17, caracterizado pelo fato de que o pigmento de efeito opticamente revestido é calcinado e a difusão do terceiro material difundido é determinada por Micrografia de Transmissão de Alta Resolução (ampliação TEM 200000) e/ou Espectroscopia de Energia Dispersiva de Raios-X (EDXS) de uma seção transversal do efeito do pigmento calcinado.

19. Método de acordo com a reivindicação 18, caracterizado pelo fato que a deposição ocorre por meio de deposição de vapor químico, precipitação ou coprecipitação.

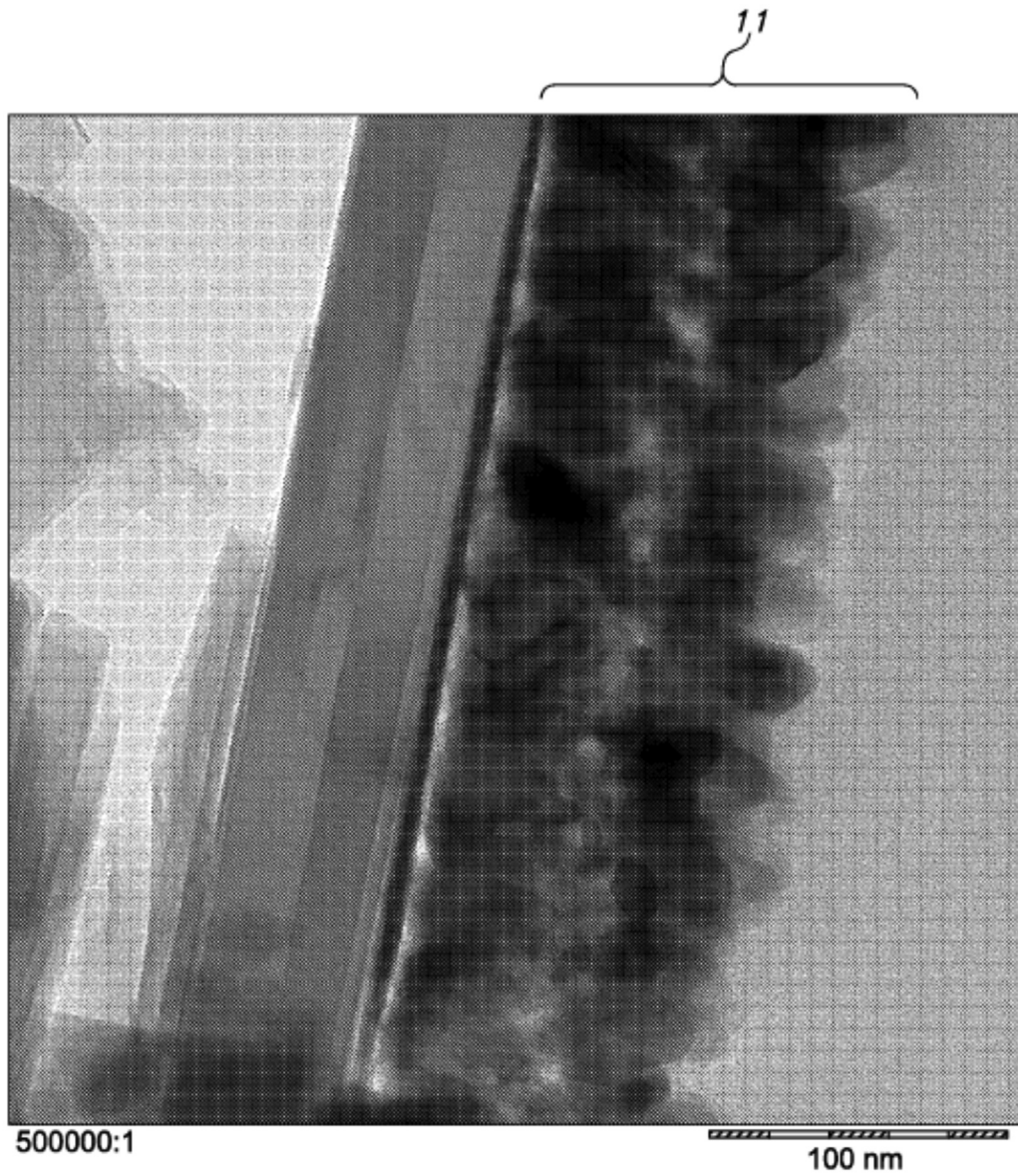


FIG. 1A

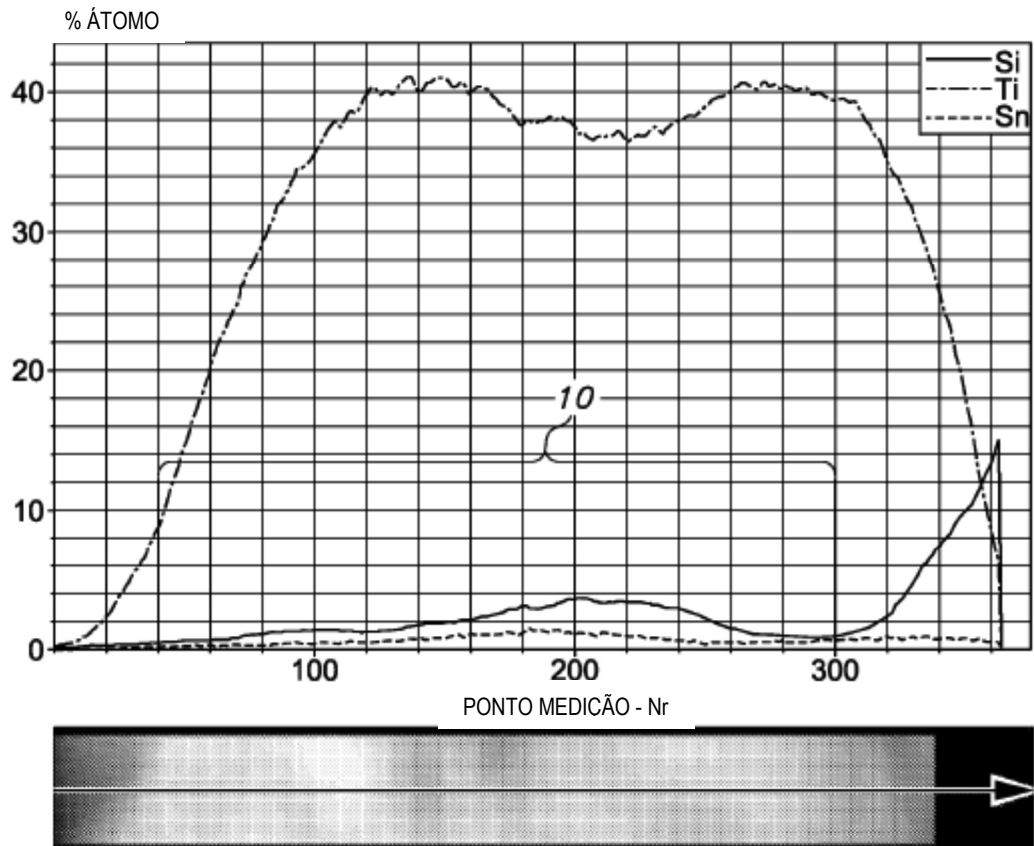


FIG. 1B

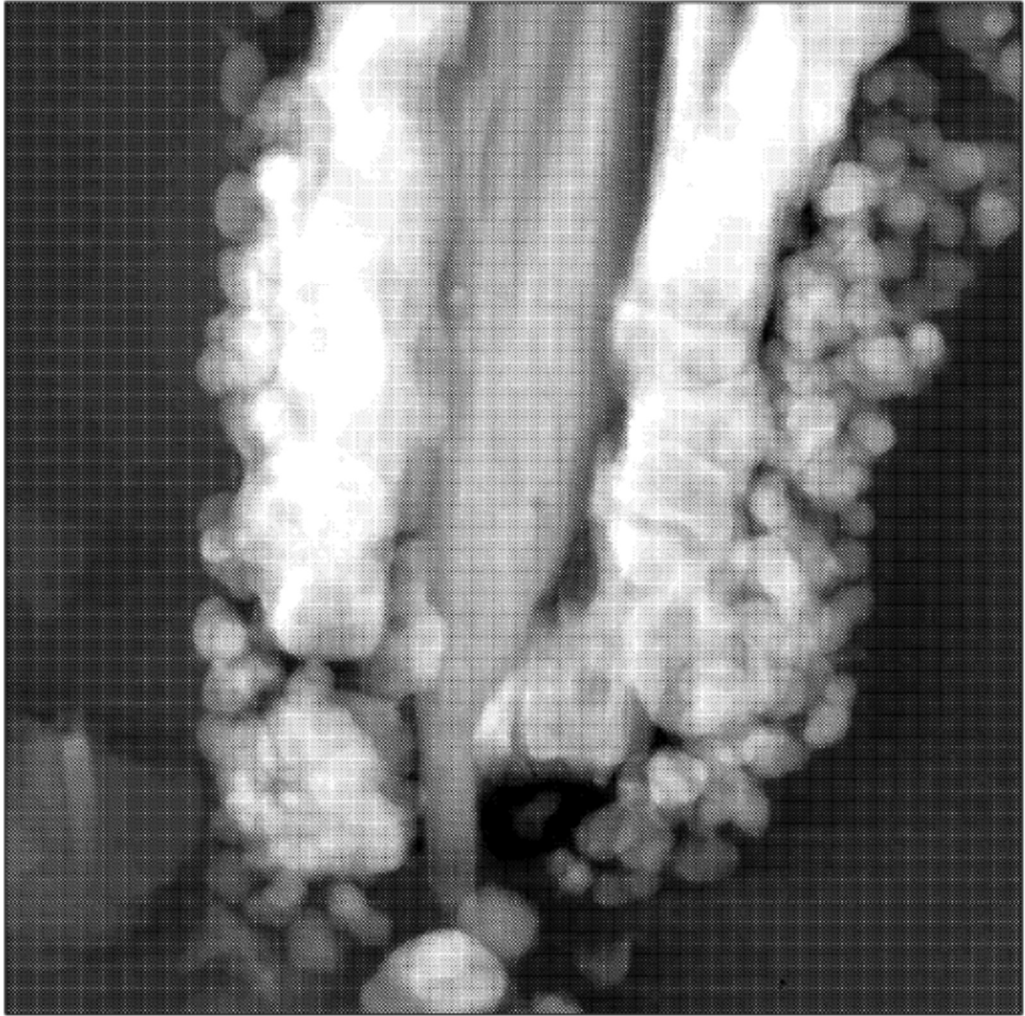


FIG. 2A

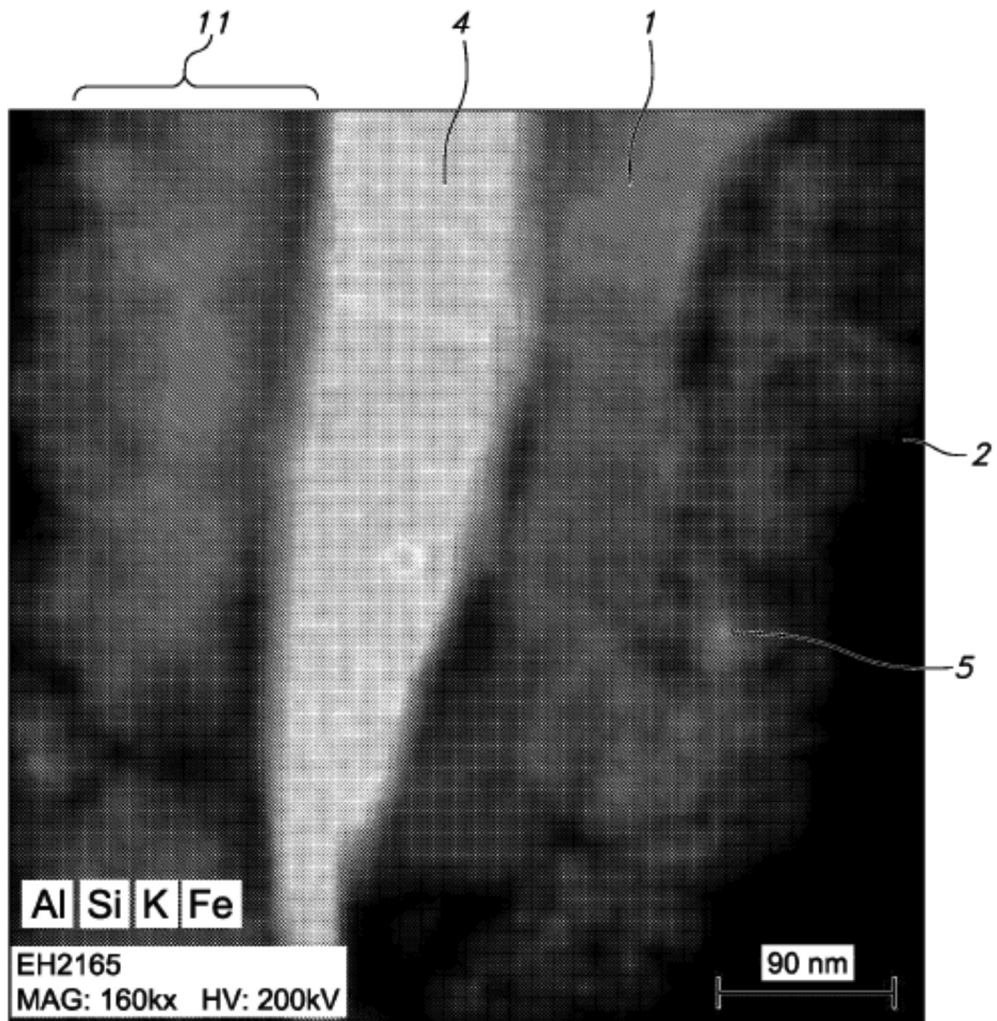


FIG. 2B

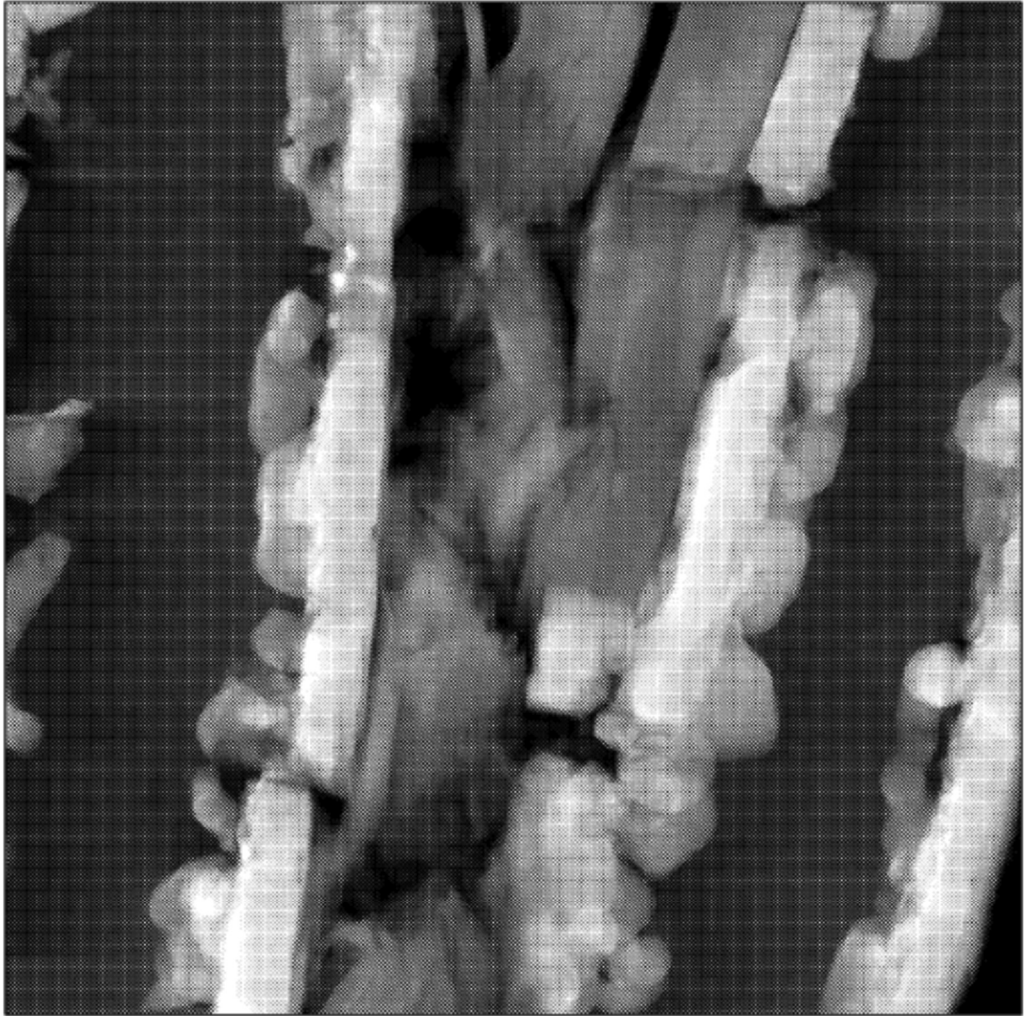


FIG. 3A

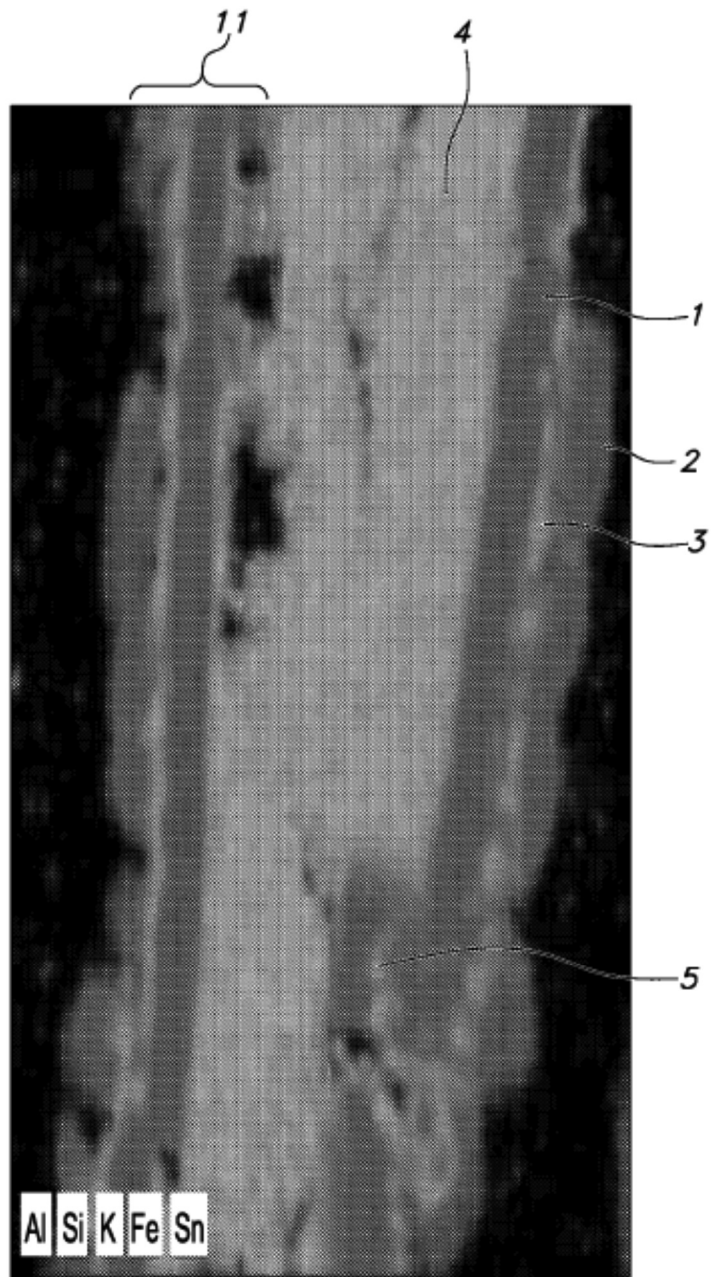
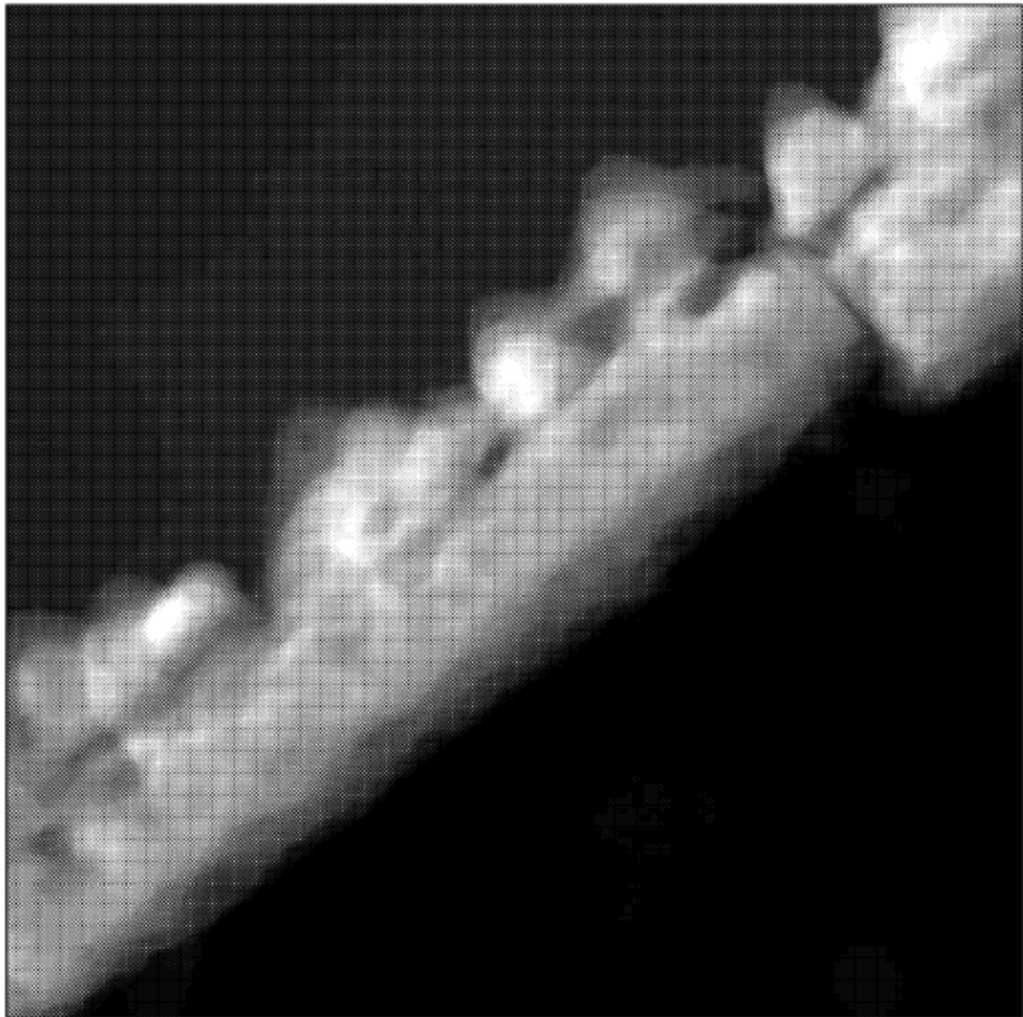


FIG. 3B



100 nm

FIG. 4A

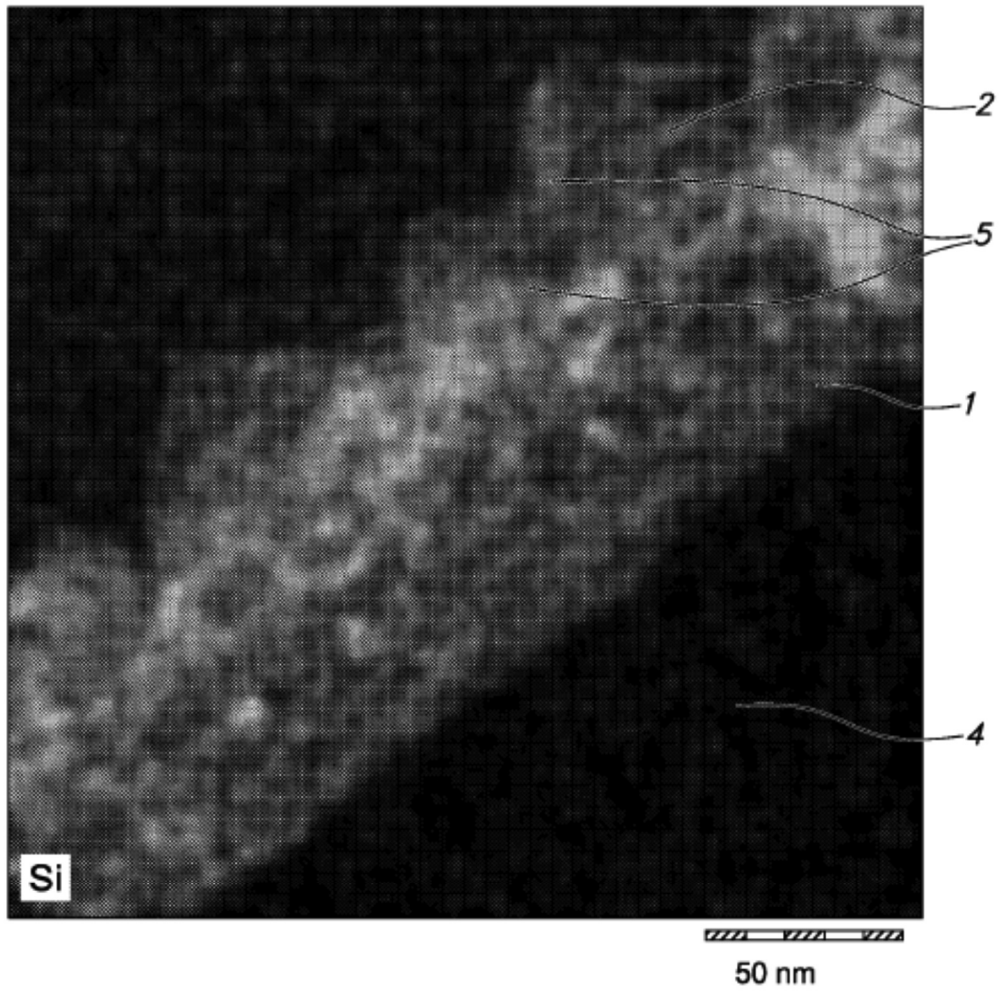


FIG. 4B

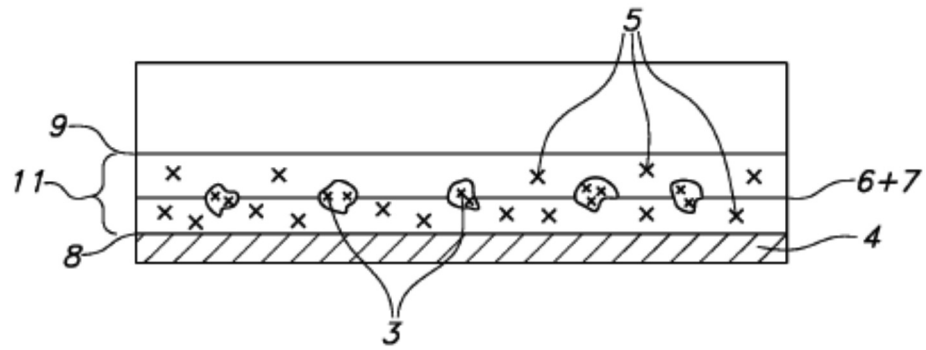


FIG. 5A

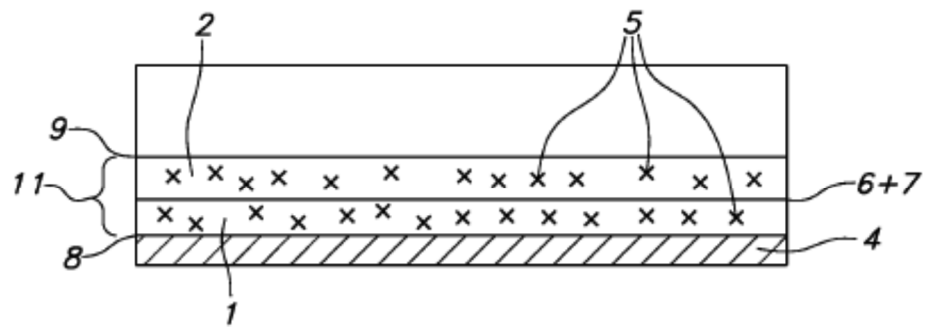


FIG. 5B