

300249

公告本

申請日期	84. 7. 8
案號	84107069
類別	CI

A4
C4

300249

(以上各欄由本局填註)

發明專利說明書

一、發明 名稱	中 文	有色的鋁顏料，其製備方法和應用
	英 文	Coloured aluminium pigments, process for the production thereof and use thereof
二、發明人 創作	姓 名	(1) 渥夫甘·萊瑟 (2) 丹尼色·梅巴列克
	國 籍	德 國
三、申請人	住、居所	(1) 德國 91220 史奈塔赫，漢能路 10 號 (2) 德國 91257 布痕巴赫，市場街 49 號
	姓 名 (名稱)	(1) 艾卡特標準黃銅粉末廠卡爾艾卡特有限公司
	國 籍	德 國
	住、居所 (事務所)	德國 90763 弗耳思，凱薩街 30 號
	代 表 人 姓 名	(1) 郡特·波拉赫 (2) 布魯諾·達赫勞特

裝

訂

線

300249

(由本局填寫)

承辦人代碼：
大類：
I P C 分類：

A6

B6

本案已向：

德 國 (地 區) 申請專利，申請日期：1995.1.18. 案號：19501307-7，☐有 ☒無主張優先權

有關微生物已寄存於：

，寄存日期：

，寄存號碼：

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁各欄)

裝

訂

線

經濟部中央標準局員工消費合作社印製

五、發明說明 ()

本發明係關於有色的鋁顏料，其製備方法和應用。

鋁顏料可廣泛地應用於塗裝作為特殊效果顏料。此處所使用特殊效果顏料一詞代表在大致為平坦結構之定向、金屬或高度光折射粒子上有定向反射的顏料（德國標準 DIN 55944）。它們的結構通常為平板狀或薄片狀，並且它們與染料比較，粒子直徑相當的大。它們的光學性質可由反射及干擾來決定。特殊效果顏料是呈現金屬光澤、珍珠光澤、干擾或干擾折射係取決定透明性、吸收性、單層或多層結構。主要的應用領域在於化妝品、汽車及塑料、塗料、皮革塗層的著色，以及印刷業與陶瓷業（有關於技術背景的說明可參考 W. Ostertag, Nachr. Chem. Techn. Lab. 1994, 9, 849）。

最常使用的特殊效果顏料為鋁薄片及已塗層雲母薄片，其中鋁薄片呈現典型的金屬光澤，已塗層雲母薄片則呈現典型的珍珠光澤。

近幾年對有色特殊效果顏料的需求大增。因此，例如被氧化物覆蓋之銅及黃銅薄片，經過渡金屬氧化物塗層的基質如白雲母（muscovite）、金雲母（phlogopite）或玻璃，鳥嘌呤單晶， BiOCl 單晶，薄片狀蘇木精（haematite）單晶，薄片狀酞花青（phthalocyanines）或具有費勃萊－斐洛特（Fobry-Perot）結構的碎化薄多層膜均被用為特殊效果顏料。

為獲得著色效果，鋁顏料亦可與透明的染料混合。然

五、發明說明(二)

而可選擇的著色法至今仍然有限，因為並無法以此方式來獲得干擾效果，因此顏料並未具有珍珠光澤。然而，因為透明度的關係，以已塗層雲母薄片為主且具珍珠光澤的干擾顏料的覆(蓋)能力較鋁顏料為差。因此，有人嘗試藉由將鋁顏料著色以製備具有鋁薄片良好覆蓋能加及干擾顏料之著色選擇的顏料。

美國專利 4328042 號及歐洲專利 0033457 號說明了藉由氧化鐵的澱積來製備金色鋁顏料，其中五銹鐵在鋁薄片的流體化床上被氧所氧化，流體化床係以鈍氣流體化而形成。該程序的缺點是技術費用相當的高。

美國專利 5037475 號說明了藉由將有色顏料固定於金屬表面而著色的鋁顏料的製備。有色顏料係藉由帶有羧基之聚合物來固定。可藉由聚合來應用保護層以改善黏著度。然而，以這種方式製備之顏料的色彩強度相當的低。

WO 91/04293(PCT/US90/05236) 說明了藉由靜電力將經聚合物塗層的有色顏料從水溶劑中固定於金屬表面而將鋁顏料著色。在這種狀況下，塗層結果決定於鋁顏料的類型，有色顏料上聚合物塗層之性質，溶劑組成以及 pH 值。

歐洲專利 0328906 號揭示了二氧化鈦塗層之金屬顏料，特別是鋁顏料，其係於懸浮於有機介質上之金屬薄片的存在下，pH 值從 4 至 8，藉由水解鈦酸塩化合物，例如四異丙氧鈦而製備。不同的色調可藉由相同方法，但改變二氧化鈦層的厚度而獲得。維持特定狀況對製備塗層顏料是

五、發明說明 (3)

很重要的。pH值必須介於4至8的範圍內，添加鈦酸塩的下降速度必須介於 1.0×10^{-7} 至 1.0×10^{-4} 莫耳每分鐘每平方公尺金屬表面積之間。因此，該方法並無法應用於大技術規模。除此之外，塗層顏料在乾燥過程後必鍛燒以獲得著色效果，因為適當的層狀結構僅在由金屬氧化物層去除水之後才能形成。然而，因為鋁的熔點很低，鍛燒過程在涉及塗層鋁顏料時，必須花費相當大的工夫才能完成。

美國專利4978349號說明了以化學蒸汽澱積法(CVD)來製備塗層有二氧化鈦的鋁顏料，其中低濃度的四氯化鈦於熱鋁粒子的存在下，與流體化床中的水蒸汽反應。該方法的缺點亦在於技術費手昂貴。

美國專利4158074號揭示了藉由塗上一層包含水合氧化鋁及水合金屬氧化物的膜來製備有色鋁顏料。膜的製備情況為：在昇高的溫度及8到12的pH值下，於鐵、鎳、鈷、鋅或銅塩的鹼性溶液下，藉由金屬塩的電化學反應來處理細鋁薄片或鋁板。以這種方式可能製備出金色顏料，並且藉由添加螯合劑，可製備黑棕色及灰白色顏料。

美國專5261955號說明了一種製備有色金屬顏料的溶膠法，其中金屬薄片或金屬板係分散於如鹼性氧化鋁水溶劑的無機塩溶液中，以溶液塗層的薄片或板於無機化合物如有硝酸鈷於有機溶劑中的溶液中過濾後分散，並且藉由加熱可於薄片上形成溶膠層。該方法中每個步驟的數字都很大，這表示該方法亦需要很高的設備費用。

五、發明說明(4)

日本專利揭示了一種金色鋁顏料，其係以溶於酸溶液中的重鉻酸塩、氟化鈉及界面活性劑對鋁粉進行處理，接著乾燥並以脂肪酸衍生物處理而製備。以此方法並無法獲得金色以外的顏料。

德國特許申請案 (DE-OS) 4140295號說明了含有薄片或板狀載體物質 (較佳的為雲母) 的顏料，其係塗覆有一層含有次微米大小之金屬氧化物和 / 或固體粒子的無機基質。基質的塗覆於酸性懸浮水溶液之外進行，其係於金屬氧化物和 / 或固體粒子存在下，水解金屬塩，較佳地為四氯化鈦而完成塗覆。然而，應用此方法並無法對鋁薄片著色，因為在這種狀況下，鋁粒子迅速地分解。

美國專利 3067052號揭示了藉由以 KMnO_4 溶液氧化鋁粉，如果可能的話添加還原劑而製備有色鋁粒子。這些顏料為金色的，亦可能為綠色或紅色的，取決於所使用的還原劑。

基於上述原因，以雲母為基底製備有色顏料的方法並無法製備鋁顏料，但是對鋁顏料的需求仍舊很高，因為鋁顏料具備較高的塗覆能力及較佳的金屬光澤。然而習知對鋁顏料著色的方法僅能有少數幾種色調，主要是金色的，並且主要的設備是相當昂貴的。因此，目前對其他顏色的鋁顏料仍有需求，以及對以簡單的裝置製備上述有色鋁顏料之方法的需求。

本發明之目的在於提供這些顏料以及其製備方法。

五、發明說明(七)

本發明之目的可藉由提供包含薄片或層狀的鋁基質且這些鋁基質塗覆上一層含有色顏料之金屬氧化物層的鋁顏料而達成。本發明之顏料係由薄片狀的鋁基質來製備，其中金屬氧化物層並非藉由從水溶劑中沈澱金屬塩而製備，而是在含有機顏料之有機溶劑的存在下，藉由一次完成的溶膠法來控制金屬酸酯的水解而製備。本發明之鋁顏料呈現了許多不同的色調，例如藍色、紅色、紫紅色、金色以及金屬光澤。

在本發明之顏料中，有色顏料的量，相較於鋁基質，最好為5至40重量百分比，金屬氧化物的量，相較於鋁基質，為了至95重量百分比。

本發明的一個具體例為經由下列步驟所製備的有色鋁顏料：

- a) 將一種或多種有色顏料以一般方式研磨，
- b) 將經研磨的物質與鋁顏料以及一種或多種有機溶劑混合，
- c) 加入一種或多種金屬酸酯，
- d) 加入1至5倍的水，此數量為完全水解金屬酸酯所需之化學計量，
- e) 在反應終了時，以一般常見方式從混合物中去除揮發成份，以及
- f) 乾燥所獲得之顏料。

在較佳的具體例中，在步驟a)中的研磨過程進行時

五、發明說明(6)

，即已在有色顏料中加入一份金屬酸酯，並且此量的金屬酸酯在步驟(c)中被還原。

在另一具體例中，於步驟a)加入可促進顏料分散的常見添加劑。

除了顏料本身之外，本發明亦關於製備這些顏料的方法，包括上述的步驟a)到步驟f)。

在本發明之方法的一個具體例中，加熱步驟d)所獲得的反應混合物至介於40℃及步驟b)所加入溶劑的沸點之溫度間，並加入鹼性催化劑。

步驟f)的乾燥操作最好於真空中，溫度不超過200℃，更佳地不超過150℃，最佳地不超過100℃下進行，例如於90℃的真空乾燥室中進行。

可使用的有色顏料為傳統有機及無機有色顏料。最好是使用具有高透明度和耐色度的有色顏料。熟悉此門技術的人士可直接地由文獻(例如G. Buxbaum, 工業無機顏料VCH-Verlag, Weinheim, 1993及W. Herbst, K. Hunger, 工業有機顏料, VCH-Verlag, Weinheim, 1987)中找出，或者由製造商推薦。較佳的有色顏料如C.I.顏料藍15:3, C.I.顏料紅179, C.I.顏料紅101及C.I.顏料紅202。所使用的顏料可為單一類型或多種類型顏料的混合物，取決於本發明之鋁顏料所想要的色調。

有色顏料的研磨操作可依一般方式進行，例如於壓片機或於含有氧化鋁球的研磨機中進行。研磨操作可於部分

五、發明說明 (7)

的金屬酸酯中或於傳統溶劑，例如石油溶劑中進行。亦可能同時於研磨過程中使用石油溶劑或其他溶劑以及金屬酸酯。亦可能添加添加劑如 Byk-Chemie 的 Antitertra U 80，以改善顏料的分散能力。

步驟 C) 中適合的鋁顏料可為所有傳統上可用於裝飾塗裝的鋁顏料。較佳地可使用圓形鋁薄片或板（所謂的銀幣）。最佳者為 Eckart 2000 型系列的 Stapa Metallux。由於銀幣含有低擴散組成，因此可獲得特別明亮的著色效果。

步驟 b) 中所提及的溶劑為有機溶劑，較佳地為可與水混溶的溶劑。較佳地為醇類，如甲醇、乙醇、正丙醇、異丙醇、正丁醇、異丁醇及特丁醇，最佳地為異丙醇。

依據不同的需求亦可能於步驟 d) 之程序之後，反應結束之前，再次添加步驟 b) 中所使用的溶劑。所添加之總溶劑總量，相對於 100 克鋁基質，最好為 150 至 300 毫升。

適當之金屬酸酯係選自包括下列基團的群組：烷基及芳基醇化物，羧酸塩，由鈦、鋯、矽、鋁與礬之羧殘基或烷殘基取代之烷基醇化物或羧酸塩。較佳地為烷基及芳基醇化物，特別是 $C_1 - C_6$ 烷基醇化物如上述金屬之甲醇化物、乙醇化物、正丙醇化物、異丙醇化物、正丁醇化物、異丁醇化物及特丁醇化物。這些化合物的通式為 $M(OR)_Y$ ，其中 M 為鈦、鋯、鈮、矽、鋁或礬，R 為 $C_1 - C_6$ 烷基、

五、發明說明(8)

苯基、二甲苯基、甲苯基或經截甲苯基，以及Y為3或4。此類型之化合物亦可視為金屬酸之酯，例如鄰-硫酸、硼酸、氫氧化鋁、鈦酸或鋅酸酯。較佳地可使用三異丙酸鋁（鋁酸三異丙酯）、四異丙酸鈦（鈦酸四異丙酯）、聚合鈦酸正丁酯、四異丁酸鈦（鈦酸四異丁酯）、四異丙酸鋅（鋅酸四異丙酯）、鄰-硫酸四乙酯（鄰硫酸四乙酯）及硼酸三乙酯。亦可使用混合之醇化物，亦即並非所有的殘基OR均相同。

除此之外，亦可能使用上述金屬之乙醯丙酮酸酯，乙醯乙醯丙酮酸酯，兩者皆可能由烷基或烯基殘基所取代，或者使用上述金屬之乙醯丙酮酸酯。亦可使用混合的醇化物／乙醯丙酮酸酯，醇化物／乙醯乙醯丙酮酸酯或醇化物／乙酸乙醯酯，也就是說同時含有醇化物殘基與乙醯丙酮酸酯殘基、乙醯乙醯丙酮酸酯或乙酸乙醯酯殘基的金屬酸酯亦可適用。此類型金屬酸酯的較佳例子為乙醯丙酮酸鋅、鋁或鈦（ $Zr(acac)_4$ ， $Ti(acac)_4$ 或 $Al(acac)_3$ ）以及二異丁基油基乙醯乙醯鋁酸酯或二異丙基油基乙醯乙醯丙酮酸酯。除此之外，亦可能使用部分冷凝之不同金屬的金屬酸酯混合物，例如 Dynasil（來自Huls），一種鋁一矽金屬酸酯混合物。

相對於表面積約為4平方公尺²克（BET）的100克鋁基質，最好使用5至40克之有色顏料，更佳地為10至20克之有色顏料以及0.1至0.8莫耳，較佳地為0.5莫耳的金屬

五、發明說明(9)

酸酯。當使用超過 0.8 莫耳之金屬酸酯時，將會使得有色鋁顏料的光澤不佳並且顏料有聚集成塊的傾向。當使用少於 0.1 莫耳金屬酸酯時，被塗層顏料與水和酸間並不穩定並且無法使得有色顏料適當地附著於鋁顏料上。如果使用少於 5 克的有色顏料，所得到之著色效果將不足，如果使用超過 40 克之有色顏料，鋁顏料之金屬光澤將會被嚴重的覆蓋住。

本發明之方法的關鍵重點在於步驟 d) 所使用的水量，其為使金屬酸酯完全水解所需之量的 1 至 5 倍。過量的水會導致鋁顏料變灰色，因此應盡力去避免。相對於 1 莫耳四價金屬酯，例如鄰矽酸酯、鈦酸酯或鋇酸酯，可使用 4 至 20 莫耳的水，較佳地為 4.5 至 10 莫耳。因此，相對於 1 莫耳之三價金屬酯，例如硼酸酯或鋁酸酯，可使用 3 至 15 莫耳的水，較佳地為 3.1 至 8 莫耳。最好是使用已去除所有塩類的水。

反應係於室溫至溶劑沸點間的溫度下進行。溫度係決定於金屬酸酯的反應性並且依需要而調整。

特別地是在使用硫酸酯時，最好於步驟 d) 中添加鹼性催化劑。合適之鹼如胺，例如三乙胺、乙二胺或三丁胺，或者如經取代的胺，例如二甲基乙醇胺或甲氧基丙胺。除此之外，亦可添加具有自動催化作用的胺矽烷，例如 3-胺內基三甲氧基矽烷，N-胺乙基-3-胺丙基三甲氧基矽烷或 3, 4, 5-二氫咪唑-1-基-丙基三乙氧基

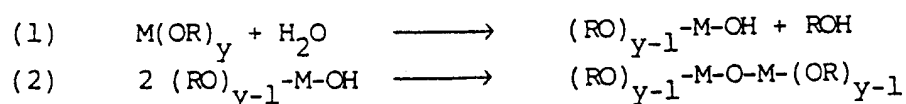
五、發明說明 (10)

砂烷。在一段時間後，可再次的添加鹼。

在反應終了之後，也就是說 0.5 至 10 小時之後，以一般常用方式，例如蒸餾或壓力法來除去反應混合物中的揮發組成。接著可於真空室中乾燥顏料。

有色顏料可進一步地進行如傳統鋁顏料所進行的處理。例如，在許多應用領域中，可藉由添加溶劑如煙、乙酸乙酯、甲氧基丙醇或丁基乙二醇來製備無壓漿糊。

本發明製備有色鋁顏料的方法係使金屬酯水解，接著冷凝，當金屬氧化物最後於溶膠程序中形成時，金屬氧化物以緻密塗層的形式凝積於鋁薄片上，並且同時使有色顏料固定於金屬表面上。水解／冷凝程序以高度複雜的方式來進行，反應鏈的開始可由下列醇化物－金屬酸酯的反應式來代表：



金屬氧化物層的功能之一為作為金屬顏料與有色顏料間的黏合劑。金屬氧化物層的另一功能為保護鋁顏料不受濕氣及化學物品的侵蝕。因此，本發明之有色鋁顏料可同時應用於例如傳統含溶劑之塗料和漆以及以水為主的塗料和漆。

本發明之新穎有色鋁顏料的明度相當的亮且因具備各種可能的色調而具有很廣的光譜。該顏料是高度穩定的。本發明之方法即使是在很大的技術規模下仍舊是易於執行

五、發明說明(11)

，而不需要昂貴的設備。顏料的煅燒並不需要，因為本發明之顏料在乾燥操作之後，即已呈現相當好的明度、顏色強度及安定度。

本發明之顏料可合宜地應用於塗料、漆、塑料、油墨及化妝品製劑，以提供特殊效果。

本發明將以下列之實施例做進一步描述。

實施例 1

將 15 克 C.I. 顏料 藍 15:3 分散並與 85 克矽酸四乙酯（來自 Wacker）於碾磨機（紅魔鬼，來自美國紐澤西州的 Union 公司）中，以 300 克之氧化鋁球（0.7 毫米直徑）一起研磨。於室溫下，將 100 克鋁顏料（Stapa Metallux 2154, BET 表面積 3.8 平方公尺² / 克，來自 Eckart 公司）及 208 毫升異丙醇加入上述分散液中，並攪拌混合 1 小時。接著加入含有 0.78 克乙二胺及 51.4 克已除去所有塩類之水的溶並於 80℃ 下加熱懸浮液。以 1 小時的間隔，加入兩次 0.78 克乙二胺和 51.4 克異丙醇。加熱混合物 6 小時。接著過濾產物並於 90℃，真空室中乾燥。可獲得具有金屬光澤，深藍色的鋁顏料。

實施例 2

將 15 克 C.I. 顏料 紅 179 與 56.7 克矽酸四乙酯，28.3 克石油溶劑及 5.7 克潤濕和分散添加劑（Antiterra U 80, 來自 Byk-Chemie）依照實施例 1 之程序進行研磨。將 100 克鋁顏料（Stapa Metallux 2154）和 208 毫升異丙醇加入混

五、發明說明 (12)

合物中。在室溫下攪拌 0.5 小時之後，加入 28.3 克矽酸四乙酯。半小時之後，加入含有 0.78 克乙二胺及 51.4 克已除去所有塩類的水的溶液並加熱至 80℃。每隔 1 小時，加入 0.78 克乙二胺及 51.4 克異丙醇，共添加兩次。在加熱 6 小時之後，過濾混合物並於 90℃，真空室中乾燥。所得到之產物為具有金屬光澤，暗紅色的鋁顏料。

實施例 3

將 15 克 C.I. 顏料藍 15:3 於 85 克石油溶劑中，依實施例 1 之方法壓碎。將 100 克鋁顏料 (Stapa Metallux 2154, 來自 Eckart) 和 208 毫升異丙醇加入上述混合物中混合。半小時之後，加入 85 克矽酸四乙酯。再半小時之後，加入含有 0.78 克乙二胺於 51.4 克已除去所有塩類之水中的溶液，接著加熱至 80℃。兩小時之後，加入 0.78 克乙二胺及 51.4 克異丙醇。加熱 6 小時之後，過濾混合物並於 90℃，真空室中乾燥。所獲得之產物為藍色，具金屬光澤的鋁顏料。

實施例 4

將 30 克 C.I. 顏料紅 101 至 70 克異丙醇中，依實施例 1 之方法研磨。接下來的程序如實施例 3 所示。所獲得之產物為具有金屬光澤的紅色鋁顏料。

實施例 5 至 8

在實施例 5 至 8 中，有色顏料的分散係依照實施例 3 所說明之方法進行。以實施例 3 所說明的方法來進行著色

五、發明說明(17)

程序，其中金屬酸酯和水的量如表 1 所示。

實施例 9

將 15 克 C.I. 顏料紅 179 依照實施例 1 所述之分散程序於 17 克 3 - (2 - 胺乙基胺基) 丙基三甲氧基矽烷 (來自 Wacker) 和 68 克矽酸四乙酯中分散。

將 100 克鋁顏料 (Stapa Metallux 2154, 來自 Eckart) 和 208 毫升異丙醇加入該分散液中。攪拌混合物 1 小時。在加入 51.4 克已除去所有塩類之水後，於 80℃ 下加熱分散液 6 小時。將產物於攪拌中冷卻，接著過濾並於 90℃，真空乾燥室中乾燥。所得到之產物為具有金屬光澤的紅色鋁顏料。

表 1

	實施例 5	實施例 6	實施例 7	實施例 8
有色顏料 C.I.	顏料紅 202	顏料紅 179	顏料紅 202	顏料紅 202
金屬酸酯 (每種情況皆 為 85 克)	乙醯丙酮酸鋁	硼酸三乙酯	二異丁基油基 乙醯乙醯鋁酸 酯	異丙酸鈦
供應廠商	ALDRICH	ALDRICH	KENRICH	KENRICH

300249

A7

B7

五、發明說明(14)

水量(克)	48	32.4	34.3	26.7
有色鋁顏料	金屬光澤 紫紅色	金屬光澤 紅 色	金屬光澤 紫紅色	金屬光澤 紫紅色

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

四、中文發明摘要(發明之名稱：)

有色的鋁顏料，其製備方法和應用

本發明係關於含有薄片狀鋁基質的有色鋁顏料，該薄片鋁基質係塗上一層金屬氧化物，其特徵在於該金屬氧化物層包含有色顏料，並關於這些鋁顏料之製備方法以及其作為特殊效果顏料之應用。

英文發明摘要(發明之名稱：)

Coloured aluminium pigments, process for the production thereof and use thereof

The invention concerns coloured aluminium pigments comprising flake-form aluminium substrates which are coated with a metal oxide layer characterised in that the metal oxide layer contains colour pigments, a process for the production thereof and the use thereof as special-effect pigments.

六、申請專利範圍

1. 一種包含有已塗上金屬層氧化物層之薄片鋁基質的有色鋁顏料，其特徵在於該金屬氧化物層包含有色顏料，其中有色顏料之量相對於鋁基質為5至40重量百分比，金屬氧化物之量相對於鋁質為3至95重量百分比，此顏料係由以下步驟來製備：

- a) 以傳統方式研磨一種或多種類型的有色顏料，
- b) 將研磨過之物質與鋁顏料以及一種或多種有機溶劑混合，
- c) 添加一種或多種金屬酸酯選自鈦、鋅、釩、矽、鋁和硼之烷基醇化物、芳基醇化物、羧酸塩，經羧基殘基或烷基殘基或芳基殘基所取代之醇化物或羧酸塩，或者上述金屬之混合冷凝金屬酸酯，
- d) 添加1至5倍完全水解金屬酸酯所需之水量的水，
- e) 在反應終了後，以傳統方式從混合物中去除揮發成份，以及
- f) 乾燥所獲得之顏料。

2. 一種如申請專利範圍第1項之鋁顏料，其中在步驟a) 研磨有色顏料的過程中添加部分的金屬酸酯，接著進行步驟b) 至f)，其中於步驟c) 中添加較少量的金屬酸酯。

3. 如申請專利範圍第1項之鋁顏料，其中於步驟a) 中添加添加劑以改善顏料的分散性。

六、申請專利範圍

4. 如申請專利範圍第1項的鋁顏料，其中相對於步驟b)中100克之鋁基質，使用5至40克之有色顏料及總量0.1至0.8莫耳之金屬酸酯。

5. 如申請專利範圍第1項之鋁顏料，其中金屬酸酯係選自鋁酸三異丙酯、鈦酸四異丙酯、鈦酸四異丁酯、聚合鈦酸正丁酯、鋅酸四異丙酯、鄰矽酸四乙酯、硼酸三乙酯、乙醯丙酮酸鋁、乙醯丙酮酸鈦、乙醯丙酮酸鋅、二異丁基油基乙醯鋁酸酯、二異丙基油基乙醯乙醯丙酮酸酯或混合的矽-鋁金屬酸酯。

6. 一種製備有色鋁顏料之方法，其特徵在於：

- a) 以傳統方式研磨一種或多種的有色顏料，
- b) 將研磨過之物質與鋁顏料以及一種或多種有機溶劑混合，
- c) 添加一種或多種金屬酸酯選自鈦、鋅、釩、矽、鋁和硼之烷基醇化物、芳基醇化物、羧酸塩，經羧基殘基或烷基殘基或芳基殘基所取代之醇化物或羧酸塩，或者上述金屬之混合冷凝金屬酸酯，
- d) 添加1至5倍完全水解金屬酸酯所需之水量的水，
- e) 在反應終了後，以傳統方式從混合物中去除揮發成份，以及
- f) 在溫度低於100℃及真空下乾燥所獲得之顏料。

7. 如申請專利範圍第6項之方法，其中在步驟a)研磨有色顏料的過程中添加部分的金屬酸酯，並且接著進

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

六、申請專利範圍

行步驟 b) 至 f) ，其中於步驟 c) 中添加較少量的金屬酸酯。

8 . 如申請專利範圍第 6 或 7 項之方法，其中於步驟 a) 中添加添加劑以改善顏料的分散性。

9 . 如申請專利範圍第 6 或 7 項之方法，其中相對於步驟 b) 中 100 克之鋁基質，使用 5 至 40 克之有色顏料及總量 0.1 至 0.8 莫耳之金屬酸酯。

10 . 如申請專利範圍第 6 或 7 項之方法，其中金屬酸酯係選自鋁酸三異丙酯、鈦酸四異丙酯、鈦酸四異丁酯、聚合鈦酸正丁酯、鋯酸四異丙酯、鄰矽酸四乙酯、硼酸三乙酯、乙醯丙酮酸鋁、乙醯丙酮酸鈦、乙醯丙酮酸鋯、二異丁基油基乙醯丙酮酸酯、二異丙基油基乙醯丙酮酸酯或混合的矽-鋁金屬酸酯。

11 . 如申請專利範圍第 6 或 7 項之方法，其中將步驟 d) 中所獲得之反應混合物從 40℃ 加熱至溶劑的沸點和 / 或加入鹼性催化劑，接著再進行步驟 e) 至 f) 。

12 . 如申請專利範圍第 1 項的鋁顏料，其係應用於塗料或漆，油漆，油墨，塑料及化妝品製劑中作為特殊效果顏料。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

第84107069號之補充說明書

修正
補充 85.3.28

實施例 1 - 1

將 30 克 C.I. 顏料 藍 15:3 分散並與 85 克 矽酸四乙酯 (來自 Wacker) 於 碾磨機 (紅魔鬼, 來自美國紐澤西州的 Union 公司) 中, 以 300 克之 氧化鋯球 (0.7 毫米直徑) 一起研磨。於室溫下, 將 100 克 鋁顏料 (Stapa Metallux 2154, BET 表面積 3.8 平方公尺² / 克, 來自 Eckart 公司) 及 208 毫升 異丙醇 加入上述分散液中, 並攪拌混合 1 小時。接著加入含有 0.78 克 乙二胺 及 51.4 克 已除去所有塩類之水的溶並於 80℃ 下加熱懸浮液。以 1 小時的間隔, 加入兩次 0.78 克 乙二胺 和 51.4 克 異丙醇。加熱混合物 6 小時。接著過濾產物並於 90℃, 真空室中乾燥。可獲得具有金屬光澤, 深藍色的鋁顏料。

色料: 大約 19%, SiO₂ : 約 15%

鋁含量: 約 65%

實施例 2 - 1

將 20 克 C.I. 顏料 紅 179 與 56.7 克 矽酸四乙酯, 28.3 克 石油溶劑 及 5.7 克 潤濕和分散添加劑 (Antiterra U 80, 來自 Byk-Chemie) 依照實施例 1 - 1 之程序進行研磨。將 100 克 鋁顏料 (Stapa Metallux 2154) 和 208 毫升 異丙醇 加入混合物中。在室溫下攪拌 0.5 小時之後, 加入 28.3 克 矽酸四乙酯。半小時之後, 加入含有 0.78 克 乙二胺 及 51.4

克已除去所有塩類的水的溶液並加熱至80℃。每隔1小時，加入0.78克乙二胺及51.4克異丙醇，共添加兩次。在加熱6小時之後，過濾混合物並於90℃，真空室中乾燥。所得到之產物為具有金屬光澤，暗紅色的鋁顏料。

色料：約15%，SiO₂：約17%

鋁含量：約69%

實施例 3 - 1

將30克C.I.顏料藍15:3於85克石油溶劑中，依實施例1-1之方法壓碎。將100克鋁顏料（Stapa Metallux 2154，來自Eckart）和208毫升異丙醇加入上述混合物中混合。半小時之後，加入85克矽酸四乙酯。再半小時之後，加入含有0.78克乙二胺於51.4克已除去所有塩類之水溶液的溶液，接著加熱至80℃。兩小時之後，加入0.78克乙二胺及51.4克異丙醇。加熱6小時之後，過濾混合物並於90℃，真空室中乾燥。所獲得之產物為藍色，具金屬光澤的鋁顏料。

色料：約19%，SiO₂：約15%

鋁含量：約65%

實施例 4 - 1

將40克C.I.顏料紅101至90克異丙醇中，依實施例1-1之方法研磨。接下來的程序如實施例3所示。所獲得之產

物為具有金屬光澤的紅色鋁顏料。

色料：約 19%， SiO_2 ：約 15%

鋁含量：約 61%

實施例 5 - 1 至 8 - 1

在實施例 5 - 1 至 8 - 1 中，有色顏料的分散係依照實施例 3 - 1 所說明之方法進行。以實施例 3 - 1 所說明的方法來進行著色程序，其中金屬酸酯和水的量如表 1 - 1 所示。

表 1 - 1

	實施例 5-1	實施例 6-1	實施例 7-1	實施例 8-1
有色顏料 C.I.	顏料紅 202	顏料紅 179	顏料紅 202	顏料紅 202
金屬酸酯 (每種情況皆 為 85 克)	乙醯丙酮酸鋅	硼酸三乙酯	二異丁基油基 乙醯乙醯鋁酸 酯	異丙酸鈦
供應廠商	ALDRICH	ALDRICH	KENRICH	KENRICH

水量(克)	48	32.4	34.3	26.7
有色鋁顏料	金屬光澤 紫紅色	金屬光澤 紅 色	金屬光澤 紫紅色	金屬光澤 紫紅色

組成物

色料	19.60%	16.20%	18.50%	18.10%
金屬氧化物	11.4% ZrO_2	21.2% B_2O_3	9.3% Al_2O_3	13.5% TiO_2
鋁	69%	62.30%	71.20%	67.40%