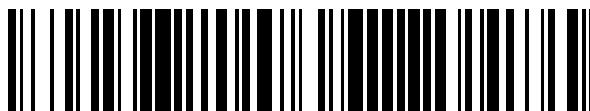


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 588 737**

51 Int. Cl.:

C03B 37/005 (2006.01)

C03C 17/36 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **13.01.2011** **PCT/JP2011/050456**

87 Fecha y número de publicación internacional: **11.08.2011** **WO11096259**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **13.01.2011** **E 11739608 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **01.06.2016** **EP 2532626**

54 Título: **Vidrio en escamas con revestimiento metálico, composición de resina que comprende el mismo y procedimiento para producir el mismo**

30 Prioridad:

03.02.2010 JP 2010022268

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

04.11.2016

73 Titular/es:

TOYO ALUMINIUM KABUSHIKI KAISHA (100.0%)
6-8 Kyutaro-machi 3-chome Chuo-ku
Osaka-shi, Osaka 541-0056, JP

72 Inventor/es:

HASHIZUME, YOSHIKI;
NAKAO, TAKAYUKI;
TAKENAKA, SHUICHI y
FUJIMOTO, KAZUYA

74 Agente/Representante:

CARPINTERO LÓPEZ, Mario

ES 2 588 737 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Vidrio en escamas con revestimiento metálico, composición de resina que comprende el mismo y procedimiento para producir el mismo

Campo de la invención

- 5 La presente invención se refiere a un vidrio en escamas con revestimiento metálico en el que se forma una capa de revestimiento metálico sobre una superficie de vidrio en escamas, una composición de resina que incluye el vidrio en escamas con revestimiento metálico y un procedimiento de producción del vidrio en escamas con revestimiento metálico.

Técnica anterior

- 10 Los pigmentos metálicos en escamas tales como aluminio, mica, alúmina y bronce se han usado ampliamente para proporcionar aspectos metalizados a coches, aparatos eléctricos, cosméticos, materiales de construcción y similares. Un vidrio en escamas, que tiene una forma lisa y superficie suave, es uno de los citados pigmentos metálicos en escamas, y exhibe un lustre diferente y un aspecto brillante. Además, el vidrio en escamas se usa ampliamente mediante mezcla del mismo con un agente de revestimiento, tal como una pintura o tinta, o una resina de moldeo.

- 15 Cuando se forma una capa de revestimiento metálico sobre la superficie de dicho vidrio en escamas, se obtiene un vidrio en escamas con revestimiento metálico que tiene un lustre metálico diferente. Dicho vidrio en escamas con revestimiento metálico se ha usado para proporcionar un aspecto metálico y brillante a pinturas, cosméticos y similares (por ejemplo, véase el Modelo de Utilidad Japonés Abierto a Inspección Pública N.º 62-175045 (Bibliografía de Patente 1), la Patente Japonesa Abierta a Inspección Pública N.º 55-165970 (Bibliografía de Patente 2) y similares).

- 20 Además, también se conoce el vidrio en escamas con revestimiento metálico en el que la superficie de la capa de revestimiento metálico anteriormente descrita está revestida de forma adicional con otra capa (Patente Japonesa Abierta a Inspección Pública N.º 03-054126 (Bibliografía de Patente 3) y Patente Japonesa Abierta a Inspección Pública N.º 04-193725 (Bibliografía de Patente 4)).

Lista de citas

Bibliografía de patente

- 30 PTL 1: Modelo de Utilidad Japonés Abierto a Inspección Pública N.º 62-175045.
PTL 2: Patente Japonesa Abierta a Inspección Pública N.º 55-165970.
PTL 3: Patente Japonesa Abierta a Inspección Pública N.º 03-054126.
PTL 4: Patente Japonesa Abierta a Inspección Pública N.º 04-193725.

Sumario de la invención

Problema técnico

- 35 Cuando se expone la capa de revestimiento metálico formada para revestir la superficie del vidrio en escamas en cada una de los vidrios en escamas convencionales con revestimiento metálico a un entorno corrosivo, se modifica el color de la película pintada que contiene el vidrio en escamas con revestimiento metálico con el paso del tiempo, de manera desventajosa. Dicho problema tiene lugar de forma apreciable en particular cuando el metal que constituye la capa de revestimiento metálico es uno de plata, cobre y una de sus aleaciones.

- 40 Específicamente, en el caso de que el metal que constituye la capa de revestimiento metálico sea plata o una aleación de plata, los iones de plata se eluyen en la película de pintura bajo la influencia de humedad, posteriormente se reducen por medio de rayos ultravioletas y similares, y por consiguiente se forman para dar lugar a coloides amarillos, que se generan en la película de revestimiento. Por consiguiente, la película pintada cambia a color amarillo. Además, en el caso en el que el metal que constituye la capa de revestimiento metálico sea cobre o una aleación de cobre, la humedad que ha entrado en la película pintada reacciona con cada uno de los metales para generar óxido de cobre, que es opaco en cuanto a lustre metálico. Esto tiene como resultado un lustre metálico menor. Dicho problema es particularmente apreciable en las pinturas de base acuosa o tintas de base acuosa, volviéndose ambas generalizadas de forma rápida en los últimos años.

Con el fin de solucionar dicho problema, se han desarrollado las siguientes técnicas.

- 50 Por ejemplo, la Bibliografía de Patente 3 propone un vidrio en escamas revestido con plata (plata que sirve como capa de revestimiento metálico) obtenido mediante dispersión y mantenimiento de escamas de vidrio revestidas con plata en una solución alcalina que contiene alcóxido de silicio, agua, y alcohol, separándolos, y proporcionando un tratamiento térmico a los mismos para formar una película que contiene SiO₂ sobre cada una de sus superficies. El documento US 6 517 939 B1 es otro ejemplo que sugiere escamas de vidrio revestidas con un metal noble y un

revestimiento protector fino. En el documento US 2006/0112859 A1 el vidrio en escamas bien se encuentra solo revestido por una capa de óxido metálico, preferentemente óxido de titanio, o bien se protege de forma adicional con una capa adicional, que no afecta a las propiedades ópticas del vidrio en escamas.

- Además, la Bibliografía de Patente 4 propone un vidrio en escamas que tiene una capa densa de revestimiento protector sobre su superficie. El vidrio en escamas se obtiene como se muestra a continuación. Es decir, los vidrios en escamas que tienen cada uno de ellos una capa de revestimiento metálico formada sobre su superficie se mantienen en una solución alcalina que contiene un alcóxido metálico, agua y alcohol y se separan con posterioridad. Los vidrios en escamas resultantes se someten a combustión en un intervalo de temperatura específico durante un intervalo determinado de tiempo de combustión. Después, se introducen 5 g de escamas de vidrio en 100 ml de agua pura que tiene un pH de 6,8 y se hierven durante 10 minutos. Por consiguiente, el líquido sobrenadante del mismo tiene un valor de pH inferior a 10.

- Desafortunadamente, en el vidrio en escamas de cada una de la Bibliografía de Patente 3 y la Bibliografía de Patente 4, no se puede evitar de forma completa la corrosión de la capa de revestimiento metálico formada sobre el vidrio en escamas. En particular, aunque la Bibliografía de Patente 4 también propone un vidrio en escamas que tiene una capa de revestimiento protector denso que tiene una superficie tratada con un agente de acoplamiento de silano que contiene nitrógeno, no se puede evitar por completo la corrosión de la capa de revestimiento metálico.

Además, cada uno de los procedimientos de producción descritos en la Bibliografía de Patente 3 y la Bibliografía de Patente 4 implica que la etapa de calentamiento tenga como resultado un consumo energético grande. Además, se han buscado mejoras en cuanto a coste de producción y aspectos para evitar el calentamiento global.

- La presente invención se ha desarrollado a la vista de la circunstancia anteriormente descrita, y tiene un objetivo para proporcionar un vidrio en escamas con revestimiento metálico en el que se evite, tanto como resulte posible, la corrosión de su capa de revestimiento metálico.

- Otro objetivo de la presente invención es proporcionar un procedimiento para producir un vidrio en escamas con revestimiento metálico, requiriendo el procedimiento un coste energético reducido, siendo simple y no costoso y contribuyendo a evitar el calentamiento global.

Solución al problema

- El vidrio en escamas con revestimiento metálico de la presente invención incluye: un vidrio en escamas; una capa de revestimiento metálico formada para revestir una superficie del vidrio en escamas; una capa protectora basada en óxido de silicio formada para revestir una superficie de la capa de revestimiento metálico, la capa protectora basada en óxido de silicio que contiene nitrógeno en una cantidad de un 0,05 % en masa a un 0,5 % en masa con respecto a todo el vidrio en escamas con revestimiento metálico.

- En este caso, la capa de revestimiento metálico está preferentemente constituida por uno de plata, cobre y una de sus aleaciones. Además, la capa protectora basada en óxido de silicio está preferentemente constituida por un agregado de partículas basadas en óxido de silicio que tienen un tamaño medio de partícula de 10 nm a 100 nm. Preferentemente, la capa protectora basada en óxido de silicio tiene un espesor medio de 30 nm a 300 nm y tiene una propiedad para desarrollar color cuando se deposita sobre ella una película fina de oro.

La presente invención también va destinada a una composición de resina que incluye una resina y el vidrio en escamas con revestimiento metálico descrito con anterioridad.

- Al mismo tiempo, un procedimiento para producir vidrio en escamas con revestimiento metálico en la presente invención incluye las etapas de: preparar el vidrio en escamas que tiene una superficie revestida con una capa de revestimiento metálico; y formar una capa protectora basada en óxido de silicio mediante dispersión del vidrio en escamas en una solución mixta que incluye un alcóxido de silicio, un compuesto que contiene nitrógeno, agua y un disolvente hidrófilo, para depositar las partículas basadas en óxido de silicio y el compuesto que contiene nitrógeno sobre la capa de revestimiento metálico del vidrio en escamas.

- Además, en la etapa de formación de la capa protectora basada en óxido de silicio, al tiempo que se dispersa el vidrio en escamas en la solución que incluye el agua y el disolvente hidrófilo, preferentemente se dejan caer el alcóxido de silicio y el compuesto que contiene nitrógeno sobre la misma, poco a poco, en una cantidad durante 1 hora a 20 horas.

- Además, el procedimiento de producción de la presente invención preferentemente incluye la etapa de secado del vidrio en escamas con revestimiento metálico a una temperatura igual o menor que la temperatura de volatilización del compuesto que contiene nitrógeno.

Efectos ventajosos de la invención

El vidrio en escamas con revestimiento metálico de la presente invención tiene un efecto excelente de manera que la corrosión de su capa de revestimiento metálico se evita de forma drástica. Además, el procedimiento de producción

del vidrio en escamas con revestimiento metálico de la presente invención tiene un efecto excelente de manera que no requiere coste energético elevado, es simple y no costoso y contribuye a evitar el calentamiento global.

Breve descripción del dibujo

5 La Figura 1 muestra una fotografía SEM (microscopio de barrido electrónico) de un vidrio en escamas con revestimiento metálico de la presente invención.

Descripción de las realizaciones

A continuación se describe la presente invención con más detalle.

<Vidrio en Escamas con Revestimiento Metálico>

10 Un vidrio en escamas con revestimiento metálico de la presente invención incluye: una capa de revestimiento metálico formada para revestir una superficie de vidrio en escamas; y una capa protectora basada en óxido de silicio formada para revestir una superficie de la capa con revestimiento metálico, la capa protectora basada en óxido de silicio que contiene nitrógeno en una cantidad de un 0,05 % en masa a un 0,5 % en masa con respecto a todo el vidrio en escamas con revestimiento metálico.

15 El vidrio en escamas con revestimiento metálico configurado de este modo en la presente invención puede incluir cualquier capa diferente de las capas descritas anteriormente, con tal de que exhiba un efecto de la presente invención. El vidrio en escamas con revestimiento metálico de la presente invención se usa como pigmento metálico en escamas.

<Vidrio en Escamas>

20 Para el vidrio en escamas usado en la presente invención, se puede usar cualquier vidrio en escamas que se haya usado convencionalmente para este tipo de aplicación. El vidrio en escamas usado en la presente invención no está particularmente limitado. Por ejemplo, los vidrios en escamas se pueden usar de manera apropiada con tal de que tengan un tamaño medio de partícula de aproximadamente 10 μm a aproximadamente 1000 μm , tengan un espesor medio de aproximadamente 0,1 μm a aproximadamente 10 μm , y tengan una relación de aspecto a 5 o más. En este caso, el tamaño medio de partícula se puede medir a través de difracción láser. El espesor medio se puede medir a través de observación del corte transversal. La relación de aspecto viene determinada a partir del tamaño medio de partícula y el espesor medio, es decir, el tamaño medio de partícula/espesor medio.

Además, la composición de cada uno de los vidrios en escamas no está particularmente limitada, y puede emplear un material de vidrio normal, tal como un vidrio para un vidrio en placas general, un vidrio-E, vidrio con forma de perlas, o un vidrio para un recipiente resistente a ácidos.

30 <Capa de Revestimiento Metálico>

La capa de revestimiento metálico de la presente invención se forma para revestir la superficie del vidrio en escamas con el fin de proporcionar un lustre metálico al vidrio en escamas. Es preferible revestir por completo la superficie del vidrio en escamas. No obstante, con tal de que se exhiba un efecto de la presente invención, el revestimiento parcial de la superficie del vidrio en escamas con la capa de revestimiento metálico no se desvía del alcance de la presente invención.

Dicha capa de revestimiento metálico puede estar constituida por cualquier metal que se haya usado convencionalmente para este tipo de aplicación. De este modo, el metal que constituye la capa de revestimiento metálico no está particularmente limitado. Sus ejemplos incluyen: metales nobles tales como oro, plata y platino; metales de base tales como níquel, cobre, cromo y cinc; y sus aleaciones.

40 Debería apreciarse que la capa de revestimiento metálico, preferentemente, está constituida de forma preferida por uno de plata, cobre y una de sus aleaciones, entre los metales ejemplificados con anterioridad. Esto es porque estos metales pueden proporcionar un lustre metálico particularmente excelente. De manera convencional, el uso de estos metales, que tienen dicha propiedad excelente, se ha visto limitado por este tipo de aplicación ya que experimentan corrosión de manera sencilla. No obstante, mediante el empleo de la configuración de la presente invención, se puede usar cada uno de estos metales de forma apropiada como el metal que constituye la capa de revestimiento protector.

50 En este caso, se pretende que la expresión anteriormente descrita "sus aleaciones" haga referencia a una aleación que contiene al menos uno de los metales ejemplificados con anterioridad. Por ejemplo, se asume que "sus aleaciones" en la expresión, "plata, cobre y sus aleaciones" engloba una aleación que contiene plata, una aleación que contiene cobre y una aleación que contiene tanto plata como cobre.

Debería apreciarse que la capa de revestimiento metálico de la presente invención puede estar formada únicamente por una capa o dos o más capas. Cuando la capa de revestimiento metálico está formada por dos o más capas, preferentemente, se forma una sustancia simple tal como Pd, Ni, Sn, Pt, Au o Zn o un compuesto que contiene los

misimos, en contacto con la superficie del vidrio en escamas como capa predeterminada.

Un procedimiento de formación de dicha capa de revestimiento metálico de la presente invención no se encuentra particularmente limitado. Por ejemplo, la capa de revestimiento metálico se puede formar de manera apropiada usando un procedimiento de metalizado químico tal como un procedimiento de metalizado sin electrodos, un procedimiento de deposición, un procedimiento de metalizado por bombardeo, o similares. Dicha capa de revestimiento metálico tiene un espesor medio de 10 nm a 300 nm, más preferentemente de 50 nm a 200 nm. El espesor medio viene determinado como se muestra a continuación. Es decir, se observa el corte transversal de veinte vidrios en escamas con revestimiento metálico, escogidos de forma arbitraria, por medio de SEM, para medir el espesor de la capa de revestimiento metálico de cada vidrio en escamas con revestimiento metálico, en cinco puntos del mismo, encontrando de este modo un valor de media aritmética para el mismo. El valor de media aritmética encontrado de este modo hace referencia al espesor medio. Si el espesor medio de la capa de revestimiento metálico es menor de 10 nm, no se puede proporcionar lustre metálico suficiente. Por otra parte, si su espesor medio supera 300 nm, todo el espesor del vidrio en escamas con revestimiento metálico se vuelve demasiado grueso, de forma que tiene como posible resultado una disminución de la propiedad de cubrimiento o un lustre insuficiente de la película pintada, de manera desventajosa.

<Capa Protectora Basada en Óxido de Silicio>

La capa protectora basada en óxido de silicio de la presente invención se forma para revestir la superficie de la capa de revestimiento metálico con el fin de evitar la corrosión de la capa de revestimiento metálico. Es preferible revestir de forma completa la superficie de la capa de revestimiento metálico. No obstante, con tal de que se exhiba un efecto de la presente invención, el revestimiento parcial de la superficie de la capa de revestimiento metálico con la capa protectora basada en óxido de silicio no se desvía del alcance de la presente invención.

Dicha capa protectora basada en óxido de silicio contiene, como componente principal, uno o más de óxido de silicio representado por SiO_x (X es un número positivo). Con respecto a esto, la expresión "basado en óxido de silicio" de la presente invención pretende indicar una sustancia formada por uno o más óxidos de silicio representados por SiO_x (X es cualquier número positivo).

Una característica de la capa protectora basada en óxido de silicio de la presente invención consiste en que la capa protectora basada en óxido de silicio contiene nitrógeno en una cantidad de un 0,05 % en masa a un 0,5 % en masa (no menos de un 0,05 % en masa (500 ppm) y no más de un 0,5 % en masa (5000 ppm) con respecto a todo el vidrio de escamas con revestimiento metálico. Se asume que "nitrógeno" en la presente memoria indica una cantidad de átomos de nitrógeno (incluidos átomos ionizados) (en lugar de una cantidad de gas de nitrógeno (N_2)).

La presente invención se ha llevado a cabo encontrando que dicha cantidad específica de nitrógeno en la capa protectora basada en óxido de silicio conduce a una prevención muy eficaz de la corrosión de la capa de revestimiento metálico. Dicho efecto se exhibe cuando el nitrógeno está presente y se distribuye por toda la capa de protección basada en óxido de silicio. Este efecto nunca se exhibe cuando únicamente se trata una parte superficial de la capa protectora basada en óxido de silicio con un compuesto que contiene nitrógeno (por ejemplo, cuando la superficie de la capa protectora basada en óxido de silicio se trata con un agente de acoplamiento de silano que contiene nitrógeno como en la Bibliografía de Patente 4).

Un mecanismo detallado todavía resulta desconocido en cuanto a por qué dicho efecto excelente queda inhibido únicamente cuando el nitrógeno está presente y se distribuye por toda la capa protectora basada en óxido de silicio. Presumiblemente, esto es porque el compuesto que contiene nitrógeno reacciona con un grupo alcoxi presente en el alcóxido de silicio y, por consiguiente, se incorpora a una estructura reticular formada por silicio y oxígeno de una capa protectora basada en óxido de silicio.

La cantidad de nitrógeno, de este modo, presente en la capa protectora basada en óxido de silicio es, de manera apropiada de un 0,05 % en masa a un 0,5 % en masa, con respecto al vidrio total de escamas con revestimiento metálico, más preferentemente de un 0,1 % en masa a un 0,3 % en masa. Si la cantidad de nitrógeno es menor de un 0,05 % en masa, el efecto de supresión de la corrosión de la capa de revestimiento metálico no es suficiente. Por otra parte, si la cantidad de nitrógeno supera un 0,5 % en masa, su adhesión a una resina incluida en la composición de resina descrita a continuación disminuye, para dar como resultado un problema tal como el descascarillado del vidrio en escamas con revestimiento metálico a partir de la composición de resina.

Por otra parte, preferentemente la capa protectora basada en óxido de silicio está formada por un agregado de partículas basadas en óxido de silicio que tienen un tamaño medio de partícula de 10 nm a 100 nm, preferentemente, de 10 nm a 50 nm. En este caso, se pretende que la expresión "agregado de partículas basadas en óxido de silicio" indique un estado en el que las partículas basadas en óxido de silicio se recojan de forma densa, y englobe un caso en el que las partículas se condensen unas con otras.

Aunque dependiendo del procedimiento de formación de la capa protectora basada en óxido de silicio, la capa protectora basada en óxido de silicio tiende a formarse como un agregado de partículas basadas en óxido de silicio. Además, si su tamaño de partícula es demasiado pequeño, la formación de esta capa lleva mucho tiempo, lo cual afecta de manera desfavorable ya que genera un coste de producción elevado. Por otra parte, si el tamaño de

partícula es demasiado grande, se produce un vacío entre las partículas que tiene como resultado, desfavorablemente, un efecto insuficiente de supresión de la corrosión de la capa de revestimiento metálico. De este modo, es preferible que su tamaño medio de partícula se encuentre dentro de un intervalo de 10 nm a 100 nm. Si el tamaño de partícula es menor de 10 nm, el coste de producción se vuelve elevado, mientras que si el tamaño de partícula supera 100 nm, podría no obtenerse un efecto supresor de corrosión suficiente.

Debería apreciarse que cuando la capa protectora basada en óxido de silicio está constituida, de este modo, por el agregado de las partículas basadas en óxido de silicio, puede existir nitrógeno (es decir, un compuesto que contiene nitrógeno) en las partículas basadas en óxido de silicio o entre las partículas basadas en óxido de silicio.

Debería apreciarse que el tamaño medio de partícula de las partículas basadas en óxido de silicio viene determinado como se muestra a continuación. Se observan 100 partículas (irregularidades sobre la superficie de la capa) seleccionadas de forma arbitraria por medio de SEM para medir el diámetro más corto de cada una de las partículas, encontrando de este modo su valor de media aritmética. El valor de media aritmética encontrado de este modo hace referencia al tamaño medio de partícula.

Además, preferentemente, la capa protectora basada en óxido de silicio de la presente invención tiene un espesor medio de 30 nm a 300 nm, y tiene la propiedad de desarrollar un color cuando se deposita sobre la misma una película fina de oro. Si el espesor medio de la capa protectora basada en óxido de silicio es menor de 30 nm, el efecto supresor de la corrosión no es suficiente. Por otra parte, si su espesor medio supera 300 nm, el espesor total del vidrio en escamas con revestimiento metálico se vuelve grande lo cual tiene como posible resultado una disminución de la propiedad de cubrimiento o un lustre insuficiente de la película pintada, de manera desventajosa.

Debería apreciarse que el espesor medio de la capa protectora basada en óxido de silicio viene determinado como se muestra a continuación. Es decir, se observa el corte transversal de veinte vidrios en escamas con revestimiento metálico de forma arbitraria, por medio de SEM, para medir el espesor de la capa protectora basada en óxido de silicio de cada vidrio en escamas con revestimiento metálico en cinco puntos del mismo, encontrando de este modo su valor de media aritmética. El valor de media aritmética encontrado de este modo hace referencia al espesor medio.

Debería apreciarse que el espesor de la capa protectora basada en óxido de silicio es preferentemente uniforme en cuanto a exhibir, de manera eficaz, un efecto de supresión de la corrosión de la capa de revestimiento protector. Se agradece que cuando su espesor es uniforme y se deposita una película fina de oro de aproximadamente 100 ángstrom sobre la película protectora de óxido de silicio del vidrio en escamas con revestimiento metálico, la capa protectora basada en óxido de silicio desarrolla un color púrpura, azul, verde, amarillo, rojo o similar. Además, es preferible que la capa protectora basada en óxido de silicio de la presente invención tenga una propiedad de desarrollar un color cuando se deposita sobre la misma una película fina de oro.

Un procedimiento para formar una capa protectora basada en óxido de silicio de la presente invención no está particularmente limitado, pero es preferible formar la capa protectora basada en óxido de silicio mediante deposición de partículas basadas en óxido de silicio y un compuesto que contiene nitrógeno sobre la capa de revestimiento metálico del vidrio en escamas usando un alcóxido de silicio y el compuesto que contiene nitrógeno como en un procedimiento de producción descrito a continuación.

Debido a que el vidrio en escamas con revestimiento metálico estructurado de este modo en la presente invención tiene su superficie revestida con la capa protectora basada en óxido de silicio que contiene nitrógeno, se puede evitar de forma apreciable la corrosión de la capa de revestimiento metálico bajo un entorno corrosivo, evitando de este modo el cambio de color del vidrio en escamas con revestimiento metálico.

De este modo, la presente invención ha solucionado de forma satisfactoria dicho problema que consiste en que la capa convencional de óxido metálico que no contiene nitrógeno es débil en cuanto a resistencia al agua y resistencia a la humedad y, por tanto, no evita de forma suficiente el cambio de color de la capa de revestimiento metálico formada sobre el vidrio en escamas.

<Composición de Resina>

La composición de resina de la presente invención incluye una resina y el vidrio en escamas con revestimiento metálico descrito con anterioridad. Dicha composición de resina puede incluir otros componentes con tal de que la composición de resina incluya éstos. Específicamente, la composición de resina engloba: una pintura y una tinta así como también una película pintada y una materia impresa, etc., formada usando la pintura y la tinta (para facilidad de descripción, cada una de estas composiciones también se denomina "composición de revestimiento"); y el producto moldeado de resina, etc, formado por medio de moldeo por inyección o similar.

En este caso, los ejemplos de la resina incluida en la composición de resina de la presente invención incluyen: una resina alquídica de melamina, una resina de acrilato apta para curado térmico, un laca acrílica, un laca de nitrocelulosa, una resina de poliéster, una resina de poliuretano, una resina de ABS, una resina de poliestireno y similares. Además, la composición de resina de la presente invención incluye otros componentes opcionales, tales como diversos tipos de pigmentos de color, aditivos (un dispersante, un modificador de viscosidad, un agente anti-

sedimentación, un plastificante, un inhibidor de sedimentación de pigmento, un agente desespumante, etc.) y disolventes.

La relación de la composición de resina de la presente invención no está particularmente limitada y se puede ajustar en un amplio intervalo dependiente del tipo de aplicación. Por ejemplo, en el caso en el que la composición de resina sea una pintura, el vidrio en escamas con revestimiento metálico de la presente invención se puede mezclar en la presente memoria en una cantidad de 0,05-20 partes en masa con respecto a 100 partes en masa del contenido sólido de resina. Si la cantidad de mezcla del vidrio en escamas con revestimiento metálico es menor de 0,05 partes en masa, es probable que el efecto de mejora de diseño proporcionado por el vidrio en escamas con revestimiento metálico sea insuficiente. Por otra parte, si su cantidad supera 20 partes en masa, es probable que las propiedades físicas de la composición de resina tal como lustre, resistencia y adhesión se vean afectadas de manera negativa.

Al mismo tiempo, cuando la composición de resina de la presente invención es una composición de revestimiento (en particular, una película pintada), se puede proporcionar una capa transparente sobre la composición de revestimiento. Alternativamente, se puede proporcionar por debajo de la misma una capa de revestimiento intermedio o una capa de revestimiento inferior.

<Procedimiento de Producción>

Un procedimiento para producir el vidrio en escamas con revestimiento metálico de la presente invención incluye las etapas de: preparar un vidrio en escamas que tiene una superficie revestida con una capa de revestimiento metálico; y formar una capa protectora basada en óxido de silicio mediante dispersión de vidrio en escamas en una solución mixta que incluye alcóxido de silicio, un compuesto que contiene nitrógeno, agua y un disolvente hidrófilo para depositar las partículas basadas en óxido de silicio y el compuesto que contiene nitrógeno sobre la capa de revestimiento metálico del vidrio en escamas.

Por medio del empleo de dicho procedimiento de producción, el vidrio en escamas con revestimiento metálico obtenido se puede adaptar para que contenga nitrógeno en la capa protectora basada en óxido de silicio en una cantidad específica (de 0,05 % en masa a 0,5 % en masa con respecto a todo el vidrio en escamas con revestimiento metálico).

En este caso, la etapa de preparación del vidrio en escamas se puede llevar a cabo mediante la preparación de un vidrio en escamas comercialmente disponible de diversos tipos que tiene su superficie revestida con una capa con revestimiento metálico, pero la etapa de preparación también se puede llevar a cabo mediante la fabricación de un producto obtenido mediante formación de una capa de revestimiento metálico sobre el vidrio en escamas por medio de diversos tipos de procedimientos conocidos.

Lo siguiente describe diversos tipos de agentes químicos usados en la etapa de conformación de la capa protectora basada en óxido de silicio.

En primer lugar los ejemplos de alcóxido de silicio incluyen tetraetoxisilano, un condensado de tetraetoxisilano, tetraisopropoxisilano, un condensado de tetraisopropoxisilano. Preferentemente, el alcóxido de silicio se usa en una cantidad de aproximadamente 1-50 partes en masa con respecto a 100 partes en masa de vidrio en escamas que tiene una capa de revestimiento metálico formada sobre la misma. Para dicho alcóxido de silicio, se puede usar un compuesto o dos o más compuestos en combinación.

Los ejemplos de compuesto que contiene nitrógeno incluyen: amidas ácidas (urea, dimetilformamida, amida oleica, amida esteárica), amino ácidos (ácido 2-aminobenzoico, N-metil glicina, cistina, fenilalanina), aminas alifáticas (2-etil hexilamina, laurilamina, estearilamina), alcanolaminas (2-dimetilamino etanol, monoetanolamina, dietanolamina, trietanolamina), compuestos nitro (2-nitropropano, nitrocelulosa), agentes de acoplamiento que contienen grupos amino (aminofenil silano, γ -aminopropiltrimetoxisilano, γ -aminopropiltriethoxisilano, N- β -(aminoetil)- γ -aminopropiltrimetoxisilano, γ -ureidopropiltrimetoxisilano, trimetoxisililpropildietilentriammina, di-n-butoxi-bis(trietanolaminato)titanio, amino titanato de N,N-metiletilo), polivinil pirrolidona, piperazina, polietilen imina, hexametildisilazano, N,O-bis(trimetilsilil)acetamida. Entre estos compuestos que contienen nitrógeno, es más preferible usar una amida ácida, un amino ácido, una alcanolamina, un agente de acoplamiento que contiene un grupo amino, cada uno de los cuales contiene un grupo amino y un grupo que contiene oxígeno al mismo tiempo. Esto es porque dicho compuesto que contiene nitrógeno que contiene el grupo amino y el grupo que contiene oxígeno al mismo tiempo logra una interacción más fuerte con la resina incluida en la composición de resina, obteniéndose de este modo un efecto más excelente de supresión de la corrosión de la capa con revestimiento metálico.

Siendo la cantidad de uso del compuesto que contiene nitrógeno de 0,1-10 partes en masa con respecto a 100 partes en masa del vidrio en escamas que tiene la capa con revestimiento metálico formada sobre el mismo, la cantidad de nitrógeno en la capa protectora basada en óxido de silicio puede estar dentro del intervalo de un 0,05 % en masa a un 0,5 % en masa con respecto a todo el vidrio en escamas con revestimiento metálico. Para dicho compuesto que contiene nitrógeno, se puede usar un compuesto o dos o más de los compuestos pueden resultar útiles en combinación.

Debería apreciarse que cada uno de los compuestos que contienen nitrógeno ejemplificados anteriormente tiene una acción catalítica para la reacción de hidrólisis de un alcóxido de silicio. Por tanto, el compuesto que contiene nitrógeno tiene una acción de favorecer la hidrólisis del alcóxido de silicio para dar lugar a partículas basadas en óxido de silicio y el propio compuesto que contiene nitrógeno también se incorpora a la capa protectora basada en

5 óxido de silicio. En el caso en el que dicho compuesto que contiene nitrógeno no tenga la acción catalítica anteriormente descrita o tenga una acción catalítica débil, preferentemente, se añade un catalizador de hidrólisis adicional, cuyos ejemplos se describen a continuación.

Los ejemplos del catalizador de hidrólisis incluyen: amoníaco, trietilamina, n-butilamina, etilendiamina, ácido fosfórico, ácido nítrico, ácido acético, hidróxido de sodio, hidróxido de potasio. Preferentemente, el catalizador de

10 hidrólisis se usa en una cantidad de aproximadamente 1-10 partes en masa con respecto a 100 partes en masa del vidrio en escamas que tiene la capa de revestimiento metálico formada sobre el mismo. Para dicho catalizador de hidrólisis, se puede usar un catalizador o dos o más catalizadores en combinación.

Entre los catalizadores de hidrólisis ejemplificados anteriormente, se puede incluir amoníaco, trietilamina, n-butilamina, etilendiamina que contiene nitrógeno y por tanto, se puede incluir en el compuesto que contiene

15 nitrógeno descrito anteriormente, pero normalmente se vaporizan de forma sencilla fuera del sistema y, por tanto, no se incorporan en la capa protectora basada en óxido de silicio.

Los ejemplos disolvente hidrófilo incluyen alcohol metílico, alcohol etílico, alcohol isopropílico, alcohol n-propílico, alcohol t-butílico, alcohol n-butílico, alcohol isobutílico, etil celosolve, butil celosolve, éter monobutílico de propilen glicol, éter monometílico de dipropilen glicol, éter monopropílico de propilen glicol, acetona.

20 Preferentemente, el disolvente hidrófilo se usa en una cantidad de 500-1000 partes en masa con respecto a 100 partes en masa de vidrio en escamas que tiene la capa de revestimiento metálico formada sobre el mismo. Para cada disolvente hidrófilo, se puede usar un disolvente o dos o más disolventes en combinación.

Además, se usan cantidades de 1-10 equivalentes (preferentemente cantidades de 2-5 equivalentes) del agua anteriormente mencionada con respecto a una cantidad de 1 equivalente del alcóxido de silicio.

25 Además, la etapa de formación de la capa protectora basada en óxido de silicio se lleva a cabo en las siguientes condiciones específicas.

Es decir, los vidrios en escamas que tienen cada uno su superficie revestida con una capa de revestimiento metálico se dispersan en una solución mixta que contiene el alcóxido de silicio, el compuesto que contiene nitrógeno, agua, y el disolvente hidrófilo. En este caso, la solución mixta puede inicialmente contener el alcóxido de silicio, el

30 compuesto que contiene nitrógeno, el agua y el disolvente hidrófilo. No obstante, es preferible, que mientras se dispersan los vidrios en escamas en una solución que incluye el agua y el disolvente hidrófilo, el alcóxido de silicio y el compuesto que contiene nitrógeno se añaden sobre el mismo poco a poco en cantidad durante 1 hora a 20 horas (preferentemente de 3 horas a 10 horas). De este modo, los vidrios en escamas que tienen cada uno su superficie revestida con la capa de revestimiento metálico se dispersan de forma apropiada en la solución mixta que contiene

35 alcóxido de silicio, el compuesto que contiene nitrógeno, el agua y el disolvente hidrófilo.

Con esta operación, las partículas basadas en óxido de silicio y el compuesto que contiene nitrógeno se pueden depositar sobre la capa de revestimiento metálico del vidrio en escamas para formar la capa protectora basada en óxido de silicio (es decir, formar la capa protectora basada en óxido de silicio que contiene nitrógeno distribuido completamente en la misma). Por consiguiente, el vidrio en escamas con revestimiento metálico se puede producir

40 de manera que esté configurado para incluir: el vidrio en escamas; la capa de revestimiento metálico formada para revestir la superficie del vidrio en escamas; y la capa protectora basada en óxido de silicio formada para revestir la superficie de la capa de revestimiento metálico, la capa protectora basada en óxido de silicio que contiene nitrógeno en una cantidad de un 0,05 % en masa a un 0,5 % en masa con respecto a todo el vidrio en escamas con revestimiento metálico.

En la etapa de formación de la capa protectora basada en óxido de silicio descrita anteriormente, es preferible ajustar una temperatura de aproximadamente 10 °C a aproximadamente 100 °C (preferentemente, de aproximadamente 30 °C a aproximadamente 90 °C) y es preferible ajustar un tiempo de reacción de aproximadamente 0,5 horas a aproximadamente 30 horas (preferentemente de aproximadamente 3 horas a aproximadamente 10 horas). Este tiempo de reacción reduce el tiempo para la adición de alcóxido de silicio y el

50 compuesto que contiene nitrógeno, poco a poco, en una cantidad, pero es preferible que continúe la reacción durante aproximadamente 0,5 horas hasta aproximadamente 5 horas, incluso después de concluir la adición, para terminar por completo la reacción. Debería apreciarse que si el tiempo de adición es menor de 1 hora, puede resultar difícil formar la capa protectora basada en óxido de silicio que tenga un espesor uniforme, mientras que si el tiempo de adición supera 20 horas, la productividad disminuye para dar como resultado un coste de producción elevado.

55 En el caso en el que se use el catalizador de hidrólisis, se puede añadir el catalizador de hidrólisis junto con el alcóxido de silicio y el compuesto que contiene nitrógeno, o se puede dispersar junto con los vidrios en escamas.

En el procedimiento de producción de la presente invención, el vidrio en escamas con revestimiento metálico

producido de la manera descrita anteriormente se puede separar del líquido y se puede usar sin secado alguno, pero el vidrio en escamas con revestimiento metálico separado del líquido se puede secar y se puede usar en forma de polvo (estado de polvo).

- 5 Específicamente, el procedimiento de producción de la presente invención puede incluir la etapa de secado del vidrio en escamas con revestimiento metálico obtenido a una temperatura igual o menor que la temperatura de volatilización del compuesto que contiene nitrógeno. A través de esta etapa, se puede obtener el vidrio en escamas con revestimiento metálico en estado de polvo.

- 10 En este caso, la expresión "temperatura de volatilización del compuesto que contiene nitrógeno" se refiere a una temperatura en la que se forma el compuesto que contiene nitrógeno para dar lugar a un gas y se vaporiza fuera del sistema como resultado de la ebullición, sublimación, descomposición, oxidación bajo atmósfera y presión bajo las cuales tiene lugar el secado. Además, la temperatura de secado se puede ajustar normalmente en 60 °C a 150 °C, más preferentemente de 80 °C a 140 °C. Preferentemente, el tiempo de secado se ajusta en 0,5 horas a 24 horas, más preferentemente, de aproximadamente 3 horas a aproximadamente 15 horas.

- 15 De este modo, el procedimiento de producción de la presente invención no incluye la etapa de combustión empleada, por ejemplo, en la Bibliografía de Patente 4, es decir, la etapa de combustión en la que se aplica una temperatura elevada de 500 °C con el fin de formar la capa densa de revestimiento protector. Por consiguiente, se proporcionan efectos excelentes de manera que no se requiere un coste energético elevado, el procedimiento de producción es simple y no costoso y genera una contribución a evitar el calentamiento global. Además, la etapa de combustión anteriormente descrita provoca la retracción de la capa densa de revestimiento protector, lo cual
20 conduce a la generación de fisuras para disminuir el efecto de supresión de la corrosión, de manera desventajosa. Dicho problema se elimina mediante el procedimiento de producción de la presente invención.

Ejemplos

A continuación se describe la presente invención con más detalle con referencia a los ejemplos, pero la presente invención no se limita a los mismos.

25 Ejemplo 1

- En primer lugar, se prepararon vidrios en escamas comercialmente disponibles (marca comercial: Metashine 2025PS proporcionado por Nippon Sheet Glass, Co., Ltd.) que tenían cada uno su superficie revestida con una capa de revestimiento metálico (espesor medio de aproximadamente 1000 nm) formado por plata. Además, se dispersaron 60 g de vidrio en escamas comercialmente disponible en 600 g de alcohol etílico que sirvió como
30 disolvente soluble en agua, para preparar una suspensión. Después, se añadieron de forma adicional 5 g de agua y amoníaco (25 % en masa) y 5 g de agua a la suspensión.

- Al tiempo que se mantiene la temperatura de la suspensión en 70 °C y se agita (es decir, se dispersan los vidrios en escamas en la solución que incluye el agua y el disolvente hidrófilo), se añadió, poco a poco, una solución en la que se disolvieron 20 g de tetraetoxisilano (TEOS) y 5 g de γ -aminopropiltrimetoxisilano en 20 g de alcohol etílico, en
35 cantidad durante 3 horas. El tetraetoxisilano (TEOS) es un alcóxido de silicio y el γ -aminopropiltrimetoxisilano es un compuesto que contiene nitrógeno. Después, se dejó la suspensión para reacción durante 0,5 horas.

- Después, se limpió esta suspensión usando alcohol etílico, y después se filtró. Los objetos filtrados resultantes (vidrios en escamas con revestimiento metálico) se sometieron a un tratamiento de secado a 130 °C durante 3 horas, obteniéndose de este modo un vidrio en escamas con revestimiento metálico en forma de polvo que tenía la
40 estructura de la presente invención.

- Se midió una cantidad de nitrógeno en el vidrio en escamas con revestimiento metálico (es decir, la cantidad de nitrógeno presente en la capa protectora basada en óxido de silicio (capa formada por polisiloxano)) (de acuerdo con una degradación oxidativa de catalizador, procedimiento de quimioluminiscencia (a presión reducida)) usando un "analizador de nitrógeno total de pequeña cantidad TN-110" proporcionado por Mitsubishi Chemical Analytech Co.
45 Ltd. La cantidad de nitrógeno medida de este modo fue de un 0,15 % en masa con respecto a todo el vidrio en escamas con revestimiento metálico.

- Además, este vidrio en escamas con revestimiento metálico se unió a una plataforma de carbono para observación SEM, y se depositó una película fina de oro sobre el mismo. Por consiguiente, se desarrolló un color azul. Además, se midió el espesor medio de la capa protectora basada en óxido de silicio a través de observación del corte transversal usando el SEM. Su espesor medio fue de 70 nm. El vidrio en escamas con revestimiento metálico se observó de forma continua usando el SEM. Como resultado de ello, se encontró que un agregado de partículas basadas en óxido de silicio se adhirió de manera uniforme sobre la capa de revestimiento metálico formada por plata. A partir de sus irregularidades de superficie, se midió el tamaño medio de partícula de las partículas basadas en óxido de silicio y fue de 20 nm. La Figura 1 muestra una fotografía SEM de este vidrio en escamas con
50 revestimiento metálico. En la fotografía, el objeto plateado de color gris claro en el lado frontal corresponde al vidrio en escamas con revestimiento metálico, y los objetos granulares sobre su superficie corresponden a las partículas basadas en óxido de silicio.

Ejemplos 2 a 9

Se fabricaron vidrios en escamas con revestimiento metálico de la misma forma que en el Ejemplo 1 exceptuando que se modificaron los tipos de materiales y cantidades de adición del Ejemplo 1 como se muestra en la Tabla 1. No obstante, en el Ejemplo 3, se disolvieron 20 g de tetraetoxisilano y 10 g de urea en 20 g de agua en lugar de 20 g de alcohol etílico. Además, el Ejemplo 6 empleó vidrio en escamas (tamaño medio de partícula: aproximadamente 25 µm; espesor medio: aproximadamente 1000 nm; y espesor de la capa de revestimiento de cobre: aproximadamente 30 nm) revestido con una capa de revestimiento metálico formada por cobre, en lugar de un vidrio en escamas comercialmente disponible usado en el Ejemplo 1.

Tabla 1

Ejemplo N.º	Metal que Constituye la Capa de Revestimiento Metálico	Alcóxido de Silicio		Compuesto que Contiene Nitrógeno	
		Tipo	Cantidad de Adición (g) Nota 1)	Tipo	Cantidad de Adición (g) Nota 1)
1	Plata	TEOS	20	Aminosilano Nota 2)	5
2	Plata	TEOS	20	Ácido antranílico	5
3	Plata	TEOS	20	Urea	10
4	Plata	TEOS	20	Monoetanolamina	10
5	Plata	TEOS	20	Laurilamina	10
6	Cobre	TEOS	20	Aminosilano ^{Nota 2)}	10
7	Plata	TEOS	10	Aminosilano ^{Nota 2)}	5
8	Plata	TEOS	30	Aminosilano ^{Nota 2)}	5
9	Plata	ES-40 ^{Nota 3)}	15	Aminosilano ^{Nota 2)}	5
Nota 1) Cada una de las cantidades del alcóxido de silicio y el compuesto que contiene nitrógeno se refiere a 60 g de los vidrios en escamas que tienen cada uno una capa de revestimiento metálico formada sobre los mismos. Nota 2) γ-aminopropiltrimetoxisilano Nota 3) un condensado de pentámero de tetraetoxisilano (nombre comercial: Ethysilicate 40 proporcionado por Colcoat Co., Ltd.)					

Ejemplo Comparativo 1

Se fabricó un vidrio en escamas con revestimiento metálico de la misma manera que en el Ejemplo 1 exceptuando que no se añadieron 5 g de γ-aminopropiltrimetoxisilano, que fue el compuesto que contenía nitrógeno. En otras palabras, en el vidrio en escamas con revestimiento metálico, no estuvo presente nitrógeno en la capa protectora basada en óxido de silicio. Debería apreciarse que la Tabla 2 siguiente muestra que una cantidad de nitrógeno de un 0,003 % en masa debido a amoníaco, que se usó como catalizador, experimentó adsorción ligera y quedó en la superficie del vidrio en escamas con revestimiento metálico.

Ejemplo Comparativo 2

Se fabricó un vidrio en escamas con revestimiento metálico de la misma manera que en el Ejemplo 1 exceptuando se usó γ-aminopropiltrimetoxisilano como compuesto que contiene nitrógeno y una cantidad de adición del mismo fue 30 g. En el vidrio en escamas con revestimiento metálico obtenido, la cantidad de nitrógeno (es decir, la cantidad de nitrógeno en la capa protectora basada en óxido de silicio) fue de un 0,8 % en masa con respecto a todo el vidrio en escamas con revestimiento metálico.

Ejemplo Comparativo 3

Se mezclaron 60 g de tetraetoxisilano, 500 ml de alcohol etílico y 200 ml de agua para preparar una solución. En esta solución, se añadieron 60 g de vidrios en escamas, que fueron los mismos que los vidrios en escamas comercialmente disponibles en el Ejemplo 1. Al tiempo que se agitaba usando un agitador, se añadieron a los mismos 14 g de hidróxido de amonio.

De esta forma, se llevó a cabo la reacción de hidrólisis durante 3 horas. A continuación, se llevó a cabo un tratamiento de filtración y un tratamiento de secado, por este orden. Posteriormente, se llevó a cabo la combustión a 550 °C durante 1 hora. Como resultado de ello, se obtuvo un vidrio en escamas con revestimiento metálico que tenía una capa de revestimiento metálico formada por plata y que tenía su superficie sobre la cual se formó una película de revestimiento de SiO₂.

Se midió una cantidad de nitrógeno en este vidrio en escamas con revestimiento metálico de la misma forma que en el Ejemplo 1. La cantidad de nitrógeno del mismo fue un 0,001 % en masa con respecto a todo el vidrio en escamas con revestimiento metálico. Además, se depositó una película fina de oro sobre este vidrio en escamas con revestimiento metálico, y después se llevó a cabo la observación usando un SEM. Se confirmó que no se reconoció color alguno a desarrollar en el mismo, y la película formada sobre su superficie tuvo un espesor no uniforme y se experimentó fisuración de forma parcial. Además, se observaron una multiplicidad de partículas basadas en óxido de silicio que no se adhirieron a la superficie del vidrio en escamas con revestimiento metálico y existieron de forma independiente.

Ejemplo Comparativo 4

Se dispersaron 30 partes en masa del vidrio en escamas con revestimiento metálico obtenido en el Ejemplo Comparativo 3 en 200 partes en masa de alcohol etílico para obtener una suspensión. Después, se añadieron 1 parte en masa de γ -aminopropiltrietoxisilano y 1 parte en masa de agua a la suspensión. Se agitó a 70 °C durante 30 minutos.

Posteriormente, la suspensión se sometió a separación de sólido-líquido y se llevó a cabo el secado a 120 °C durante 8 horas, obteniéndose de este modo un vidrio en escamas con revestimiento metálico. La cantidad de nitrógeno en el vidrio en escamas con revestimiento metálico obtenido de este modo se midió de la misma manera que en el Ejemplo 1. La cantidad de nitrógeno del mismo fue de 0,03 % en masa con respecto a todo el vidrio en escamas con revestimiento metálico.

Debería apreciarse que cada uno de los vidrios en escamas con revestimiento metálico del Ejemplo Comparativo 3 y Ejemplo Comparativo 4 corresponde al vidrio en escamas con revestimiento metálico obtenido mediante implementación de la Bibliografía de Patente 4.

Ejemplos Comparativos 5 y 6

El vidrio en escamas con revestimiento metálico usado en el Ejemplo 1 pero no sometido a tratamiento alguno se denominó Ejemplo Comparativo 5. El vidrio en escamas que tenía la capa de revestimiento metálico formada por cobre en el Ejemplo 6 pero que no sometido a tratamiento alguno se denominó Ejemplo Comparativo 6.

<Evaluación>

Se evaluaron los rendimientos de los vidrios en escamas con revestimiento metálico de los Ejemplos 1-9 y Ejemplos Comparativos 1-6 obtenidos como se mostrado anteriormente como se muestra a continuación.

<Preparación de la Pintura de Base Acuosa>

Se obtuvo una Composición I mediante agitación y mezcla de los siguientes durante 30 minutos o más: 31,48 g de una dispersión acrílica (nombre comercial: Setaqua 6802 proporcionada por Neuplex Pty Ltd); 18,89 g de una dispersión de poliuretano A (nombre comercial: Bayhydrol XP2621 proporcionada por Sumika Bayer Urethane Co., Ltd.); 4,61 g de una dispersión de poliuretano B (nombre comercial: Bayhydrol PT241 proporcionada por Sumika Bayer Urethane Co., Ltd.); 2,1 g de compuesto de melamina (nombre comercial: Cymel 327 proporcionado por Mitsui Cytec, Ltd.); 2,79 g de butil glicol; 0,31 g de un tensioactivo (nombre comercial: Byk-347 proporcionado por Byk-Chemie Japan K.K.); 0,56 g de un espesante (nombre comercial: Viscalex HV30 proporcionado por Nichigo-Mowinyl Co., Ltd.); 13,96 g de agua sometida a intercambio iónico; y 3,04 g de una solución acuosa de dimetiletanolamina al 10 %.

Además, se tomaron muestras de 1,12 g de vidrios en escamas con revestimiento metálico a partir de los vidrios en escamas con revestimiento metálico obtenidos anteriormente y se colocaron en recipientes de plástico, respectivamente. Después, se añadieron de forma adicional 2,43 g de butil glicol a cada uno de ellas y se dispersó de manera uniforme usando una varilla de vidrio. Además, se añadieron 2 g de un dispersante (nombre comercial: Disperbyk 190 proporcionado por Byk-Chemie Japan K.K.), 0,08 g de un agente humectante (nombre comercial: Byk-011 proporcionado por Byk-Chemie Japan K.K.), 0,12 g de un dispersante humectante de pigmento (nombre comercial: AQ320 proporcionado por Kusumoto Chemicals, Ltd.) y se agitó y mezcló durante 10 minutos o más, obteniéndose de este modo una composición II.

Después, la composición I y la composición II se agitaron y mezclaron durante 10 minutos o más. Posteriormente, se proporcionó a la mezcla una solución acuosa de dimetiletanolamina al 10 % para que tuviera un pH 8 o más, y se agitó y mezcló durante otros 10 minutos o más. Posteriormente, se añadió una cantidad apropiada de agua sometida a intercambio iónico para lograr una viscosidad de un valor de referencia (Tiempo de Flujo de 25 segundos en copa

Ford N.º 4) y se agitó la mezcla y se mezcló durante 10 minutos o más, obteniéndose una pintura de base acuosa.

Mientras tanto, se agitaron 51,15 g de poliacrilato (nombre comercial: Desmophen A870BA proporcionado por Sumika Bayer Urethane Co., Ltd.), 0,53 g de un aditivo A (solución en xileno de 10 % de Baysilone Paint Additive OL17 (nombre comercial) proporcionado por Borchers GmbH), 0,53 g de un aditivo B (solución en xileno de 1 % de Modaflow (nombre comercial) proporcionado por Monsanto Company)), 5,3 g de un aditivo C (solución en xileno al 10 % de Tinuvin 292 (nombre comercial) proporcionado por Ciba Spezialitatenchemie Lampertheim GmbH), 10,7 g de un aditivo D (solución en xileno al 10 % de Tinuvin 1130 (nombre comercial) proporcionado por Ciba Spezialitatenchemie Lampertheim GmbH), 10,17 g de un disolvente de dilución A (acetato de 1-metoxipropilo: disolvente nafta = 1:1 (relación en masa)), y 2,13 g de un disolvente de dilución B (acetato de butil glicol) y se mezcló durante 30 minutos o más.

Posteriormente, se proporcionaron 10,49 g de una dilución de isocianurato (nombre comercial: Sumidur N3300 proporcionado por Sumika Bayer Urethane Co., Ltd) a la mezcla y un disolvente mixto de acetato de butilo y disolvente de nafta (1:1 de relación en masa) en 9:1 (relación en masa), y se mezcló y agitó durante 30 minutos o más, obteniéndose de este modo un revestimiento transparente.

15 <Procedimiento de Fabricación de Placa Pintada>

Se aplicó la pintura de base acuosa preparada anteriormente a una placa metálica mediante pulverización. Se ajustó la placa resultante mediante pintura de pulverización (a continuación, referida como "placa pintada mediante pulverización") a una temperatura normal durante 5 minutos o más. Después, se secó la placa pintada mediante pulverización a 80 °C durante 3 minutos. Posteriormente, se ajustó la placa pintada mediante pulverización a la temperatura normal durante 10 minutos o más. Después, se aplicó un revestimiento transparente a la placa pintada mediante pulverización por medio de pulverización.

Tras la aplicación del revestimiento transparente, se ajustó la placa a la temperatura normal durante 10 minutos o más y se calentó a 130 °C durante 30 minutos, obteniéndose de este modo una placa pintada que tenía la pintura de base acuosa y el revestimiento transparente pulverizados sobre la misma. Cuando se lleva a cabo la pintura mediante pulverización, se ajustaron las condiciones de aplicación de pintura de manera que la película pintada formada por la pintura de base acuosa tuviera un espesor de 14 µm a 18 µm y la película pintada constituida por un revestimiento transparente tuviera un espesor de 35 µm a 40 µm en esta placa pintada.

<Ensayo de Desgaste Acelerado a la Intemperie>

Se sometió la placa pintada obtenida a un ensayo de desgaste acelerado a la intemperie (condiciones: irradiación con lámpara de xenón de intensidad 180 W/m²; temperatura de panel negro de 63 °C; condición de lluvia de 18 minutos/2 horas; tiempo de ensayo de 2000 horas), usando un medidor de tiempo de superxenon de 7,5 kW (nombre comercial: medidor de tiempo de superxenon SX75) proporcionado por Suga Text Instruments Co., Ltd.). Se evaluaron los tonos de color de la placa pintada antes y después del ensayo mediante valores de medición de L^{*}₄₅, a^{*}₄₅, b^{*}₄₅ con un ángulo de observación de 45° (recepción de luz en la dirección normal a la película pintada) usando un colorímetro de ángulo múltiple (nombre comercial: X-Rite MA-68II proporcionado por X-Rite, Incorporated) para encontrar un cambio en el tono de color de la película pintada antes y después del ensayo como diferencia de color ΔE^{*}₄₅. Su resultado se muestra en la Tabla 2. A medida que la diferencia de color ΔE^{*}₄₅ es más pequeña en valor numérico, se evita más la corrosión de la capa de revestimiento metálico.

<Ensayo de Adhesión Secundaria de Película de Pintura>

Se sumergió la placa pintada obtenida en agua caliente de 40 °C durante 10 días, y se sacó la película pintada para evaluar su adhesión por medio de un ensayo de corte transversal (JIS K5400 8.5.2). Su resultado se muestra en la Tabla 2. En la evaluación, un caso en el que no se apreció el descascarillado de la película de pintura se evaluó como "A", y un caso en el que se apreció su descascarillado se evaluó como "B". En cada uno de los evaluados como "B", el descascarillado de la película pintada tuvo lugar presumiblemente debido al siguiente motivo. Es decir, la interacción entre la resina de la composición y la capa protectora basada en óxido de silicio fue menor en comparación con los evaluados como "A". Por consiguiente, resulta más probable que la humedad penetre en la interfaz que existe entre ellos, lo cual tiene como resultado que la humedad que haya penetrado de este modo produzca una inhibición de la adhesión.

Tabla 2

Ejemplo/Ejemplos Comparativos	Cantidad de Nitrógeno (% en masa)	Tamaño Medio de Partícula de las Partículas Basadas en Óxido de Silicio (nm)	Espesor Medio de la Capa Protectora Basada en Óxido de Silicio (nm)	Desarrollo de Color por medio de Deposición de Película Fina de Oro	Diferencia de Color en el Ensayo de Desgaste Acelerado a la Intemperie (ΔE^*_{45})	Ensayo de Adhesión Secundaria
Ejemplo 1	0,15	20	70	Azul	0,9	A
Ejemplo 2	0,17	20	70	Azul	1,2	A
Ejemplo 3	0,2	20	70	Azul	0,8	A
Ejemplo 4	0,2	20	70	Azul	1,3	A
Ejemplo 5	0,11	20	70	Azul	1,5	A
Ejemplo 6	0,16	20	60	Azul	1,5	A
Ejemplo 7	0,14	15	30	Amarillo	2,3	A
Ejemplo 8	0,16	50	100	Naranja	0,9	A
Ejemplo 9	0,14	25	72	Verde	1,4	A
Ejemplo Comparativo 1	0,003	20	50 (No uniforme)	No se desarrolló color	12,4	B
Ejemplo Comparativo 2	0,8	20	70	Azul	2,5	B
Ejemplo Comparativo 3	0,001	No se pudo medir	150 (No uniforme)	No se desarrolló color	8,5	B
Ejemplo Comparativo 4	0,03	No se pudo medir	150 (No uniforme)	No se desarrolló color	7,2	A
Ejemplo Comparativo 5	0,001 o menos	-	-	No se desarrolló color	15,9	B
Ejemplo Comparativo 6	0,001 o menos	-	-	No se desarrolló color	26,4	B

Debería apreciarse que "Cantidad de Nitrógeno" en la Tabla 2 indica una cantidad de nitrógeno (relativa a todo el vidrio en escamas con revestimiento metálico) presente en la capa protectora basada en óxido de silicio (vidrio en escamas con revestimiento metálico en el caso de los Ejemplos Comparativos 3-6). Además, el caso en el que el tamaño medio de partícula de las partículas basadas en óxido de silicio "no se pudo medir" corresponde a un estado en el que las partículas basadas en óxido de silicio se condensan unas con otras y no se pueden apreciar trazas de partículas (en este estado, se observaron fisuras en una parte de la capa protectora basada en óxido de silicio). Además, "-" en la Tabla 2 indica que la propia capa protectora basada en óxido de silicio no se forma. Además, una capa protectora basada en óxido de silicio que tiene un espesor medio no uniforme viene indicada como "No Uniforme".

Como resulta evidente a partir de la Tabla 2, los vidrios en escamas con revestimiento metálico de los Ejemplos son más excelentes en cuanto a rendimiento que los vidrios en escamas con revestimiento metálico de los Ejemplos Comparativos.

Específicamente, por ejemplo, en el caso en el que la cantidad de nitrógeno de la capa protectora basada en óxido de silicio sea menor que el valor definido en la presente invención (Ejemplo Comparativo 1), la corrosión de la capa de revestimiento metálico se vuelve apreciable (ΔE^*_{45} se vuelve grande) y la adhesión de la película pintada se vuelve insuficiente. Por otra parte, en el caso en el que la cantidad de nitrógeno de la capa protectora basada en

óxido de silicio sea mayor que el valor definido en la presente invención (Ejemplo Comparativo 2), la corrosión de la capa con revestimiento metálico se vuelve ligeramente apreciable (ΔE^*_{45} se vuelve ligeramente grande) y la adhesión de la película pintada se vuelve pobre. Además, en el caso en el que se lleve a cabo un tratamiento para proporcionar nitrógeno a la capa protectora basada en óxido de silicio únicamente en su parte superficial como para no distribuirlo por toda la capa protectora basada en óxido de silicio (Ejemplo Comparativo 4), la corrosión de la capa con revestimiento metálico se vuelve apreciable.

5

Por el contrario, para cada uno de los vidrios en escamas con revestimiento metálico que tiene la configuración de la presente invención, se confirmó que la cantidad específica de nitrógeno presente en la capa protectora basada en óxido de silicio particularmente permite la supresión apreciable de la corrosión de la capa de revestimiento metálico.

10 Las realizaciones y los ejemplos de la presente invención se han ilustrado, pero inicialmente cabe esperar que combinen de forma apropiada la configuración de las realizaciones y ejemplos.

Las realizaciones y ejemplos divulgados en la presente memoria son ilustrativos y no restrictivos en modo alguno. El alcance de la presente invención viene definido por los términos de las reivindicaciones, en lugar de las realizaciones descritas anteriormente, y se pretende que incluya cualesquiera modificaciones dentro del alcance y significado equivalente de los términos de las reivindicaciones.

15

REIVINDICACIONES

1. Un vidrio en escamas con revestimiento metálico que comprende:

un vidrio en escamas;

una capa de revestimiento metálico formada para revestir una superficie de dicho vidrio en escamas; y

una capa protectora basada en óxido de silicio formada para revestir una superficie de dicha capa de revestimiento metálico,

conteniendo dicha capa protectora, basada en óxido de silicio, nitrógeno en una cantidad de un 0,05 % en masa

a un 0,5 % en masa con respecto a un conjunto de dicho vidrio en escamas con revestimiento metálico que se

distribuye por toda la capa protectora basada en óxido de silicio, en el que dicha capa protectora basada en

óxido de silicio tiene un espesor medio de 30 nm a 300 nm.

2. El vidrio en escamas con revestimiento metálico de acuerdo con la reivindicación 1, en el que dicha capa de revestimiento metálico está constituida por uno de plata, cobre y una de sus aleaciones.

3. El vidrio en escamas con revestimiento metálico de acuerdo con la reivindicación 1, en el que dicha capa protectora basada en óxido de silicio está constituida por un agregado de partículas basadas en óxido de silicio que tienen un tamaño medio de partícula de 10 nm a 100 nm.

4. El vidrio en escamas con revestimiento metálico de acuerdo con la reivindicación 1, en el que dicha capa protectora basada en óxido de silicio tiene un espesor medio de 30 nm a 300 nm, y tiene una propiedad de desarrollar un color cuando se deposita una película fina de oro sobre la misma.

5. Una composición de resina que comprende una resina y un vidrio en escamas con revestimiento metálico referido en la reivindicación 1.

6. Un procedimiento de producción de un vidrio en escamas con revestimiento metálico, que comprende las etapas de:

preparar un vidrio en escamas que tiene una superficie revestida con una capa de revestimiento metálico; y

formar una capa protectora basada en óxido de silicio mediante dispersión de dicho vidrio en escamas en una solución mixta que incluye un alcóxido de silicio, un compuesto que contiene nitrógeno, agua y un disolvente

hidrófilo para depositar partículas basadas en óxido de silicio y dicho compuesto que contiene nitrógeno sobre dicha capa de revestimiento metálico de dicho vidrio en escamas, de manera que dicha capa protectora basada

en óxido de silicio contenga nitrógeno en una cantidad de un 0,05 % en masa a un 0,5 % en masa, con respecto a un conjunto de dicho vidrio en escamas con revestimiento metálico, estando el nitrógeno distribuido por toda la

capa protectora basada en óxido de silicio,

en el que el compuesto que contiene nitrógeno es cualquiera de amidas ácidas, amino ácidos, aminas alifáticas, alcanolaminas, compuestos nitro, agentes de acoplamiento que contienen un grupo amino, polivinil pirrolidona,

piperazina, polietilen imina, hexametildisilazino y N,O-bis(trimetilsilil)acetamida, y

en el que dicha capa protectora basada en óxido de silicio tiene un espesor medio de 30 nm a 300 nm.

7. El procedimiento de producción del vidrio en escamas con revestimiento metálico de acuerdo con la reivindicación 6, en el que en la etapa de formación de dicha capa protectora basada en óxido de silicio, al tiempo que se dispersa dicho vidrio en escamas en una solución que incluye dicha agua y dicho disolvente hidrófilo, se añaden dicho alcóxido de silicio y dicho compuesto que contiene nitrógeno a la misma, poco a poco, en cantidad durante 1 hora a 20 horas.

8. El procedimiento de producción del vidrio en escamas con revestimiento metálico de acuerdo con la reivindicación 6, que comprende la etapa de secar dicho vidrio en escamas con revestimiento metálico a una temperatura igual o menor que la temperatura de volatilización de dicho compuesto que contiene nitrógeno.

FIG.1

