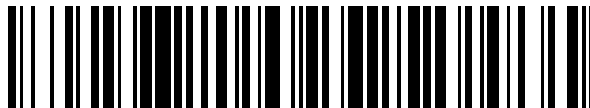


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 596 454**

51 Int. Cl.:

C09C 1/00

(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **05.04.2013 PCT/EP2013/057229**

87 Fecha y número de publicación internacional: **24.10.2013 WO13156327**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **05.04.2013 E 13714910 (0)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **13.07.2016 EP 2838956**

54 Título: **Proceso para preparar un pigmento que da efecto**

30 Prioridad:

19.04.2012 EP 12164699
19.04.2012 US 201261635304 P

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
09.01.2017

73 Titular/es:

BASF SE (100.0%)
Carl-Bosch-Strasse 38
67056 Ludwigshafen am Rhein, DE

72 Inventor/es:

WOSYLUS, ARON y
SCHMID, RAIMUND

74 Agente/Representante:

CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel

ES 2 596 454 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

Proceso para preparar un pigmento que da efecto

Los pigmentos que dan efecto o lustre son usados en muchas áreas, por ejemplo en recubrimiento de automóviles, recubrimientos decorativos, pigmentación de plásticos, pinturas, tintas para imprimir y cosméticos.

- 5 El efecto óptico se basa en la reflexión dirigida de la luz partículas de pigmento predominantemente laminares, orientadas en paralelo, metálicas o fuertemente refractivas. Dependiendo de la composición de las plaquetas de pigmento, existen fenómenos de interferencia, reflexión y absorción que crean efectos de luminosidad y color que dependen del ángulo.

- 10 Los pigmentos de efecto metálico son todos los registrados en forma de plaqueta conocidos por el trabajador experto, donde son ejemplos placas de aluminio o placas de aluminio recubiertas con óxido metálico, el documento WO 2005/049739 A2 divulga un proceso para la preparación de un pigmento que da efecto que comprende un núcleo a base de aluminio, una capa que contiene óxido de aluminio rodeando el núcleo de aluminio, y una capa de un calcogenuro metálico.

- 15 Aili Wang et al., Powder Technology, Vol. 221, enero de 2012, pp. 306-311, divulgan un proceso de química húmeda para la aplicación de una capa de recubrimiento de $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$ sobre un sustrato de aluminio, que comprende un paso de calcinación a 500°C .

B. Du et al., Procedia Environmental Sciences, vol. 10, 2011, pp. 807-813, suministran una visión general de las diferentes posibilidades para núcleos de recubrimiento de aluminio con óxidos metálicos, para obtener un pigmento que da efecto.

- 20 El documento EP 1 338 628 A1 divulga un proceso para la aplicación de una capa de dióxido de titanio sobre un núcleo de aluminio, mediante la hidrólisis de un alcoholato de titanio y la ejecución de un paso de calcinación. Los pigmentos de aluminio en forma de plaquetas que tienen un recubrimiento de óxido de hierro son bien conocidos y se describen por ejemplo en el documento EP 0 033 457. Ellos pertenecen a la clase de los pigmentos que dan efecto que, en virtud de sus propiedades de color particulares, han hallado amplio uso en la coloración de recubrimientos, pinturas, tintas de impresión, plásticos, composiciones de cerámica y vidriados y preparaciones cosméticas decorativas.
- 25

- 30 Los pigmentos de aluminio recubiertos con óxido de hierro derivan su perfil óptico particular de una combinación de reflexión especular en la superficie de la plaqueta de aluminio, absorción selectiva de luz en la capa de óxido de hierro e interferencia de luz en las superficies similares a película de la capa de óxido de hierro. La interferencia de luz conduce a un color que está determinado principalmente por el espesor de la capa de recubrimiento de óxido de hierro. Por ello, los polvos de pigmento seco exhiben las siguientes tonalidades en aire con el incremento en el espesor de la capa de óxido de hierro, los cuales son clasificados como debidos e interferencia de primer orden o segundo orden:

- 35 Colores de interferencia de primer orden: amarillo pálido, verde-dorado, dorado, rojizo-dorado, rojo, violeta, grisáceo-violeta;

Colores de interferencia de segundo orden: amarillo, dorado, rojizo-dorado, rojo-dorado, rojo.

Los pigmentos de aluminio recubiertos con óxido de hierro son muy brillantes y opacos, por lo cual ellos son usados ampliamente en recubrimientos para automóviles. Los pigmentos usados corrientemente en este campo están basados en plaquetas de aluminio y exhiben un efecto de espejo metálico.

- 40 Pueden suministrarse capas de óxidos metálicos de pigmentos que dan efecto sobre las partículas de sustrato metálico, mediante descomposición en fase gaseosa de compuestos metálicos volátiles en presencia de oxígeno y/o vapor de agua o mediante un proceso de recubrimiento de química húmeda (por ejemplo proceso sol-gel).

- 45 El documento EP 0 033 457 A2 describe un proceso para la preparación de pigmentos coloreados que dan efecto, que comprende un sustrato metálico cuya superficie está recubierta por lo menos parcialmente con óxido de hierro, en el que se oxida pentacarbonil hierro hasta óxido de hierro en un lecho fluidizado de los sustratos metálicos, con oxígeno a más de 100°C .

En métodos de preparación de química húmeda, pueden aplicarse capas que contienen óxidos metálicos, mediante reacción de hidrólisis de sales metálicas apropiadas, por ejemplo sales de hierro (III) tales como cloruro y sulfato de hierro (III), o compuestos organometálicos hidrolizables.

- 50 Por ejemplo en la EP 0 708 154 A2 se suministran detalles sobre la preparación de una capa de recubrimiento de óxido metálico sobre un sustrato base de metal de un pigmento que da efecto.

5 Típicamente, una capa de óxido metálico preparada mediante un método de preparación de química húmeda puede contener un número significativo de grupos hidroxilo debido a reacción incompleta de condensación de especies de precursor hidrolizado o agua ligada. Por razones de color, se prefiere la conversión de la capa que contiene hidróxido en la capa de óxido durante el proceso de manufactura, para evitar cualquier desplazamiento indeseado de color del pigmento en el producto aplicado que contiene pigmento. La conversión de la capa que contiene hidróxido en la capa final de óxido es lograda típicamente mediante secado en una corriente de gas caliente.

Sin embargo, si el sustrato metálico del pigmento que da efecto comprende aluminio, tal paso de secado puede desencadenar una reacción aluminotérmica.

10 Las reacciones aluminotérmicas son reacciones químicas altamente exotérmicas entre aluminio que actúa como un agente reductor y un óxido metálico tal como óxido de hierro u óxido de titanio. El ejemplo más prominente es la reacción termita entre aluminio y óxido de hierro. Sin embargo, el aluminio puede reaccionar con un óxido de titanio u otros óxidos tales como SiO₂.

15 Es un objeto de la presente invención suministrar un proceso para la preparación de un pigmento que da efecto, que comprende un sustrato metálico a base de aluminio y una capa de óxido de hierro u óxido de titanio, donde dicho proceso minimiza el riesgo de inicio de una reacción aluminotérmica y es fácil de realizar pero aún da como resultado un pigmento que da efecto, que tiene propiedades estables de coloración (es decir no tiene o tiene mínimo desplazamiento de color por almacenamiento o durante la aplicación del producto final que contiene pigmento).

20 De acuerdo con un primer aspecto de la presente invención, se logra el objetivo mediante un proceso para la preparación de un pigmento coloreado que da efecto, que comprende los pasos de (a) preparación en un medio acuoso de recubrimiento de por lo menos una capa de un óxido metálico que contiene hidroxilo sobre un sustrato, obteniendo con ello en el medio acuoso de recubrimiento un primer material CPM1 de pigmento coloreado que contiene el sustrato recubierto con el óxido metálico que contiene hidroxilo, en el que el sustrato es hecho de aluminio o aleación de aluminio que de modo opcional comprende por lo menos una capa de pasivación, y en el
25 que el óxido metálico que contiene hidroxilo es un óxido de hierro que contiene hidroxilo o un óxido de titanio que contiene hidroxilo o una mezcla de ellos,

(b) suministro del primer material CPM1 de pigmento coloreado en un medio líquido de postratamiento que comprende uno o más líquidos orgánicos de alto punto de ebullición, que tienen un punto de ebullición de por lo menos 90°C, y

30 (c) calentamiento del medio líquido de postratamiento hasta una temperatura de por lo menos 90°C para convertir el primer material CPM1 de pigmento coloreado en un segundo material CPM2 de pigmento coloreado.

35 En la presente invención, se ha notado que puede obtenerse un pigmento que da efecto a base de aluminio con color estable, si la capa de óxido metálico que ha sido aplicada sobre el sustrato a base de aluminio (o sobre una capa de pasivación que está presente sobre el sustrato a base de aluminio) mediante un paso de química húmeda y que contiene aún grupos hidroxilo, es sometida a un tratamiento térmico en un líquido orgánico de alto punto de ebullición, a una temperatura de por lo menos 90°C. Con el proceso de la presente invención, puede evitarse un paso de secado térmico y la manipulación de pigmento seco en polvo que pueden desencadenar explosiones polvo, minimizando con ello también el riesgo de una reacción aluminotérmica (por ejemplo termita).

40 Con el proceso de la presente invención, pueden prepararse los pigmentos que dan efecto o los pigmentos de lustre de diferentes colores.

45 Como se indicó anteriormente, el proceso de la presente invención comprende un paso (a) de preparación en medio acuoso de recubrimiento de por lo menos una capa de un óxido metálico que contiene hidroxilo sobre un sustrato, obteniendo con ello en el medio acuoso de recubrimiento un primer material CPM1 de pigmento coloreado, que comprende el sustrato recubierto con el óxido metálico que contiene hidroxilo, en el que el sustrato está hecho de aluminio o aleación de aluminio que comprende opcionalmente por lo menos una capa de pasivación, y en el que el óxido metálico que contiene hidroxilo es un óxido de hierro que contiene hidroxilo o un óxido de titanio que contiene hidroxilo y/o una mezcla o combinación de ellos.

50 Puesto que el proceso de la presente invención es para la preparación de un material de pigmento, el término "sustrato" se relaciona con un sustrato en partículas, por ejemplo en la forma de hojuelas o plaquetas como se discute posteriormente en más detalle.

El término "óxido metálico que contiene hidroxilo" indica que el óxido metálico contiene todavía grupos hidroxilo debido a la condensación incompleta durante la formación del sólido de óxido metálico, y/o a que el óxido metálico contiene todavía agua. Los grupos hidroxilo pueden estar distribuidos sobre la totalidad del óxido metálico, o pueden estar presentes solo en algunas áreas del óxido metálico mientras las otras áreas, debido a la

condensación completa, no contienen más grupos hidroxilo. Si no se indica específicamente, el término "óxido de hierro" abarca cualquier relación estequiométrica entre hierro y oxígeno que pueda existir en óxidos de hierro comúnmente conocidos. Lo mismo aplica para el término "óxido de titanio".

5 El óxido de hierro que contiene hidroxilo puede ser seleccionado de un óxido de hierro hidratado, un hidróxido de óxido de hierro o cualquier forma mixta de ellos. El término "óxido de hierro que contiene hidroxilo" también abarca una mezcla de óxidos de hierro tales como Fe_2O_3 o Fe_3O_4 con un óxido de hierro hidratado y/o un hidróxido de óxido de hierro.

Preferiblemente, los átomos de Fe están presentes como Fe(III). Sin embargo, dentro de la presente invención pueden estar presentes también átomos de Fe como Fe(II) y/o Fe(IV).

10 El óxido de hierro hidratado o hidróxido de óxido de hierro pueden ser representados por una de las siguientes fórmulas:



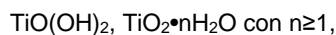
o puede ser una mezcla de dos o más de estos óxido de hierro que contiene hidroxilo.

15 El óxido de hierro hidratado o hidróxido de óxido de hierro pueden ser cristalinos o amorfos, y puede ser un óxido de tipo estequiométrico o tipo no estequiométrico.

El óxido de titanio que contiene hidroxilo puede ser seleccionado de un óxido de titanio hidratado, un hidróxido de óxido de titanio, o cualquier mezcla de ellos. El término "óxido de titanio que contiene hidroxilo" también abarca una mezcla de dióxido de titanio TiO_2 con un óxido de titanio hidratado y/o un hidróxido de óxido de titanio.

20 Preferiblemente, están presentes átomos de Ti como Ti(IV). Sin embargo, dentro de la presente invención pueden estar presentes también átomos de Ti como Ti(III).

El óxido de titanio hidratado o hidróxido de óxido de titanio pueden ser representados por una de las siguientes fórmulas ejemplares:



o pueden una mezcla de dos o más de estos óxidos de titanio que contienen hidroxilo.

25 El óxido de titanio hidratado o hidróxido de óxido de titanio pueden ser cristalinos o amorfos, y pueden ser de un tipo estequiométrico o tipo no estequiométrico.

30 El paso de suministro de una capa de un óxido de hierro o de titanio que contiene hidroxilo sobre un sustrato a base de aluminio (bien sea directamente sobre el aluminio y aleación de aluminio, respectivamente, o sobre una capa de pasivación que a su vez fue aplicada sobre el aluminio o aleación de aluminio) en un medio acuoso de recubrimiento, es conocido en general por la persona experta.

Puede suministrarse una capa de óxido metálico, mediante la adición de un compuesto precursor de óxido metálico apropiado, tal como una sal metálica o un compuesto organometálico u otros compuestos precursores hidrolizables, al medio acuoso de recubrimiento que comprende el sustrato de aluminio o sustrato de aleación de aluminio, los cuales pueden estar recubiertos opcionalmente por al menos una capa de pasivación.

35 El término "medio acuoso de recubrimiento" indica que el medio líquido contiene agua en una cantidad suficiente para hidrolizar el compuesto precursor y lograr la condensación de las especies hidrolizadas para aplicar un recubrimiento sobre el sustrato. La persona experta conoce cantidades apropiadas de agua o puede establecerlas fácilmente mediante experimentos de rutina. Típicamente, el medio acuoso de recubrimiento contiene agua en una cantidad de 10 % en peso a 100 % en peso, o de 30 % en peso a 100 % en peso, o de 50 % en peso a 100 % en peso, con base en la cantidad total de líquidos en el medio acuoso de recubrimiento.

40 Adicionalmente al agua, el medio acuoso de recubrimiento puede contener también uno o más líquidos orgánicos. La persona experta conoce en general los líquidos orgánicos apropiados y pueden incluir por ejemplo alcoholes, aldehídos, ésteres, cetonas, éteres, alcanos, alcanos sustituidos con haluro, o mezclas de ellos. El líquido orgánico puede ser un líquido de bajo punto de ebullición o de alto punto de ebullición. Si está presente, el líquido orgánico de alto punto de ebullición puede tener un punto de ebullición de por lo menos 90°C, más preferiblemente por lo menos 100°C, incluso más preferiblemente por lo menos 120°C o por lo menos 140°C.

45 Como se indicó anteriormente, el sustrato está hecho de aluminio o aleación de aluminio, preferiblemente en la forma de hojuelas o plaquetas. Como un ejemplo de aleación de aluminio, puede mencionarse bronce aluminio. Las hojuelas o plaquetas de aluminio o aleación de aluminio pueden ser producidas de una manera simple mediante la

ruptura de láminas o por técnicas comunes de atomización y molienda. Por ejemplo, se producen plaquetas de aluminio o aleación de aluminio adecuadas mediante el proceso de Hall por molienda húmeda en espíritu blanco. El material de partida es un grano irregular de aluminio, atomizado que es molido con bolas en espíritu blanco y en presencia de lubricante, hasta partículas en forma de plaqueta, y clasificado a continuación.

5 El espesor promedio y diámetro promedio de plaquetas u hojuelas de aluminio o aleación de aluminio pueden ser variados sobre un amplio intervalo. Típicamente, el espesor promedio de las plaquetas u hojuelas puede estar dentro del intervalo de 10 nm a 1000 nm, y el diámetro promedio puede estar dentro del intervalo de 8 μm a 50 μm . Típicamente, la relación de diámetro promedio a espesor promedio puede estar dentro del intervalo de 30 a 5000.

10 Opcionalmente, el aluminio o aleación de aluminio están recubiertos con una capa de pasivación. Las capas apropiadas de pasivación son conocidas generalmente por la persona experta. La capa de pasivación es preferiblemente una capa inorgánica tal como una capa de fosfato metálico, o una capa de óxido inorgánico. Si la capa inorgánica de pasivación es una capa de fosfato metálico, el metal puede ser seleccionado de Ti, V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cu, Zn, Al, Zr, Nb, Mo, Ta o W. Si la capa inorgánica de pasivación es una capa de óxido inorgánico, el óxido puede ser seleccionado de óxidos de Ti, V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cu, Zn, Al, Zr, Nb, Mo, Ta, W, Ge, Si, Sn y Bi o cualesquier combinaciones de ellos.

La persona experta conoce en general métodos para la preparación de una capa de pasivación sobre un sustrato de pigmento que da efecto, tal como plaquetas de aluminio.

En principio, puede producirse una capa de pasivación mediante un método de química húmeda o un método de deposición química de vapor (CVD).

20 En el proceso de química húmeda, los compuestos precursores apropiados tales como compuestos orgánicos de silicio y/o aluminio, en los cuales los grupos orgánicos están unidos a los metales a través de átomos de oxígeno, son hidrolizados en presencia de las partículas de sustrato (por ejemplo hojuelas o plaquetas de aluminio) y de un solvente orgánico en el cual los compuestos metálicos son solubles. Preferiblemente, se hidroliza un alcóxido metálico (en especial tetraetoxisilano y triisopropóxido de aluminio) en presencia de un alcohol (por ejemplo etanol o isopropanol) y un catalizador básico o ácido (por ejemplo amoníaco y/o aminas acuosas). Esto es hecho preferiblemente cargando inicialmente partículas de sustrato, isopropanol, agua y amoníaco, calentando esta mezcla a de 40°C a 80°C, con agitación y adición continua de una solución del alcóxido metálico en isopropanol. A continuación de un tiempo subsiguiente de agitación de usualmente 1 a 15 h, se enfría la mezcla hasta temperatura ambiente, y se aísla el pigmento recubierto mediante filtración, lavado y opcionalmente secado. Por ejemplo en los documentos EP 0 708 154 A2 y DE 4405492 A se suministran detalles adicionales sobre el método de preparación de una capa de pasivación sobre aluminio.

Como se discutirá posteriormente en más detalle, la preparación de la capa de pasivación sobre el sustrato de pigmento a base de aluminio puede incluir también un paso de tratamiento térmico en un medio líquido que contiene uno o más líquidos orgánicos de alto punto de ebullición.

35 En una realización preferida, el sustrato sobre el cual se aplica la capa de óxido metálico que contiene hidroxilo es hecho de aluminio o aleación de aluminio, preferiblemente en la forma de hojuelas o plaquetas, que comprende por lo menos una capa de pasivación en su superficie.

40 Como se mencionó anteriormente, puede suministrarse sobre el sustrato una capa de óxido metálico que contiene hidroxilo, mediante el uso de un compuesto precursor apropiado tal como la sal metálica o un compuesto organometálico u otros compuestos precursores hidrolizables.

Las sales apropiadas de hierro incluyen por ejemplo sales de haluro de hierro (III) tales como cloruro de Fe(III), nitrato de hierro (III), sulfato de hierro (III), o cualquier combinación o mezcla de estas sales.

45 Los compuestos precursores de titanio apropiados para formar la capa de óxido metálico incluyen por ejemplo tetracloruro de titanio, oxiclорuro de titanio, oxisulfato de titanio, compuestos orgánicos de titanio tales como alcoxilatos de titanio, o cualquier combinación o mezcla de estos compuestos.

La adición del compuesto precursor de óxido metálico al medio acuoso de recubrimiento, es continuada típicamente hasta que se alcanza el color deseado (lo cual puede depender, entre otros, del espesor geométrico de capa del recubrimiento de óxido metálico).

50 La capa de óxido de hierro o titanio que contiene hidroxilo puede tener un espesor, que da como resultado un color de acuerdo con series de interferencia de primer orden o segundo orden.

Si el espesor de capa del recubrimiento de óxido de hierro que contiene hidroxilo está dentro de un intervalo que da como resultado colores de interferencia de primer orden, estos colores pueden ser amarillo pálido, verde-dorado,

dorado, rojizo-dorado, rojo, violeta, o grisáceo-violeta. Si el espesor de capa del recubrimiento de óxido de hierro que contiene hidroxilo está dentro de un intervalo que da como resultado colores de interferencia de segundo orden, estos colores pueden ser amarillo, dorado, rojizo-dorado, rojo-dorado, o rojo.

5 La capa de óxido metálico que contiene hidroxilo puede ser aplicada sobre el sustrato a pH ácido o alcalino. Preferiblemente, se mantiene constante el pH del medio acuoso de recubrimiento mientras se añade o dosifica el compuesto precursor de óxido metálico al medio acuoso de recubrimiento.

Mientras se suministra (por ejemplo mediante precipitación) la capa de óxido metálico que contiene hidroxilo sobre el sustrato, la temperatura del medio acuoso de recubrimiento puede variar sobre un amplio intervalo, tal como temperatura ambiente hasta 100°C, o 30 a 100°C.

10 Típicamente, una capa de óxido metálico (tal como una capa de óxido de hierro u óxido de titanio) suministrada sobre un sustrato a través de un paso de proceso de química húmeda, incluye aún un número significativo de grupos hidroxilo, debido a la condensación incompleta entre la especie precursora hidrolizada y/o la presencia de agua. Si el metal es hierro (III), el óxido metálico obtenido a través del método de química húmeda típicamente no está presente en la forma "totalmente condensada" de óxido Fe₂O₃ sino más bien en la forma de un óxido de hierro hidratado o hidróxido de óxido de hierro. El hidróxido de óxido de hierro u óxido de hierro hidratado contienen aún grupos hidroxilo y pueden ser expresados por ejemplo mediante la fórmula FeO(OH).

15

En un paso (a) de proceso, se obtiene en el medio acuoso de recubrimiento un primer material CPM1 de pigmento coloreado que comprende el sustrato recubierto con el óxido metálico que contiene hidroxilo. Preferiblemente, el paso (a) de proceso no incluye un paso de secado, en particular paso de secado térmico, el cual da como resultado un primer material CPM1 de pigmento coloreado seco o sustancialmente seco. Preferiblemente, entre los pasos (a) y (b) no existe tampoco tal paso de secado. "Sustancialmente seco" indica preferiblemente que el contenido de líquido sería inferior a 5 % en peso o incluso inferior a 2 % en peso.

20

En una realización preferida, se añade un sólido inorgánico no metálico al medio acuoso de recubrimiento que contiene el primer material CPM1 de pigmento coloreado. Preferiblemente el sólido inorgánico no metálico está en forma de partículas o en polvo.

25

El sólido inorgánico no metálico puede ser añadido al medio acuoso de recubrimiento mientras se está preparando todavía sobre el sustrato la capa del óxido metálico que contiene hidroxilo, o puede ser añadido cuando se ha completado sobre el sustrato la preparación de la capa de óxido metálico que contiene hidroxilo (es decir preparación del primer material CPM1 de pigmento coloreado).

30 Los sólidos inorgánicos no metálicos que son útiles para la presente invención pueden ser seleccionados de entre silicatos o filosilicatos escamosos o en capas, óxidos de aluminio, aluminosilicatos, vidrio o cualquier mezcla de estos. El sólido inorgánico no metálico que es añadido al medio acuoso de recubrimiento puede ser no recubierto o cubierto, por ejemplo con una capa de óxido metálico tal como una capa de óxido de hierro u óxido de titanio.

Un filosilicato o silicato en láminas o capas preferido es mica. La mica es conocida comúnmente por la persona experta y está comercialmente disponible. En la presente invención pueden usarse tanto mica sintética como mica de ocurrencia natural. Los materiales ejemplares de mica que pueden ser mencionados incluyen por ejemplo flogopita y fluoroflogopita.

35

El promedio del tamaño de partícula del sólido inorgánico no metálico puede variar sobre un amplio intervalo. Preferiblemente, se elige un promedio de tamaño de partícula del sólido inorgánico no metálico, que es similar al promedio de tamaño de partícula del primer material CPM1 de pigmento coloreado. En una realización preferida, el promedio del tamaño de partícula del sólido inorgánico no metálico y el promedio del tamaño de partícula del primer material CPM1 de pigmento coloreado o el sustrato, no difieren en más de 30%, más preferiblemente no difieren en más de 15%. En una realización preferida, el sólido inorgánico no metálico tiene una morfología tipo placa y una relación de aspecto que difiere en menos de 30%, más preferiblemente menos de 15% de la relación de aspecto del sustrato de pigmento.

40

45

Preferiblemente, el sólido inorgánico no metálico es añadido al medio acuoso de recubrimiento en una cantidad desde 1 % en peso hasta 50 % en peso, más preferiblemente desde 5 % en peso hasta 30 % en peso, basado en la cantidad del primer material CPM1 de pigmento coloreado.

Mientras se añade el sólido inorgánico no metálico, preferiblemente se agita la composición acuosa de recubrimiento, para mezclar de manera efectiva el sólido inorgánico no metálico y el primer material CPM1 de pigmento coloreado.

50

La presencia del sólido inorgánico no metálico ayuda a suprimir una reacción aluminotérmica, en particular si el material que contiene pigmento es sometido a un paso de secado en una última etapa.

Como se indicó anteriormente, el proceso de la presente invención comprende un paso (b) de suministro del primer material CPM1 de pigmento coloreado a un medio líquido de postratamiento, que comprende uno o más líquidos orgánicos de alto punto de ebullición, y un paso (c) de calentamiento del medio líquido de postratamiento a una temperatura de por lo menos 90°C para obtener un segundo material CPM2 de pigmento coloreado.

5 Con el término "postratamiento", se indica que dicho tratamiento es llevado a cabo sobre un sustrato de pigmento que ya ha sido cubierto con el óxido metálico que contiene hidroxilo.

10 El primer material CPM1 de pigmento coloreado puede ser suministrado en el medio líquido de postratamiento mediante eliminación parcial del medio acuoso de recubrimiento, obteniendo de ese modo el primer material CPM1 de pigmento coloreado como un material húmedo, y suspendiendo el CPM1 húmedo en un medio líquido de postratamiento.

La relación en peso del CPM1 húmedo (por ejemplo en la forma de una torta de filtro húmeda) al uno o más líquidos orgánicos de alto punto de ebullición, está preferiblemente dentro del rango desde 1/1 a 1/40, o desde 1/2 a 1/20.

15 Preferiblemente, el medio acuoso de recubrimiento es eliminado parcialmente por filtración. Así, el primer material CPM1 de pigmento coloreado es obtenido en la forma de una torta de filtro húmeda, la cual es suspendida a continuación en el medio líquido de postratamiento.

20 El CPM1 húmedo (por ejemplo en la forma de una torta de filtro húmeda) puede ser suspendido en el medio líquido de postratamiento, por medios comúnmente conocidos por la persona experta. El CPM1 húmedo puede ser transferido a un recipiente que contiene el medio líquido de postratamiento y luego ser suspendido allí. De modo alternativo, el medio líquido de postratamiento puede ser alimentado al CPM1 húmedo y la suspensión del CPM1 en el medio líquido de postratamiento puede ser transferida a continuación a otro recipiente.

La eliminación parcial del medio acuoso de recubrimiento puede ser lograda también mediante tratamiento térmico, posiblemente en combinación con un paso de filtración.

25 Después de la eliminación parcial del medio acuoso de recubrimiento (por ejemplo por filtración y/o evaporación), el CPM1 húmedo (por ejemplo en la forma de una torta de filtro húmeda) debería contener todavía dicho medio acuoso de recubrimiento en una cantidad suficiente para minimizar el riesgo de desencadenar una reacción aluminotérmica. Típicamente, el contenido de sólidos del CPM1 húmedo después de la eliminación parcial del medio acuoso de recubrimiento puede estar dentro del intervalo de 10 % en peso a 90 % en peso, o desde 20 % en peso a 80 % en peso, o desde 30 % en peso a 70 % en peso.

30 El primer material CPM1 de pigmento coloreado puede ser suministrado también al medio líquido de postratamiento mediante intercambio continuo del medio acuoso de recubrimiento con el medio líquido de postratamiento.

35 El primer material CPM1 de pigmento coloreado puede ser suministrado también al medio líquido de postratamiento usando en el paso (a) un medio acuoso de recubrimiento que ya contiene uno o más líquidos orgánicos de alto punto de ebullición, o añadiendo uno o más líquidos orgánicos de alto punto de ebullición a la composición acuosa de recubrimiento, durante o después de la formación del primer material CPM1 de pigmento coloreado en el paso (a), e incrementando a continuación, preferiblemente maximizando, mediante tratamiento térmico la cantidad relativa del(los) líquido(s) orgánico(s) de alto punto de ebullición, preferiblemente a una temperatura de por lo menos 90°C, más preferiblemente por lo menos 100°C, incluso más preferiblemente por lo menos 120°C o por lo menos 140°C. Debido a este tratamiento térmico, se eliminan por lo menos parcialmente los líquidos orgánicos de menor punto de ebullición (si se comparan con el(los) punto(s) de ebullición del uno o más líquidos de alto punto de ebullición) y opcionalmente agua.

45 Como se indicó anteriormente, el medio líquido de postratamiento comprende uno o más líquidos orgánicos de alto punto de ebullición. El líquido orgánico de alto punto de ebullición tiene un punto de ebullición de por lo menos 90°C, preferiblemente por lo menos 100°C, más preferiblemente por lo menos 120°C o por lo menos 140°C. En una realización preferida, el punto de ebullición del líquido orgánico de alto punto de ebullición está dentro del intervalo de 90 a 400°C, más preferiblemente de 100 a 300°C, o de 120 a 300°C, o de 140 a 300°C.

50 Los líquidos orgánicos que tienen un punto de ebullición dentro de los intervalos descritos anteriormente, son conocidos por la persona experta. Preferiblemente, el líquido orgánico de alto punto de ebullición es seleccionado de entre alcoholes tales como monohidroxi alcoholes, dioles (por ejemplo glicoles) o polioles, glicol éteres (por ejemplo dietilenglicol monoetil éter), poliglicol éteres, polietilenglicol monoetil éteres, polipropileno glicoles, aldehídos, ésteres, ésteres de carbonato como propileno carbonato, ácidos orgánicos, amidas orgánicas, lactamas tales como N-metil pirrolidona, cetonas, éteres, alcanos, alquenos, alquinos sustituidos con haluro, alcanos, polímeros líquidos, o aceites minerales o mezclas de ellos.

Preferiblemente, el medio líquido de postratamiento contiene el uno o más líquidos orgánicos de alto punto de

ebullición en una cantidad de por lo menos 70 % en peso, más preferiblemente por lo menos 80 % en peso o por lo menos 90 % en peso, basada en el peso total de los componentes líquidos.

5 Como se indicó anteriormente, el medio líquido de postratamiento es calentado a una temperatura de por lo menos 90°C, más preferiblemente por lo menos 100°C, incluso más preferiblemente por lo menos 120°C o incluso por lo menos 140°C, para obtener un segundo material CPM2 de pigmento coloreado.

Preferiblemente, el medio líquido de postratamiento es calentado a una temperatura de 90 a 400°C, más preferiblemente de 100 a 300°C, o de 120 a 300°C, o de 140 a 300°C.

10 A estas temperaturas es posible la eliminación de los líquidos orgánicos de menor punto de ebullición, que podrían estar presentes aún, y agua (si se usa una temperatura de calentamiento de por lo menos 100°C), incrementando de ese modo de manera continua el contenido de líquidos orgánicos con alto punto de ebullición.

Si el medio líquido de postratamiento contiene uno o más líquidos orgánicos de menor punto de ebullición, por ejemplo por debajo de 90°C o por debajo de 85°C, y opcionalmente agua, puede preferirse continuar el calentamiento del medio líquido de postratamiento hasta que los líquidos orgánicos de menor punto de ebullición y opcionalmente agua son eliminados por lo menos parcialmente del medio líquido de postratamiento.

15 En una realización preferida, se calienta el medio líquido de postratamiento a una temperatura de por lo menos 90°C, más preferiblemente por lo menos 100°C o por lo menos 120°C o incluso por lo menos 140°C, por al menos un periodo de tiempo que es suficiente para maximizar la cantidad relativa del(los) líquido(s) orgánico(s) de alto punto de ebullición, basada en la cantidad total de componentes líquidos, seguido opcionalmente por un tratamiento térmico continuado a la temperatura indicada anteriormente por un periodo de tiempo de por lo menos 0.5 h, más preferiblemente por lo menos 3 h.

20 Estas temperaturas descritas arriba son suficientemente altas como para reducir el número de grupos hidroxilo en el primer material CPM1 coloreado, obteniendo de este modo un segundo material CPM2 de pigmento coloreado que tiene un menor contenido de grupos hidroxilo, comparado con CPM1, y que tiene mejor estabilidad de color. Típicamente, el color del segundo material CPM2 de pigmento coloreado es diferente del color del primer material CPM1 de pigmento coloreado, es decir CPM1 y CPM2 tienen diferentes propiedades de absorción de luz.

25 Dentro de la presente invención, es posible también que el medio acuoso de recubrimiento ya contenga uno o más de los líquidos orgánicos de alto punto de ebullición descritos anteriormente y por ello puede actuar no sólo como un medio de recubrimiento sino también como un medio líquido de postratamiento. En esta realización específica, el medio acuoso de recubrimiento corresponde al medio líquido de postratamiento. De acuerdo con esta realización preferida, no son necesarias operaciones específicas tales como filtración y subsiguiente transferencia de la torta de filtro húmeda al medio líquido de postratamiento.

30 Típicamente, el periodo de calentamiento del primer material CPM1 de pigmento coloreado en el medio líquido de postratamiento puede ser por lo menos 0.5 h, más preferiblemente por lo menos 3 h y puede variar por ejemplo de 0.5 h a 48 h, más preferiblemente de 3 h a 48 h. Si el medio líquido de postratamiento en el cual se suministra el primer material de pigmento coloreado, contiene uno o más líquidos orgánicos de menor punto de ebullición, por ejemplo por debajo de 90°C o por debajo de 85°C, y opcionalmente agua, puede preferirse eliminar los líquidos orgánicos y opcionalmente agua, mediante calentamiento y luego calentamiento continuado por el período de calentamiento especificado anteriormente.

35 La conversión del primer material CPM1 de pigmento coloreado al segundo material CPM2 de pigmento coloreado mediante calentamiento térmico en el medio líquido de postratamiento, puede ser detectada también mediante mediciones ópticas.

40 Si el óxido metálico que contiene hidroxilo es un óxido de hierro que contiene hidroxilo (por ejemplo representado por la fórmula $\text{FeO}(\text{OH})$), puede detectarse un desplazamiento de color durante el tratamiento térmico en el medio líquido de postratamiento, lo cual da como resultado la conversión de $\text{FeO}(\text{OH})$ a Fe_2O_3 . Puede detectarse también un desplazamiento de color durante la conversión de hidróxido de óxido de titanio a TiO_2 .

45 Preferiblemente, se continúa el calentamiento del medio líquido de postratamiento hasta que se obtiene el color final deseado, o hasta que no se detecta ya desplazamiento de color en el material de pigmento coloreado. En una realización preferida, el segundo material CPM2 de pigmento coloreado obtenido en el paso (c) no muestra más un desplazamiento de color por calentamiento adicional en el medio líquido de postratamiento.

50 Puede preferirse continuar el calentamiento del medio líquido de postratamiento en el paso (c) hasta que por lo menos 95 % en peso, más preferiblemente por lo menos 98 % en peso o por lo menos 99 % en peso del óxido de hierro u óxido de titanio que contiene hidroxilo en CPM1 son convertidos a los correspondientes óxidos de hierro o de titanio (es decir un óxido metálico que está totalmente condensado tal como Fe_2O_3 , Fe_3O_4 , o TiO_2). Por otro lado,

puede preferirse continuar el calentamiento del medio líquido de postratamiento en el paso (c) en una extensión tal que los grupos hidroxilo están presentes aún en la superficie del segundo material CPM2 de pigmento coloreado. A través de estos grupos hidroxilo superficiales, puede efectuarse posteriormente un paso de modificación superficial.

5 El medio líquido de postratamiento que contiene el segundo material CPM2 de pigmento coloreado puede ser sometido a un paso de filtración para obtener el CPM2 en la forma de un material húmedo (por ejemplo una torta de filtro húmeda). La torta de filtro húmeda CPM2 puede ser sometida opcionalmente a un paso de lavado. Los líquidos apropiados de lavado incluyen por ejemplo líquidos orgánicos polares tales como alcoholes C₁₋₄ (por ejemplo etanol, isopropanol). Típicamente, el CPM2 obtenido después del paso final de filtración es una pasta.

10 El contenido de sólidos del segundo material CPM2 de pigmento coloreado húmedo obtenido después del paso final de filtración (por ejemplo en la forma de una pasta) puede variar sobre un amplio intervalo. Típicamente, el CPM2 húmedo tiene un contenido de sólidos de desde 10 % en peso a 80 % en peso, o desde 15 % en peso a 70 % en peso.

15 El CPM2 húmedo puede contener aún uno o más de los líquidos de alto punto de ebullición descritos anteriormente. La cantidad del(los) líquido(s) orgánico(s) de alto punto de ebullición en el CPM2 final húmedo depende de si se ha llevado a cabo un paso de lavado después del paso final de filtración.

De acuerdo con ello, el componente líquido del CPM2 húmedo puede contener el líquido orgánico de alto punto de ebullición, en una cantidad de 100 % en peso (es decir no están presentes otros líquidos en el CPM2 húmedo) a 0.5 % en peso, o desde 50 a 0.5 % en peso, o desde 10 % en peso a 0.5 % en peso.

20 Como se mencionó anteriormente, si el medio líquido de postratamiento contiene uno o más líquidos orgánicos de bajo punto de ebullición, por ejemplo por debajo de 90°C o por debajo de 85°C, y opcionalmente agua, puede preferirse continuar el calentamiento del medio líquido de postratamiento, hasta que los líquidos orgánicos de menor punto de ebullición y opcionalmente agua sean eliminados por lo menos parcialmente del medio líquido de postratamiento.

25 De acuerdo con ello, es posible obtener finalmente un CPM2 húmedo que tiene un muy bajo contenido de agua o incluso está libre de agua. Esto puede mejorar posteriormente la dispersión de CPM2 húmedo en recubrimientos en base orgánica. Preferiblemente, el CPM2 húmedo obtenido del proceso de la presente invención tiene un contenido de agua inferior a 10 % en peso, más preferiblemente inferior a 5 % en peso o incluso inferior a 2 % en peso, basado en el peso total del CPM2 húmedo. El CPM2 húmedo obtenido del proceso de la presente invención puede incluso estar libre de agua. El contenido de agua es determinado a través de titulación Karl-Fischer.

30 Opcionalmente, el proceso de la presente invención puede comprender también un paso (d) en el que el segundo material CPM2 de pigmento coloreado es sometido a un paso de modificación superficial, por ejemplo con un agente de modificación de superficie que tiene un grupo funcional que es reactivo a la superficie del CPM2.

35 Los métodos para la modificación superficial de pigmentos que dan efecto y agentes modificadores de superficie apropiados, tales como silanos que tienen grupos funcionales con reactividad superficial (por ejemplo alcoxisilanos etc.) son conocidos por la persona experta y pueden mejorar la compatibilidad del material de pigmento que da efecto, con el barniz o laca. Por ejemplo en EP 1 682 622, EP 1 904 587 y EP 0 688 833 se describen métodos y agentes de modificación superficial.

En una realización preferida, el paso (d) de modificación superficial es llevado a cabo en el medio líquido de postratamiento, por ejemplo durante y/o a continuación del paso (c) de tratamiento térmico.

40 Debido a la presencia de uno o más de los líquidos orgánicos de alto punto de ebullición, el paso de modificación superficial puede ser llevado a cabo a mayor temperatura, preferiblemente por lo menos 100°C, más preferiblemente por lo menos 120°C o por lo menos 140°C (por ejemplo 100°C a 300°C o 120°C a 300°C o 140°C a 300°C), lo cual a su vez mejora la unión covalente de los agentes de modificación superficial a la superficie del pigmento.

45 Para el inicio o catálisis de la modificación superficial del segundo material CPM2 de pigmento coloreado, puede preferirse que el medio líquido de postratamiento en el cual se lleva a cabo el paso de modificación superficial, contenga agua. El agua puede estar presente aún desde el paso (c) o puede ser añadida después de paso (c) pero antes del paso (d).

50 Si está presente algo de agua al principio del paso de modificación superficial, puede preferirse llevar a cabo el paso de modificación superficial a una temperatura de por lo menos 100°C, más preferiblemente por lo menos 120°C o por lo menos 140°C por un tiempo que es suficiente para minimizar el contenido de agua o incluso eliminar toda el agua. Un bajo contenido de agua al completar el paso de modificación superficial indica que están presentes menos moléculas de agua que pueden atacar por hidrólisis el enlace covalente entre el agente de modificación

superficial y la superficie del pigmento.

Como se mencionó anteriormente, se prefiere que el sustrato sobre el cual se aplica la capa de óxido metálico que contiene hidróxido, esté hecha de aluminio o aleación de aluminio, preferiblemente en la forma de hojuelas o plaquetas, que comprende por lo menos una capa de pasivación sobre su superficie.

5 Así, en una realización preferida de la presente invención, el proceso comprende un paso (i) que es llevado a cabo antes del paso (a), en el que

- se aplica por lo menos una capa de pasivación sobre el aluminio o la aleación de aluminio en un medio líquido de pasivación, obteniendo de ese modo un sustrato pasivado,

10 - se suministra el sustrato pasivado a un medio líquido de pretratamiento que comprende por lo menos un líquido orgánico de alto punto de ebullición, y

- el medio líquido de pretratamiento es calentado a una temperatura de por lo menos 90°C para obtener un sustrato pretratado pasivado.

Con el término "pretratamiento", se indica que dicho tratamiento es llevado a cabo sobre un sustrato de pigmento que no ha sido aún recubierto con el óxido metálico que contiene hidroxilo.

15 Preferiblemente, el tratamiento térmico del sustrato pasivado es llevado a cabo una temperatura de por lo menos 100°C, más preferiblemente por lo menos 120°C o por lo menos 140°C.

Respecto a los líquidos orgánicos de alto punto de ebullición apropiados, puede hacerse referencia a aquellos usados para el medio líquido de postratamiento en los pasos (b) y (c). Preferiblemente, el líquido orgánico de alto punto de ebullición es seleccionado de entre alcoholes tales como monohidroxil alcoholes, dioles (por ejemplo glicoles) o polioles, glicol éteres (por ejemplo dietilenglicol monoetil éter), poliglicol éteres, polietilenglicol monoetil éteres, polipropilen glicoles, aldehídos, ésteres, carbonato ésteres como propilen carbonato, ácidos orgánicos, amidas orgánicas, lactamas tales como N-metil pirrolidona, cetonas, éteres, alcanos, alcanos sustituidos con haluros, alquenos, alquinos, polímeros líquidos o aceites minerales, o mezclas de ellos. Preferiblemente, el líquido orgánico de alto punto de ebullición tiene un punto de ebullición de por lo menos 90°C, más preferiblemente por lo menos 100°C, incluso más preferiblemente por lo menos 120°C o por lo menos 140°C. En una realización preferida, el punto de ebullición del líquido orgánico de alto punto de ebullición está dentro de un intervalo de desde 90 a 400°C, más preferiblemente desde 90 a 300°C, o desde 100 a 300°C, o desde 120 a 300°C, o desde 140 a 300°C.

Como se mencionó anteriormente, los métodos para la preparación de una capa de pasivación sobre un sustrato de pigmento que da efecto, tal como plaquetas de aluminio, son conocidos en general por la persona experta.

30 Como se discutió anteriormente también, las capas apropiadas de pasivación son conocidas en general por la persona experta. En la presente invención, la capa de pasivación es preferiblemente una capa inorgánica tal como una capa de fosfato metálico y/o una capa de óxido inorgánico.

El medio líquido de pasivación contiene preferiblemente agua en una cantidad que es suficiente para realizar hidrólisis de compuestos precursores apropiados y subsiguiente condensación de las especies hidrolizadas de precursor. Preferiblemente, aparte de agua, el medio líquido de pasivación contiene un líquido orgánico tal como etanol y/o iso-propanol, el cual puede actuar como solvente para el compuesto precursor que va a ser hidrolizado. Típicamente, estos líquidos orgánicos tienen un punto de ebullición inferior a 85°C o incluso inferior a 80°C.

40 En el paso (i), en el medio líquido de pasivación se prepara un sustrato pasivado y se añade entonces al medio líquido de pretratamiento. Preferiblemente, el paso (i) de proceso no incluye ningún paso de secado, en particular paso de secado térmico, lo cual da como resultado un sustrato pasivado seco o sustancialmente seco, o un sustrato pasivado seco o sustancialmente seco pretratado. Preferiblemente, tampoco existe tal paso de secado entre los pasos (i) y (a). "Sustancialmente seco" indica preferiblemente que el contenido de líquido sería inferior a 5 % en peso o incluso inferior a 2 % en peso.

45 El sustrato pasivado puede ser añadido al medio líquido de pretratamiento, eliminando parcialmente el medio líquido de pasivación, obteniendo con ello sustrato pasivado como un material húmedo, y suspendiendo el material de sustrato pasivado húmedo en el medio líquido de pretratamiento.

Preferiblemente, el medio líquido de pretratamiento contiene el uno más líquidos orgánicos de alto punto de ebullición en una cantidad de por lo menos 50 % en peso, más preferiblemente por lo menos 60 % en peso o por lo menos 70 % en peso, o por lo menos 80 % en peso.

50 La relación en peso del material sustrato pasivado húmedo (por ejemplo en la forma de una torta de filtro húmeda) al uno o más líquidos orgánicos de alto punto de ebullición está preferiblemente dentro del intervalo de desde 1/1 a

1/40, más preferiblemente 1/2 a 1/20.

En una realización preferida, el medio líquido de pasivación es eliminado parcialmente por filtración. Así, el sustrato pasivado es obtenido en la forma de una torta de filtro húmeda, que es suspendida a continuación en el medio líquido de pretratamiento.

- 5 El material de sustrato pasivado húmedo (por ejemplo en la forma de una torta de filtro húmeda) puede ser suspendido en el medio líquido de pretratamiento, por medios conocidos corrientemente por la persona experta. El material de sustrato húmedo puede ser transferido a un recipiente que contiene el medio líquido de pretratamiento y entonces suspendido allí. De modo alternativo, el medio líquido de pretratamiento puede ser alimentado al material de sustrato húmedo y la suspensión de sustrato pasivado en el medio líquido de pretratamiento, puede ser transferida a continuación a otro recipiente.

La eliminación parcial del medio líquido de pasivación puede ser ejecutada también por tratamiento térmico, posiblemente en combinación con un paso de filtración.

- 15 Típicamente, el contenido de sólidos del material de sustrato pasivado húmedo después de la eliminación parcial del medio líquido de pasivación puede estar dentro del intervalo de desde 10 % en peso a 90 % en peso, o desde 20 % en peso a 80 % en peso, o desde 30 % en peso a 70 % en peso.

El sustrato pasivado puede ser suministrado también al medio líquido de pretratamiento mediante intercambio continuo del medio líquido de pasivación con el medio líquido de pretratamiento.

- 20 El sustrato pasivado puede ser suministrado también al medio líquido de pretratamiento usando un medio líquido de pasivación que ya contiene uno o más líquidos orgánicos de alto punto de ebullición, por ejemplo en una cantidad de 50 % en peso o más, y/o añadiendo uno o más líquidos orgánicos de alto punto de ebullición al medio líquido de pasivación durante o después de la formación del sustrato pasivado, y a continuación incrementando, preferiblemente maximizando, la cantidad relativa del(los) líquido(s) orgánico(s) de alto punto de ebullición, mediante tratamiento térmico preferiblemente a una temperatura de por lo menos 90°C, más preferiblemente por lo menos 100°C, incluso más preferiblemente por lo menos 120°C o por lo menos 140°C. Debido a este tratamiento térmico, los líquidos orgánicos de menor punto de ebullición (comparado con el(los) punto(s) de ebullición del uno o más líquidos de alto punto de ebullición) y opcionalmente agua, son eliminados por lo menos parcialmente.

Como se indicó anteriormente, el medio líquido de pretratamiento es calentado a una temperatura de por lo menos 90°C, más preferiblemente por lo menos 100°C, incluso más preferiblemente por lo menos 120°C o por lo menos 140°C.

- 30 A estas temperaturas es posible la eliminación de líquidos orgánicos de bajo punto de ebullición que podrían estar aún presentes, y agua (si se usa una temperatura de calentamiento de por lo menos 100°C), incrementando con ello de manera continua el contenido de los líquidos de alto punto de ebullición.

Además, estas temperaturas son suficientemente altas como para iniciar reacciones adicionales de condensación entre grupos hidroxilo adyacentes.

- 35 Con la presente invención también es posible que el medio líquido de pasivación ya contenga uno o más de los líquidos orgánicos de alto punto de ebullición descritos anteriormente, y por ello puede no sólo actuar como un medio de pasivación sino también como un medio líquido de pretratamiento. En esta realización específica, el medio líquido de pasivación corresponde al medio líquido de pretratamiento. De acuerdo con esta realización preferida, no son necesarias operaciones específicas tales como filtración y subsiguiente transferencia de la torta de filtro húmeda al medio líquido de pretratamiento.

El sustrato pasivado pretratado puede ser transferido desde el medio líquido de pretratamiento del paso (i) al medio acuoso de recubrimiento del paso (a) por métodos conocidos comúnmente.

- 45 El sustrato pasivado pretratado puede ser suministrado en el medio acuoso de recubrimiento mediante la eliminación parcial del medio líquido de pretratamiento, obteniendo con ello el sustrato pasivado pretratado como un material húmedo, y suspendiendo el material húmedo de sustrato pasivado pretratado en el medio acuoso de recubrimiento.

En una realización preferida, el medio líquido de pretratamiento es eliminado parcialmente mediante filtración. Así, el sustrato pasivado pretratado es obtenido en la forma de una torta de filtro húmeda, que es suspendida a continuación en el medio acuoso de recubrimiento.

- 50 El material de sustrato pasivado pretratado húmedo (por ejemplo en la forma de una torta de filtro húmeda) puede ser suspendido en el medio acuoso de recubrimiento por medios comúnmente conocidos por la persona experta. El

material de sustrato húmedo puede ser transferido a un recipiente que contiene el medio acuoso de recubrimiento y entonces suspendido allí. De modo alternativo, el medio acuoso de recubrimiento puede ser alimentado al material de sustrato húmedo y la suspensión del sustrato pasivado pretratado en el medio acuoso de recubrimiento puede ser transferida a continuación a otro recipiente.

- 5 La eliminación parcial del medio líquido de pretratamiento puede ser ejecutada también por tratamiento térmico, posiblemente en combinación con un paso de filtración.

Típicamente, el contenido de sólidos del material de sustrato pasivado pretratado húmedo después de la eliminación parcial del medio líquido de pretratamiento puede estar dentro del intervalo de desde 10 % en peso a 90 % en peso, o desde 20 % en peso a 80 % en peso, o desde 30 % en peso a 70 % en peso.

- 10 El sustrato pasivado pretratado puede ser suministrado también al medio acuoso de recubrimiento mediante intercambio continuo del medio líquido de pretratamiento con el medio acuoso de recubrimiento.

Preferiblemente, el segundo material CPM2 de pigmento coloreado obtenido con el proceso de la presente invención es un material húmedo (por ejemplo en la forma de una pasta) que contiene componentes líquidos. El contenido de sólidos del segundo material CPM2 de pigmento coloreado húmedo puede variar sobre un amplio intervalo. Típicamente, el CPM2 húmedo tiene un contenido de sólidos de desde 10 % en peso a 80 % en peso, o desde 15 % en peso a 70 % en peso.

Los líquidos apropiados para suministrar el CPM2 en la forma de un material húmedo tal como una pasta, son conocidos por la persona experta y pueden ser seleccionados de entre por ejemplo líquidos orgánicos polares (tales como alcoholes C₁₋₄) o líquidos orgánicos no polares (tales como alcanos líquidos, aceite mineral, etc.). Estos líquidos orgánicos pueden originarse del paso final de lavado del CPM2. E CPM2 final húmedo puede contener todavía uno o más de los líquidos orgánicos de alto punto de ebullición descritos anteriormente. La cantidad del(los) líquido(s) orgánico(s) de alto punto de ebullición en el CPM2 final húmedo depende de si se ha llevado a cabo un paso de lavado después del paso final de filtración.

De acuerdo con ello, los componentes líquidos del CPM2 húmedo pueden contener el líquido orgánico de alto punto de ebullición en una cantidad de 100 % en peso (es decir no están presentes otros líquidos en el CPM2 húmedo) a 0.5 % en peso, o desde 50 % en peso a 0.5 % en peso, o desde 10 a 0.5 % en peso.

Preferiblemente, el CPM2 húmedo tiene un contenido de agua muy bajo o incluso es libre de agua. Posteriormente esto puede mejorar la dispersión del CPM2 húmedo en recubrimientos en base orgánica. Preferiblemente, el CPM2 húmedo obtenido del proceso de la presente invención tiene un contenido de agua inferior a 10 % en peso, más preferiblemente inferior a 5 % en peso, o incluso inferior a 2 % en peso, basado en el peso total de CPM2 húmedo. El CPM2 húmedo obtenido del proceso de la presente invención puede incluso estar libre de agua. El contenido de agua es determinado por titulación Karl-Fischer.

En los siguientes ejemplos se discutirá en más detalle la presente invención.

Ejemplos

35 Ejemplo 1

Se suspenden 50-200 g de aluminio en 1-3 litros de etanol. Siguiendo el método de pasivación descrito en Ejemplo 1 (paso a)) del documento EP 0 708 154, se aplica una capa de pasivación de SiO₂ sobre el aluminio. Se somete la suspensión obtenida de aluminio pasivado, etanol y agua a un paso de filtración. Sigue un paso de lavado con 0.5-3 litros de etanol y una filtración adicional. Se suspende una cantidad de 50-200 g de torta de filtro húmeda (que incluye también agua, etanol, y tetraetoxisilano no hidrolizado/parcialmente hidrolizado) en 300-1500 g de glicol. Se calienta la suspensión a 150°C. Se logra la eliminación de agua y etanol. Cuando no se arrastra más etanol o agua, se continúa la agitación a esta temperatura por 0-24 horas, seguido de enfriamiento y filtración. Se suspende la torta de filtro húmeda, es decir que contiene glicol, en 1-3 litros de agua.

Se calienta a 80°C la suspensión de aluminio pasivado en agua. Mediante adición de nitrato de hierro por un período de aproximadamente 12 a 48 horas, se aplica sobre el aluminio pasivado un óxido de hierro(III) que contiene hidroxilo. Se ajusta el pH a un intervalo de 2.5 a 4 mediante adición de una base (NaOH, NH₃, NaHCO₃). Después de haber aplicado la capa de óxido de hierro(III) que contiene hidroxilo que tiene el color deseado, la suspensión es enfriada, filtrada, y lavada con agua. Se suspende en glicol la torta de filtro húmeda en agua. La suspensión en glicol de aluminio pasivado y recubierto con óxido de hierro es calentada a 180°C. Debido al calentamiento de suspensión de glicol, se elimina el agua y el color cambia de naranja a rojo. El producto obtenido es un pigmento de Al/SiO₂/Fe₂O₃ que da efecto, en una pasta de glicol.

Ejemplo 2

Se prepara el aluminio recubierto con sílice, pasivado, como se explica en el ejemplo 1 (es decir siguiendo el método de pasivación descrito en el Ejemplo 1 (paso a)) de EP 0 708 154). El producto resultante de aluminio, SiO₂, agua, amoníaco, etanol y tetraetoxisilano no hidrolizado/parcialmente hidrolizado es separado mediante un método de filtración y lavado dos veces con etanol. Se suspenden 100 g de esta torta de filtro en 900 ml de agua y se recubren con una capa de óxido de hierro que contiene hidroxilo, como se explicó en el Ejemplo 1 hasta alcanzar el color deseado. Se separa el producto mediante filtración y se lava con aproximadamente 10 litros de agua. La torta de filtro húmeda con agua resultante es suspendida en glicol y se tratan térmicamente a 180°C por hasta 12 h. Después de ello, se separa el producto por filtración y se lava con isopropanol. Dependiendo del espesor de la capa de óxido de hierro y sílice, el producto resultante es una pasta de producto verde, dorada, naranja o roja en isopropanol. Además, dependiendo de qué tan extensamente se lave el producto con isopropanol, la pasta puede contener aún glicol.

Ejemplo 3

Se prepara el aluminio recubierto con sílice, pasivado, como se explica en el ejemplo 1. El producto resultante de aluminio, SiO₂, agua, amoníaco, etanol y tetraetoxisilano no hidrolizado/parcialmente hidrolizado es separado mediante un método de filtración y lavado dos veces con etanol. Se suspenden 100 g de esta torta de filtro en 900 ml de agua y se recubren con una capa de óxido de hierro que contiene hidroxilo, como se explicó en el Ejemplo 1 hasta alcanzar el color deseado. Se separa el producto mediante filtración y se lava con aproximadamente 10 litros de agua. La torta de filtro húmeda con agua resultante es suspendida en dietilenglicol monoetil éter y se tratan térmicamente a 180°C por hasta 12 h. Después de ello, se separa el producto por filtración y se lava con isopropanol. Dependiendo del espesor de la capa de óxido de hierro y sílice, el producto resultante es una pasta de producto verde, dorada, naranja o roja en isopropanol. Además, dependiendo de qué tan extensamente se lave el producto con isopropanol, la pasta puede contener aún dietilenglicol monoetil éter.

Ejemplo 4

Se prepara el aluminio recubierto con sílice, pasivado, como se explica en el ejemplo 1. El producto resultante de aluminio, SiO₂, agua, amoníaco, etanol y tetraetoxisilano no hidrolizado/parcialmente hidrolizado es separado mediante un método de filtración y lavado dos veces con etanol. Aproximadamente 300 g de esta torta de filtro húmeda con etanol son suspendidos en 1 litro de dietilenglicol monoetil éter y calentados a 157°C. Durante el calentamiento se retiran por arrastre 285 ml de solventes con menor punto de ebullición. Después de 16 h a 157°C el producto es enfriado y separado por métodos de filtración. Se suspenden 100 g de esta torta de filtro húmeda con dietilenglicol monoetil éter en 900 ml de agua y se recubren con una capa de óxido de hierro que contiene hidroxilo, como se explicó en el Ejemplo 1 hasta alcanzar el color deseado. Se separa el producto mediante filtración y se lava con aproximadamente 10 litros de agua. Se suspenden 23 g de torta de filtro húmeda con agua resultantes en 50 ml de dietilenglicol monoetil éter y se tratan térmicamente a 190°C por hasta 12 h. Después de ello, se separa el producto por filtración y se lava con isopropanol. Dependiendo del espesor de la capa de óxido de hierro y sílice, el producto resultante es una pasta de producto verde, dorada, naranja o roja, en isopropanol. Además, dependiendo de qué tan extensamente se lave el producto con isopropanol, la pasta puede contener aún dietilenglicol monoetil éter.

Ejemplo 5

Se prepara el aluminio recubierto con sílice, pasivado, como se explica en el ejemplo 1. El producto resultante de aluminio, SiO₂, agua, amoníaco, etanol y tetraetoxisilano no hidrolizado/parcialmente hidrolizado es separado mediante un método de filtración y lavado dos veces con etanol. Aproximadamente 300 g de esta torta de filtro húmeda con etanol son suspendidos en 1 litro de dietilenglicol monoetil éter y calentados a 157°C. Durante el calentamiento se retiran por arrastre 285 ml de solventes con menor punto de ebullición. Después de 16 h a 157°C el producto es enfriado y separado por métodos de filtración. Se suspenden 100 g de esta torta de filtro húmeda con dietilenglicol monoetil éter en 900 ml de agua y se recubren con una capa de óxido de hierro que contiene hidroxilo, como se explicó en el Ejemplo 1 hasta alcanzar el color deseado. Se separa el producto mediante filtración y se lava con aproximadamente 10 litros de agua. 23 g de la torta de filtro húmeda con agua resultante es suspendida en 50 ml de trietilenglicol y se tratan térmicamente a 190°C o 220°C o 250°C por hasta 12 h. Posteriormente el producto es separado por filtración y lavado con isopropanol. Dependiendo del espesor de la capa de óxido de hierro y sílice, el producto resultante es una pasta de producto verde, dorada, naranja o roja, en isopropanol. Además, dependiendo de qué tan extensamente se lave el producto con isopropanol, la pasta puede contener aún trietilenglicol.

Ejemplo 6

Se prepara el aluminio recubierto con sílice, pasivado, como se explica en el ejemplo 1. El producto resultante de aluminio, SiO₂, agua, amoníaco, etanol y tetraetoxisilano no hidrolizado/parcialmente hidrolizado es separado mediante un método de filtración y lavado dos veces con etanol. Aproximadamente 300 g de esta torta de filtro

húmeda con etanol son suspendidos en 1 litro de dietilenglicol monoetil éter y calentados a 157°C. Durante el calentamiento se retiran por arrastre 285 ml de solventes con menor punto de ebullición. Después de 16 h a 157°C el producto es enfriado y separado por métodos de filtración. Se suspenden 100 g de esta torta de filtro húmeda con dietilenglicol monoetil éter en 900 ml de agua y se recubren con una capa de óxido de hierro que contiene hidroxilo, como se explicó en el Ejemplo 1 hasta alcanzar el color deseado. Se separa el producto mediante filtración y se lava con aproximadamente 10 litros de agua. Se suspenden 23 g de esta pasta en 50 ml propilen carbonate y se tratan térmicamente a 190°C por hasta 12 h. Luego, se separa el producto por filtración y se lava con isopropanol. Dependiendo del espesor de la capa de óxido de hierro y sílice, el producto resultante es una pasta de producto verde, dorada, naranja o roja en isopropanol. Además, dependiendo de qué tan extensamente se lave el producto con isopropanol, la pasta puede contener aún propilen carbonato.

Ejemplo 7

Se prepara el aluminio recubierto con sílice, pasivado, como se explica en el ejemplo 1. El producto resultante de aluminio, SiO₂, agua, amoníaco, etanol y tetraetoxisilano no hidrolizado/parcialmente hidrolizado es separado mediante un método de filtración y lavado dos veces con etanol. Aproximadamente 300 g de esta torta de filtro húmeda con etanol son suspendidos en 1 litro de dietilenglicol monoetil éter y calentados a 157°C. Durante el calentamiento se retiran por arrastre 285 ml de solventes con menor punto de ebullición. Después de 16 h a 157°C el producto es enfriado y separado por métodos de filtración. Se suspenden 100 g de esta torta de filtro húmeda con dietilenglicol monoetil éter en 900 ml de agua y se recubren con una capa de óxido de hierro que contiene hidroxilo, como se explicó en el Ejemplo 1 hasta alcanzar el color deseado. Se separa el producto mediante filtración y se lava con aproximadamente 10 litros de agua. Se suspenden 23 g de esta pasta en 50 ml de polietilenglicolmonoetiléter con un peso molecular de aproximadamente 350 y se tratan térmicamente a 190°C por hasta 12 h. Después de ello, se separa el producto por filtración y se lava con isopropanol. El producto resultante es, dependiendo del espesor de la capa de óxido de hierro y sílice, una pasta de producto verde, dorada, naranja o roja en isopropanol. Además, dependiendo de qué tan extensamente se lave el producto con isopropanol, la pasta puede contener aún polietilenglicolmonoetiléter.

Ejemplo 8

Se prepara el aluminio recubierto con sílice, pasivado, como se explica en el ejemplo 1. El producto resultante de aluminio, SiO₂, agua, amoníaco, etanol y tetraetoxisilano no hidrolizado/parcialmente hidrolizado es separado mediante un método de filtración y lavado dos veces con etanol. Aproximadamente 300 g de esta torta de filtro húmeda con etanol son suspendidos en 1 litro de dietilenglicol monoetil éter y calentados a 157°C. Durante el calentamiento se retiran por arrastre 285 ml de solventes con menor punto de ebullición. Después de 16 h a 157°C el producto es enfriado y separado por métodos de filtración. Se suspenden 100 g de esta torta de filtro húmeda con dietilenglicol monoetil éter en 900 ml de agua y se recubren con una capa de óxido de hierro que contiene hidroxilo, como se explicó en el Ejemplo 1 hasta alcanzar el color deseado. Se separa el producto mediante filtración y se lava con aproximadamente 10 litros de agua. Se suspenden 23 g de esta pasta en 50 ml de polietilenglicolmonoetil éter con un peso molecular de aproximadamente 350 y se tratan térmicamente a 220°C por 0,5 h, 1 h, 3 h o 12 h. Después de ello, se separa el producto por filtración y se lava con isopropanol. El producto resultante es, dependiendo del espesor de la capa de óxido de hierro y sílice, una pasta de producto verde, dorada, naranja o roja en isopropanol. Además, dependiendo de qué tan extensamente se lave el producto con isopropanol, la pasta puede contener aún polietilenglicolmonoetil éter.

Ejemplo 9

Se prepara el aluminio recubierto con sílice, pasivado, como se explica en el ejemplo 1. El producto resultante de aluminio, SiO₂, agua, amoníaco, etanol y tetraetoxisilano no hidrolizado/parcialmente hidrolizado es separado mediante un método de filtración y lavado dos veces con etanol. Aproximadamente 300 g de esta torta de filtro húmeda con etanol son suspendidos en 1 litro de dietilenglicol monoetil éter y calentados a 157°C. Durante el calentamiento se retiran por arrastre 285 ml de solventes con menor punto de ebullición. Después de 16 h a 157°C el producto es enfriado y separado por métodos de filtración. Se suspenden 100 g de esta torta de filtro húmeda con dietilenglicol monoetil éter en 900 ml de agua y se recubren con una capa de óxido de hierro que contiene hidroxilo, como se explicó en el Ejemplo 1 hasta alcanzar el color deseado. Se separa el producto mediante filtración y se lava con aproximadamente 10 litros de agua. Se suspenden 23 g de esta pasta en 50 ml de polietilenglicolmonoetil éter con un peso molecular de aproximadamente 350 y se tratan térmicamente a 235°C por 0,5 h, 1 h, 3 h o 12 h. Después de ello, se separa el producto por filtración y se lava con isopropanol. El producto resultante es, dependiendo del espesor de la capa de óxido de hierro y sílice, una pasta de producto verde, dorada, naranja o roja en isopropanol. Además, dependiendo de qué tan extensamente se lave el producto con isopropanol, la pasta puede contener aún polietilenglicolmonoetil éter.

Ejemplo 10

Se prepara el aluminio recubierto con sílice, pasivado, como se explica en el ejemplo 1. El producto resultante de aluminio, SiO₂, agua, amoníaco, etanol y tetraetoxisilano no hidrolizado/parcialmente hidrolizado es separado mediante un método de filtración y lavado dos veces con etanol. Aproximadamente 300 g de esta torta de filtro húmeda con etanol son suspendidos en 1 litro de dietilenglicol monoetil éter y calentados a 157°C. Durante el calentamiento se retiran por arrastre 285 ml de solventes con menor punto de ebullición. Después de 16 h a 157°C el producto es enfriado y separado por métodos de filtración. Se suspenden 100 g de esta torta de filtro húmeda con dietilenglicol monoetil éter en 900 ml de agua y se recubren con una capa de óxido de hierro que contiene hidroxilo, como se explicó en el Ejemplo 1 hasta alcanzar el color deseado. Se separa el producto mediante filtración y se lava con aproximadamente 10 litros de agua. Se suspenden 23 g de esta pasta en 50 ml de N-metilpirrolidona y se tratan térmicamente a 190°C por 0,5 h, 1 h, 3 h o 12. Después de ello, se separa el producto por filtración y se lava con isopropanol. El producto resultante es, dependiendo del espesor de la capa de óxido de hierro y sílice, una pasta de producto verde, dorada, naranja o roja en isopropanol. Además, dependiendo de qué tan extensamente se lave el producto con isopropanol, la pasta puede contener aún N-metilpirrolidona.

Ejemplo 11

Se prepara el aluminio recubierto con sílice, pasivado, como se explica en el ejemplo 1. El producto resultante de aluminio, SiO₂, agua, amoníaco, etanol y tetraetoxisilano no hidrolizado/parcialmente hidrolizado es separado mediante un método de filtración y lavado dos veces con etanol. Aproximadamente 300 g de esta torta de filtro húmeda con etanol son suspendidos en 1 litro de dietilenglicol monoetil éter y calentados a 157°C. Durante el calentamiento se retiran por arrastre 285 ml de solventes con menor punto de ebullición. Después de 16 h a 157°C el producto es enfriado y separado por métodos de filtración. Se suspenden 100 g de esta torta de filtro húmeda con dietilenglicol monoetil éter en 900 ml de agua y se recubren con una capa de óxido de hierro que contiene hidroxilo, como se explicó en el Ejemplo 1 hasta alcanzar el color deseado. Se separa el producto mediante filtración y se lava con aproximadamente 10 litros de agua. Se suspenden 23 g de esta pasta en 50 ml de copolímeros de butilpolialquilen glicol con un peso molecular de aproximadamente 840 y se tratan térmicamente a 220°C por 0,5 h, 1 h, 3 h o 12 h. Después de ello, se separa el producto por filtración y se lava con isopropanol. El producto resultante es, dependiendo del espesor de la capa de óxido de hierro y sílice, una pasta de producto verde, dorada, naranja o roja en isopropanol. Además, dependiendo de qué tan extensamente se lave el producto con isopropanol, la pasta puede contener aún copolímeros de butilpolialquilen glicol.

Ejemplo 12

Se prepara el aluminio recubierto con sílice, pasivado, como se explica en el ejemplo 1. El producto resultante de aluminio, SiO₂, agua, amoníaco, etanol y tetraetoxisilano no hidrolizado/parcialmente hidrolizado es separado mediante un método de filtración y lavado dos veces con etanol. Aproximadamente 300 g de esta torta de filtro húmeda con etanol son suspendidos en 1 litro de dietilenglicol monoetil éter y calentados a 157°C. Durante el calentamiento se retiran por arrastre 285 ml de solventes con menor punto de ebullición. Después de 16 h a 157°C el producto es enfriado y separado por métodos de filtración. Se suspenden 100 g de esta torta de filtro húmeda con dietilenglicol monoetil éter en 900 ml de agua y se recubren con una capa de óxido de hierro que contiene hidroxilo, como se explicó en el Ejemplo 1 hasta alcanzar el color deseado. Se separa el producto mediante filtración y se lava con aproximadamente 10 litros de agua. Se suspenden 23 g de esta pasta en 50 ml de polipropilenglicoles con un peso molecular de aproximadamente 600 y se tratan térmicamente a 220°C por 0,5 h, 1 h, 3 h o 12 h. Después de ello, se separa el producto por filtración y se lava con isopropanol. El producto resultante es, dependiendo del espesor de la capa de óxido de hierro y sílice, una pasta de producto verde, dorada, naranja o roja en isopropanol. Además, dependiendo de qué tan extensamente se lave el producto con isopropanol, la pasta puede contener aún polipropilenglicol.

Ejemplo 13

Se prepara el aluminio recubierto con sílice, pasivado, como se explica en el ejemplo 1. El producto resultante de aluminio, SiO₂, agua, amoníaco, etanol y tetraetoxisilano no hidrolizado/parcialmente hidrolizado es separado mediante un método de filtración y lavado dos veces con etanol. Aproximadamente 300 g de esta torta de filtro húmeda con etanol son suspendidos en 1 litro de dietilenglicol monoetil éter y calentados a 157°C. Durante el calentamiento se retiran por arrastre 285 ml de solventes con menor punto de ebullición. Después de 16 h a 157°C el producto es enfriado y separado por métodos de filtración. Se suspenden 100 g de esta torta de filtro húmeda con dietilenglicol monoetil éter en 900 ml de agua y se recubren con una capa de óxido de hierro que contiene hidroxilo, como se explicó en el Ejemplo 1 hasta alcanzar el color deseado. Se separa el producto mediante filtración y se lava con aproximadamente 10 litros de agua. Se suspenden 51 g de esta pasta en 35 ml de polietilenglicolmonoetil éter con un peso molecular de aproximadamente 350 y se tratan térmicamente a 220°C por 0,5 h, 1 h, 3 h o 12 h. Después de ello, se separa el producto por filtración y se lava con isopropanol. El producto resultante es, dependiendo del espesor de la capa de óxido de hierro y sílice, una pasta de producto verde, dorada, naranja o roja

en isopropanol. Además, dependiendo de qué tan extensamente se lave el producto con isopropanol, la pasta puede contener aún polietilenglicolmonoetil éter.

Ejemplo 14

5 Se prepara el aluminio recubierto con sílice, pasivado, como se explica en el ejemplo 1 y/o EP 0 708 154. El producto resultante de aluminio, SiO₂, agua, amoníaco, etanol y tetraetoxisilano no hidrolizado/parcialmente hidrolizado es separado mediante un método de filtración y lavado dos veces con etanol. Aproximadamente 300 g de esta torta de filtro húmeda con etanol son suspendidos en 1 litro de dietilenglicol monoetil éter y calentados a 157°C. Durante el calentamiento se retiran por arrastre 285 ml de solventes con menor punto de ebullición. Después de 16 h a 157°C el producto es enfriado y separado por métodos de filtración. Se suspenden 100 g de esta torta de filtro húmeda con dietilenglicol monoetil éter en 900 ml de agua y se recubren con una capa de óxido de hierro que contiene hidroxilo, como se explicó en el Ejemplo 1 hasta alcanzar el color deseado. Se separa el producto mediante filtración y se lava con aproximadamente 10 litros de agua. Se suspenden 23 g de esta pasta en 50 ml de polietilenglicolmonoetil éter con un peso molecular de aproximadamente 350 y se tratan térmicamente a 220°C por 0,5 h, 1 h, 3 h o 12 h. Durante este tratamiento se hace burbujear aire a través de la suspensión. Después de ello, se separa el producto por filtración y se lava con isopropanol. El producto resultante es, dependiendo del espesor de la capa de óxido de hierro y sílice, una pasta de producto verde, dorada, naranja o roja en isopropanol. Además, dependiendo de qué tan extensamente se lave el producto con isopropanol, la pasta puede contener aún polietilenglicolmonoetil éter.

Ejemplo 15

20 Se prepara el aluminio recubierto con sílice, pasivado, como se explica en el ejemplo 1. El producto resultante de aluminio, SiO₂, agua, amoníaco, etanol y tetraetoxisilano no hidrolizado/parcialmente hidrolizado es separado mediante un método de filtración y lavado dos veces con etanol. Aproximadamente 300 g de esta torta de filtro húmeda con etanol son suspendidos en 1 litro de dietilenglicol monoetil éter y calentados a 157°C. Durante el calentamiento se retiran por arrastre 285 ml de solventes con menor punto de ebullición. Después de 16 h a 157°C el producto es enfriado y separado por métodos de filtración. Se suspenden 100 g de esta torta de filtro húmeda con dietilenglicol monoetil éter en 900 ml de agua y se recubren con una capa de óxido de hierro que contiene hidroxilo, como se explicó en el Ejemplo 1 hasta alcanzar el color deseado. Se separa el producto mediante filtración y se lava con aproximadamente 10 litros de agua. Se suspenden 23 g de esta pasta en 50 ml de polietilenglicolmonoetil éter con un peso molecular de aproximadamente 350 y se tratan térmicamente a 220°C por 0,5 h, 1 h, 3 h o 12 h. Durante el tratamiento se hace burbujear nitrógeno a través de la suspensión. Después de ello, se separa el producto por filtración y se lava con isopropanol. El producto resultante es, dependiendo del espesor de la capa de óxido de hierro y sílice, una pasta de producto verde, dorada, naranja o roja en isopropanol. Además, dependiendo de qué tan extensamente se lave el producto con isopropanol, la pasta puede contener aún polietilenglicolmonoetil éter.

Ejemplo 16

35 Se prepara el aluminio recubierto con sílice, pasivado, como se explica en el ejemplo 1, excepto que en lugar de etanol como solvente, se usa polietilenglicolmonoetiléter con un peso molecular de aproximadamente 350. El producto resultante de aluminio, SiO₂, agua, amoníaco, etanol, polietilenglicolmonoetil éter con un peso molecular de aproximadamente 350 y tetraetoxisilano no hidrolizado/parcialmente hidrolizado es separado mediante un método de filtración y lavado dos veces con etanol. Aproximadamente 300 g de esta torta de filtro húmeda con etanol son suspendidos en 1 litro de dietilenglicol monoetil éter y calentados a 157°C. Durante el calentamiento se retiran por arrastre aproximadamente 285 ml de solventes con menor punto de ebullición. Después de 16 h a 157°C el producto es enfriado y separado por métodos de filtración. Se suspenden 100 g de esta torta de filtro húmeda con dietilenglicol monoetil éter en 900 ml de agua y se recubren con una capa de óxido de hierro que contiene hidroxilo, como se explicó en el Ejemplo 1 hasta alcanzar el color deseado. Se separa el producto mediante filtración y se lava con aproximadamente 10 litros de agua. Se suspenden 23 g de esta pasta en 50 ml de polietilenglicolmonoetil éter con un peso molecular de aproximadamente 350 y se tratan térmicamente a 220°C por 0,5 h, 1 h, 3 h o 12 h. Después de ello, se separa el producto por filtración y se lava con isopropanol. El producto resultante es, dependiendo del espesor de la capa de óxido de hierro y sílice, una pasta de producto verde, dorada, naranja o roja en isopropanol. Además, dependiendo de qué tan extensamente se lave el producto con isopropanol, la pasta puede contener aún polietilenglicolmonoetil éter.

Ejemplo 17

55 Se prepara el aluminio recubierto con sílice, pasivado, como se explica en el ejemplo 1 y/o EP 0 708 154 excepto que en lugar de etanol como solvente ceniza dietilenglicol monoetil éter. El producto resultante de aluminio, SiO₂, agua, amoníaco, etanol, dietilenglicol monoetil éter y tetraetoxisilano no hidrolizado/parcialmente hidrolizado es separado mediante un método de filtración y lavado dos veces con etanol. Aproximadamente 300 g de esta torta de

5 filtro húmeda con etanol son suspendidos en 1 litro de dietilenglicol monoetil éter y calentados a 157°C. Durante el calentamiento se retiran por arrastre aproximadamente 285 ml de solventes con menor punto de ebullición. Después de 16 h a 157°C el producto es enfriado y separado por métodos de filtración. Se suspenden 100 g de esta torta de filtro húmeda con dietilenglicol monoetil éter en 900 ml de agua y se recubren con una capa de óxido de hierro que contiene hidroxilo, como se explicó en el Ejemplo 1 hasta alcanzar el color deseado. Se separa el producto mediante filtración y se lava con aproximadamente 10 litros de agua. Se suspenden 23 g de esta pasta en 50 ml de polietilenglicolmonoetil éter con un peso molecular de aproximadamente 350 y se tratan térmicamente a 220°C por 0,5 h, 1 h, 3 h o 12 h. Después de ello, se separa el producto por filtración y se lava con isopropanol. El producto resultante es, dependiendo del espesor de la capa de óxido de hierro y sílice, una pasta de producto verde, dorada, naranja o roja en isopropanol. Además, dependiendo de qué tan extensamente se lave el producto con isopropanol, la pasta puede contener aún polietilenglicolmonoetil éter.

Ejemplo 18

15 Se prepara el aluminio recubierto con sílice, pasivado, como se explica en el ejemplo 1 excepto que en lugar de etanol como solvente, se usa dietilenglicol monoetil éter. El producto resultante de aluminio, SiO₂, agua, amoníaco, etanol, dietilenglicol monoetil éter y tetraetoxisilano no hidrolizado/parcialmente hidrolizado es calentado hasta 160°C, después de adición de la cantidad deseada de TEOS y 4 horas adicionales de agitación, durante el tratamiento se retiran por arrastre los solventes con menor punto de ebullición. Se enfría la suspensión y se la separa mediante un método de filtración y lavado dos veces con etanol. Se suspenden 100 g de esta torta de filtro húmeda con dietilenglicol monoetil éter en 900 ml de agua y se recubren con una capa de óxido de hierro que contiene hidroxilo, como se explicó en el Ejemplo 1 hasta alcanzar el color deseado. Se separa el producto mediante filtración y se lava con aproximadamente 10 litros de agua. Se suspenden 23 g de esta pasta en 50 ml de polietilenglicolmonoetil éter con un peso molecular de aproximadamente 350 y se tratan térmicamente a 220°C por 0,5 h, 1 h, 3 h o 12 h. Después de ello, se separa el producto por filtración y se lava con isopropanol. El producto resultante es, dependiendo del espesor de la capa de óxido de hierro y sílice, una pasta de producto verde, dorada, naranja o roja en isopropanol. Además, dependiendo de qué tan extensamente se lave el producto con isopropanol, la pasta puede contener aún polietilenglicolmonoetil éter.

Ejemplo 19

30 Se prepara el aluminio recubierto con sílice, pasivado, como se explica en el ejemplo 1. El producto resultante de aluminio, SiO₂, agua, amoníaco, etanol y tetraetoxisilano no hidrolizado/parcialmente hidrolizado es separado mediante un método de filtración y lavado dos veces con etanol. Aproximadamente 300 g de esta torta de filtro húmeda con etanol son suspendidos en 1 litro de dietilenglicol monoetil éter y calentados a 157°C. Durante el calentamiento se retiran por arrastre 285 ml de solventes con menor punto de ebullición. Después de 16 h a 157°C el producto es enfriado y separado por métodos de filtración. Se suspenden 100 g de esta torta de filtro húmeda con dietilenglicol monoetil éter en 900 ml de agua y se recubren con una capa de óxido de hierro que contiene hidroxilo, como se explicó en el Ejemplo 1 hasta alcanzar el color deseado. Se separa el producto mediante filtración y se lava con aproximadamente 10 litros de agua. Se suspenden 100 g de esta pasta en 250 ml de fluido de isoparafina y se tratan térmicamente a 190°C por 0,5 h, 1 h, 3 h o 12 h. Después de ello, se separa el producto por filtración y se lava con isopropanol. El producto resultante es, dependiendo del espesor de la capa de óxido de hierro y sílice, una pasta de producto verde, dorada, naranja o roja en isopropanol. Además, dependiendo de qué tan extensamente se lave el producto con isopropanol, la pasta puede contener aún isoparafina.

Ejemplo 20

45 Se prepara el aluminio recubierto con sílice, pasivado, como se explica en el ejemplo 1. El producto resultante de aluminio, SiO₂, agua, amoníaco, etanol y tetraetoxisilano no hidrolizado/parcialmente hidrolizado es separado mediante un método de filtración y lavado dos veces con etanol. Aproximadamente 300 g de esta torta de filtro húmeda con etanol son suspendidos en 1 litro de dietilenglicol monoetil éter y calentados a 157°C. Durante el calentamiento se retiran por arrastre 285 ml de solventes con menor punto de ebullición. Después de 16 h a 157°C el producto es enfriado y separado por métodos de filtración. Se suspenden 100 g de esta torta de filtro húmeda con dietilenglicol monoetil éter en 900 ml de agua y se recubren con una capa de óxido de hierro que contiene hidroxilo, como se explicó en el Ejemplo 1 hasta alcanzar el color deseado. Se separa el producto mediante filtración y se lava con aproximadamente 10 litros de agua. Se suspenden 100 g de esta pasta en 250 ml de fluido de isoparafina y se tratan térmicamente a 220°C por 0,5 h, 1 h, 3 h o 12 h. Después de ello, se separa el producto por filtración y se lava con isopropanol. El producto resultante es, dependiendo del espesor de la capa de óxido de hierro y sílice, una pasta de producto verde, dorada, naranja o roja en isopropanol. Además, dependiendo de qué tan extensamente se lave el producto con isopropanol, la pasta puede contener aún isoparafina.

55 Ejemplo 21

Se prepara el aluminio recubierto con sílice, pasivado, como se explica en el ejemplo 1 y/o EP 0 708 154. El

producto resultante de aluminio, SiO₂, agua, amoníaco, etanol y tetraetoxisilano no hidrolizado/parcialmente hidrolizado es separado mediante un método de filtración y lavado dos veces con etanol. Aproximadamente 300 g de esta torta de filtro húmeda con etanol son suspendidos en 1 litro de dietilenglicol monoetil éter y calentados a 157°C. Durante el calentamiento se retiran por arrastre 285 ml de solventes con menor punto de ebullición.

5 Después de 16 h a 157°C el producto es enfriado y separado por métodos de filtración. Se suspenden 100 g de esta torta de filtro húmeda con dietilenglicol monoetil éter en 900 ml de agua y se recubren con una capa de óxido de hierro que contiene hidroxilo, como se explicó en el Ejemplo 1 hasta alcanzar el color deseado. Se separa el producto mediante filtración y se lava con aproximadamente 10 litros de agua. Se suspenden 100 g esta pasta en 250 ml de fluido de isoparafina y se tratan térmicamente a 250°C por 0,5 h, 1 h, 3 h o 12 h. Después de ello, se separa el producto por filtración y se lava con isopropanol. El producto resultante es, dependiendo del espesor de la capa de óxido de hierro y sílice, una pasta de producto verde, dorada, naranja o roja en isopropanol. Además, dependiendo de qué tan extensamente se lave el producto con isopropanol, la pasta puede contener aún isoparafina.

Ejemplo 22

15 Se prepara el aluminio recubierto con sílice, pasivado, como se explica en el ejemplo 1. El producto resultante de aluminio, SiO₂, agua, amoníaco, etanol y tetraetoxisilano no hidrolizado/parcialmente hidrolizado es separado mediante un método de filtración y lavado dos veces con etanol. Se suspenden 100 g de esta torta del filtro húmeda con etanol en 900 ml de agua y se recubren con una capa de óxido de hierro que contiene hidroxilo, como se explicó en el Ejemplo 1 hasta alcanzar el color deseado. Se separa el producto mediante filtración y se lava con aproximadamente 10 litros de agua. Se suspenden 100 g esta pasta en 250 ml de fluido de isoparafina y se tratan térmicamente a 220°C por 0,5 h, 1 h, 3 h o 12 h. Después de ello, se separa el producto por filtración y se lava con isopropanol. El producto resultante es, dependiendo del espesor de la capa de óxido de hierro y sílice, una pasta de producto verde, dorada, naranja o roja en isopropanol. Además, dependiendo de qué tan extensamente se lave el producto con isopropanol, la pasta puede contener aún isoparafina.

25 Ejemplo 23

Se prepara el aluminio recubierto con sílice, pasivado, como se explica en el ejemplo 1. El producto resultante de aluminio, SiO₂, agua, amoníaco, etanol y tetraetoxisilano no hidrolizado/parcialmente hidrolizado es separado mediante un método de filtración y lavado dos veces con etanol. Se suspenden 100 g de esta torta de filtro húmeda con etanol en 900 ml de agua y se recubren con una capa de óxido de hierro que contiene hidroxilo, como se explicó en el Ejemplo 1 hasta alcanzar el color deseado. Se separa el producto mediante filtración y se lava con aproximadamente 10 litros de agua primero, seguido por lavado dos veces con 1 litro de Isopropanol. Se suspenden 100 g esta pasta en 250 ml de fluido de isoparafina y se tratan térmicamente a 220°C por 0,5 h, 1 h, 3 h o 12 h. Después de ello, se separa el producto por filtración y se lava con Isopropanol. El producto resultante es, dependiendo del espesor de la capa de óxido de hierro y sílice, una pasta de producto verde, dorada, naranja o roja en isopropanol. Además, dependiendo de qué tan extensamente se lave el producto con isopropanol, la pasta puede contener aún isoparafina.

Ejemplo 24

40 Se prepara el aluminio recubierto con sílice, pasivado, como se explica en el ejemplo 1. El producto resultante de aluminio, SiO₂, agua, amoníaco, etanol y tetraetoxisilano no hidrolizado/parcialmente hidrolizado es separado mediante un método de filtración y lavado dos veces con etanol. Se suspenden 100 g de esta torta del filtro húmeda con etanol en 900 ml de agua y se recubren con una capa de óxido de hierro que contiene hidroxilo, como se explicó en el Ejemplo 1 hasta alcanzar el color deseado. Se separa el producto mediante filtración y se lava con aproximadamente 10 litros de agua primero, seguido por lavado por dos veces con 1 litro de isopropanol. Se suspenden 100 g de esta pasta en 250 ml de polietilenglicolmonoetil éter con un peso molecular de 350 y se tratan térmicamente a 220°C por 0,5 h, 1 h, 3 h o 12 h. Después de ello, se separa el producto por filtración y se lava con isopropanol. El producto resultante es, dependiendo del espesor de la capa de óxido de hierro y sílice, una pasta de producto verde, dorada, naranja o roja en isopropanol. Además, dependiendo de qué tan extensamente se lave el producto con isopropanol, la pasta puede contener aún polietilenglicolmonoetil éter.

Ejemplo 25

50 Se prepara el aluminio recubierto con sílice, pasivado, como se explica en el ejemplo 1. El producto resultante de aluminio, SiO₂, agua, amoníaco, etanol y tetraetoxisilano no hidrolizado/parcialmente hidrolizado es separado mediante un método de filtración y lavado dos veces con etanol. Se suspenden 100 g de esta torta de filtro húmeda con etanol en 900 ml de agua y se recubren con una capa de óxido de hierro que contiene hidroxilo, como se explicó en el Ejemplo 1 hasta alcanzar el color deseado. Se separa el producto mediante filtración y se lava con aproximadamente 10 litros de agua primero, seguido por lavado dos veces con 1 litro de isopropanol. Se suspenden 100 g de esta pasta en 800 ml de fluido de isoparafina y se tratan térmicamente a 220°C por 0,5 h, 1 h, 3 h o 12 h.

Después de ello, se separa el producto por filtración y se lava con isopropanol. El producto resultante es, dependiendo del espesor de la capa de óxido de hierro y sílice, una pasta de producto verde, dorada, naranja o roja en isopropanol. Además, dependiendo de qué tan extensamente se lave el producto con isopropanol, la pasta puede contener aún isoparafina.

5 **Ejemplo 26**

Se prepara el aluminio recubierto con sílice, pasivado, como se explica en el ejemplo 1. El producto resultante de aluminio, SiO₂, agua, amoníaco, etanol y tetraetoxisilano no hidrolizado/parcialmente hidrolizado es separado mediante un método de filtración y lavado dos veces con etanol. Se suspenden 100 g de esta torta de filtro húmeda con etanol en 900 ml de agua y se recubren con una capa de óxido de hierro que contiene hidroxilo, como se explicó en el Ejemplo 1 hasta alcanzar el color deseado. Se separa el producto mediante filtración y se lava con aproximadamente 10 litros de agua primero, seguido por lavado dos veces con 1 litro de isopropanol. Se suspenden 100 g de esta pasta en 800 ml de fluido de isoparafina y se tratan térmicamente a 220°C por 0,5 h, 1 h, 3 h o 12 h. Después de ello, se separa el producto por filtración y se lava con isopropanol. Se suspenden 46 g de esta pasta en 100 ml de isopropanol y se calientan a 70°C. A esa temperatura se agregan 1 g de 3-aminopropiltrimetoxisilano, 1 g agua y 2 g trietanolamina. Se agita la suspensión por 6 h a 70°C antes del enfriamiento y separación del producto por filtración. Se lava la torta del filtro con 50 ml de isopropanol. El producto resultante es, dependiendo del espesor de la capa de óxido de hierro y sílice, una pasta de producto verde, dorada, naranja o roja en isopropanol, con tratamiento superficial. Además, dependiendo de qué tan extensamente se lave el producto con isopropanol, la pasta puede contener aún isoparafina.

20 **Ejemplo 27**

Se prepara el aluminio recubierto con sílice, pasivado, como se explica en el ejemplo 1. El producto resultante de aluminio, SiO₂, agua, amoníaco, etanol y tetraetoxisilano no hidrolizado/parcialmente hidrolizado es separado mediante un método de filtración y lavado dos veces con etanol. Se suspenden 100 g de esta torta de filtro húmeda con etanol en 900 ml de agua y se recubren con una capa de óxido de hierro que contiene hidroxilo, como se explicó en el Ejemplo 1 hasta alcanzar el color deseado. Se separa el producto mediante filtración y se lava con aproximadamente 10 litros de agua primero, seguido por lavado dos veces con 1 litro de isopropanol. Se suspenden 100 g de esta pasta en 800 ml de fluido de isoparafina y se tratan térmicamente a 220°C por 0,5 h, 1 h, 3 h o 12 h. Después de ello, se separa el producto por filtración y se lava con isopropanol. Se suspenden 46 g de esta pasta en 100 ml de isopropanol y se calientan a 70°C. A esta temperatura se agrega 1 g de (3-glicidoxipropil)trimetoxisilano, 1 g de agua y 2 g de trietanolamina. Se agita la suspensión por 6 h a 70°C antes del enfriamiento y separación del producto por filtración. Se lava la torta del filtro con 50 ml de isopropanol. El producto resultante es, dependiendo del espesor de la capa de óxido de hierro y sílice, una pasta de producto verde, dorada, naranja o roja en isopropanol, con tratamiento superficial. Además, dependiendo de qué tan extensamente se lave el producto con isopropanol, la pasta puede contener aún isoparafina.

35 **Ejemplo 28**

Se prepara el aluminio recubierto con sílice, pasivado, como se explica en el ejemplo 1. El producto resultante de aluminio, SiO₂, agua, amoníaco, etanol y tetraetoxisilano no hidrolizado/parcialmente hidrolizado es separado mediante un método de filtración y lavado dos veces con etanol. Se suspenden 100 g de esta torta de filtro húmeda con etanol en 900 ml de agua y se recubren con una capa de óxido de hierro que contiene hidroxilo, como se explicó en el Ejemplo 1 hasta alcanzar el color deseado. Se separa el producto mediante filtración y se lava con aproximadamente 10 litros de agua primero, seguido por lavado dos veces con 1 litro de isopropanol. Se suspenden 100 g de esta pasta en 800 ml de fluido de isoparafina y se tratan térmicamente a 220°C por 0,5 h, 1 h, 3 h o 12 h. Después de ello, se separa el producto por filtración y se lava con isopropanol. Se suspenden 46 g de esta pasta en 100 ml de isopropanol y se calientan a 70°C. A esta temperatura se agrega 1 g de (3-glicidoxipropil)trimetoxisilano, 1 g de 3-aminopropiltrimetoxisilano, 1 g de agua y 2 g de trietanolamina. Se agita la suspensión por 6 h a 70°C antes del enfriamiento y separación del producto por filtración. Se lava la torta del filtro con 50 ml de isopropanol. El producto resultante es, dependiendo del espesor de la capa de óxido de hierro y sílice, una pasta de producto verde, dorada, naranja o roja en isopropanol, con tratamiento superficial. Además, dependiendo de qué tan extensamente se lave el producto con isopropanol, la pasta puede contener aún isoparafina.

50 **Ejemplo 29**

Se prepara el aluminio recubierto con sílice, pasivado, como se explica en el ejemplo 1 y/o EP 0 708 154. El producto resultante de aluminio, SiO₂, agua, amoníaco, etanol y tetraetoxisilano no hidrolizado/parcialmente hidrolizado es separado mediante un método de filtración y lavado dos veces con etanol. Se suspenden 100 g de esta torta de filtro húmeda con etanol en 900 ml de agua y se recubren con una capa de óxido de hierro que contiene hidroxilo, como se explicó en el Ejemplo 1 hasta alcanzar el color deseado. Se separa el producto mediante filtración y se lava con aproximadamente 10 litros de agua primero, seguido por lavado dos veces con 1

litro de isopropanol. Se suspenden 100 g de esta pasta en 800 ml de fluido de isoparafina y se tratan térmicamente a 220°C por 0,5 h, 1 h, 3 h o 12 h. Después de ello, se separa el producto por filtración y se lava con isopropanol. Se suspenden 46 g de esta pasta en 100 ml de isopropanol y se calientan a 70°C. A esta temperatura se agregan 2 g de 3-aminopropiltrimetoxisilano, 2 g de agua y 4 g de trietanolamina. Se agita la suspensión por 6 h a 70°C antes del enfriamiento y separación del producto por filtración. Se lava la torta del filtro con 50 ml de isopropanol. El producto resultante es, dependiendo del espesor de la capa de óxido de hierro y sílice, una pasta de producto verde, dorada, naranja o roja en isopropanol, con tratamiento superficial. Además, dependiendo de qué tan extensamente se lave el producto con isopropanol, la pasta puede contener aún isoparafina.

Ejemplo 30

Se prepara el aluminio recubierto con sílice, pasivado, como se explica en el ejemplo 1. El producto resultante de aluminio, SiO₂, agua, amoníaco, etanol y tetraetoxisilano no hidrolizado/parcialmente hidrolizado es separado mediante un método de filtración y lavado dos veces con etanol. Se suspenden 100 g de esta torta de filtro húmeda con etanol en 900 ml de agua y se recubren con una capa de óxido de hierro que contiene hidroxilo, como se explicó en el Ejemplo 1 hasta alcanzar el color deseado. Se separa el producto mediante filtración y se lava con aproximadamente 10 litros de agua primero, seguido por lavado dos veces con 1 litro de isopropanol. Se suspenden 46 g de esta pasta en 110 ml de fluido de isoparafina y se tratan térmicamente a 220°C por 3 h - 12 h. Durante el calentamiento se separan aproximadamente 13 ml de líquidos de bajo punto de ebullición. Después se enfría el producto a 70°C. A esta temperatura se agregan 2 g de 3-aminopropiltrimetoxisilano, 2 g de agua y 4 g de trietanolamina y se agita la suspensión a esa temperatura por 6 h antes de enfriar hasta temperatura ambiente. Se separa el producto por filtración y se lava tres veces con 20 ml de isopropanol. El producto resultante es, dependiendo del espesor de la capa de óxido de hierro y sílice, una pasta de producto verde, dorada, naranja o roja en isopropanol con tratamiento superficial. Además, dependiendo de qué tan extensamente se lave el producto con isopropanol, la pasta puede contener aún isoparafina.

Ejemplo 31

Se prepara el aluminio recubierto con sílice, pasivado, como se explica en el ejemplo 1. El producto resultante de aluminio, SiO₂, agua, amoníaco, etanol y tetraetoxisilano no hidrolizado/parcialmente hidrolizado es separado mediante un método de filtración y lavado dos veces con etanol. Se suspenden 100 g de esta torta de filtro húmeda con etanol en 900 ml de agua y se recubren con una capa de óxido de hierro que contiene hidroxilo, como se explicó en el Ejemplo 1 hasta alcanzar el color deseado. Se separa el producto mediante filtración y se lava con aproximadamente 10 litros de agua primero, seguido por lavado dos veces con 1 litro de isopropanol. Se suspenden 46 g de esta pasta en 110 ml de fluido de isoparafina y se tratan térmicamente a 220°C por 3 h. Durante el calentamiento se separan aproximadamente 13 ml de líquidos de bajo punto de ebullición. Después de ello se enfría el producto hasta 70°C. A esta temperatura se agregan 2 g de (3-glicidoxipropil)trimetoxisilano, 2 g de agua y 4 g de trietanolamina y se agita la suspensión a esa temperatura por 6 h antes de enfriar hasta temperatura ambiente. Se separa el producto por filtración y se lava tres veces con 20 ml de isopropanol. Dependiendo del espesor de la capa de óxido de hierro y sílice, el producto resultante es una pasta de producto verde, dorada, naranja o roja en isopropanol, con tratamiento superficial. Además, dependiendo de qué tan extensamente se lave el producto con isopropanol, la pasta puede contener aún isoparafina.

Ejemplo 32

Se prepara el aluminio recubierto con sílice, pasivado, como se explica en el ejemplo 1. El producto resultante de aluminio, SiO₂, agua, amoníaco, etanol y tetraetoxisilano no hidrolizado/parcialmente hidrolizado es separado mediante un método de filtración y lavado dos veces con etanol. Se suspenden 100 g de esta torta de filtro húmeda con etanol en 900 ml de agua y se recubren con una capa de óxido de hierro que contiene hidroxilo, como se explicó en el Ejemplo 1 hasta alcanzar el color deseado. Se separa el producto mediante filtración y se lava con aproximadamente 10 litros de agua primero, seguido por lavado dos veces con 1 litro de isopropanol. Se suspenden 46 g de esta pasta en 110 ml de fluido de isoparafina y se tratan térmicamente a 220°C por 3 h. Durante el calentamiento se separan aproximadamente 13 ml de líquidos de bajo punto de ebullición. Después de ello se enfría el producto hasta 70°C. A esta temperatura se agregan 2 g de 3-aminopropiltrimetoxisilano, 2 g de agua mezclados con 50 ml de isopropanol y 4 g de trietanolamina y se agita la suspensión a esa temperatura por 6 h antes de enfriar hasta temperatura ambiente. Se separa el producto por filtración y se lava tres veces con 20 ml de isopropanol. El producto resultante es, dependiendo del espesor de la capa de óxido de hierro y sílice, una pasta de producto verde, dorada, naranja o roja en isopropanol, con tratamiento superficial. Además, dependiendo de qué tan extensamente se lave el producto con isopropanol, la pasta puede contener aún isoparafina.

Ejemplo 33

Se prepara el aluminio recubierto con sílice, pasivado, como se explica en el ejemplo 1. El producto resultante de aluminio, SiO₂, agua, amoníaco, etanol y tetraetoxisilano no hidrolizado/parcialmente hidrolizado es separado

mediante un método de filtración y lavado dos veces con etanol. Se suspenden 100 g de esta torta de filtro húmeda con etanol en 900 ml de agua y se recubren con una capa de óxido de hierro que contiene hidroxilo, como se explicó en el Ejemplo 1 hasta alcanzar el color deseado. Se separa el producto mediante filtración y se lava con aproximadamente 10 litros de agua primero, seguido por lavado dos veces con 1 litro de isopropanol. Se suspenden 5 46 g de esta pasta en 110 ml de polietilenglicolmonoetil éter con un peso molecular de 350 y se tratan térmicamente a 220°C por 3 h - 12 h. Durante el calentamiento se separan aproximadamente 12 ml de líquidos de bajo punto de ebullición. Después de ello se enfría el producto hasta 70°C. A esta temperatura se agregan 2 g de 3-aminopropiltrimetoxisilano, 2 g de agua y 4 g de trietanolamina y se agita la suspensión a esa temperatura por 6 h antes de enfriar hasta temperatura ambiente. Se separa el producto por filtración y se lava tres veces con 20 ml de 10 isopropanol. El producto resultante es, dependiendo del espesor de la capa de óxido de hierro y sílice, una pasta de producto verde, dorada, naranja o roja en isopropanol, con tratamiento superficial. Además, dependiendo de qué tan extensamente se lave el producto con isopropanol, la pasta puede contener aún polietilenglicolmonoetil éter.

Ejemplo 34

Se prepara el aluminio recubierto con sílice, pasivado, como se explica en el ejemplo 1. El producto resultante de 15 aluminio, SiO₂, agua, amoníaco, etanol y tetraetoxisilano no hidrolizado/parcialmente hidrolizado es separado mediante un método de filtración y lavado dos veces con etanol. Se suspenden 100 g de esta torta de filtro húmeda con etanol en 900 ml de agua y se recubren con una capa de óxido de hierro que contiene hidroxilo, como se explicó en el Ejemplo 1 hasta alcanzar el color deseado. Se separa el producto mediante filtración y se lava con aproximadamente 10 litros de agua primero, seguido por lavado dos veces con 1 litro de isopropanol. Se suspenden 20 46 g de esta pasta en 110 ml de polietilenglicolmonoetil éter con un peso molecular de 350 y se tratan térmicamente a 220°C por 3 h -12 h. Durante el calentamiento se separan aproximadamente 12 ml de líquidos de bajo punto de ebullición. Después de ello se enfría el producto hasta 70°C. A esta temperatura se agregan 2 g de (3-glicidoxipropil)trimetoxisilano, 2 g de agua y 4 g de trietanolamina y se agita la suspensión a esa temperatura por 6 h antes de enfriar hasta temperatura ambiente. Se separa el producto por filtración y se lava tres veces con 20 ml de 25 isopropanol. El producto resultante es, dependiendo del espesor de la capa de óxido de hierro y sílice, una pasta de producto verde, dorada, naranja o roja en isopropanol, con tratamiento superficial. Además, dependiendo de qué tan extensamente se lave el producto con isopropanol, la pasta puede contener aún polietilenglicolmonoetil éter.

Ejemplo 35

Se prepara el aluminio recubierto con sílice, pasivado, como se explica en el ejemplo 1. El producto resultante de 30 aluminio, SiO₂, agua, amoníaco, etanol y tetraetoxisilano no hidrolizado/parcialmente hidrolizado es separado mediante un método de filtración y lavado dos veces con etanol. Se suspenden 100 g de esta torta de filtro húmeda con etanol en 900 ml de agua y se recubren con una capa de óxido de hierro que contiene hidroxilo, como se explicó en el Ejemplo 1 hasta alcanzar el color deseado. Se separa el producto mediante filtración y se lava con aproximadamente 10 litros de agua primero, seguido por lavado dos veces con 1 litro de isopropanol. Se suspenden 35 46 g de esta pasta en 110 ml de fluido de isoparafina y se tratan térmicamente a 220°C por 3 h - 12 h. Durante el calentamiento se separan aproximadamente 13 ml de líquidos de bajo punto de ebullición. Después de ello se enfría el producto hasta 70°C. A esta temperatura se agregan 2 g de 3-aminopropiltrimetoxisilano, 2 g de agua mezclados con 50 ml de isopropanol y 4 g de trietanolamina y se agita la suspensión a esa temperatura por 6 h antes de tratarla a 150°C. Se agita el producto a 150°C por 10 h antes de enfriar hasta temperatura ambiente. Se 40 separa el producto por filtración y se lava tres veces con 20 ml de isopropanol. El producto resultante es, dependiendo del espesor de la capa de óxido de hierro y sílice, una pasta de producto verde, dorada, naranja o roja en isopropanol, con tratamiento superficial. Además, dependiendo de qué tan extensamente se lave el producto con isopropanol, la pasta puede contener aún isoparafina.

Ejemplo 36

Se prepara el aluminio recubierto con sílice, pasivado, como se explica en el ejemplo 1. El producto resultante de 45 aluminio, SiO₂, agua, amoníaco, etanol y tetraetoxisilano no hidrolizado/parcialmente hidrolizado es separado mediante un método de filtración y lavado dos veces con etanol. Se suspenden 100 g de esta torta de filtro húmeda con etanol en 900 ml de agua y se recubren con una capa de óxido de hierro que contiene hidroxilo, como se explicó en el Ejemplo 1 hasta alcanzar el color deseado. Se separa el producto mediante filtración y se lava con 50 aproximadamente 10 litros de agua primero, seguido por lavado dos veces con 1 litro de isopropanol. Se suspenden 46 g de esta pasta en 110 ml de fluido de isoparafina y se tratan térmicamente a 220°C por 3 h. Durante el calentamiento se separan aproximadamente 13 ml de líquidos de bajo punto de ebullición. Después de ello se enfría el producto hasta 70°C. A esta temperatura se agregan 2 g de 3-(3-glicidoxipropil)trimetoxisilano, 2 g de agua mezclados con 50 ml de isopropanol y 4 g de trietanolamina y se agita la suspensión a esa temperatura por 6 h 55 antes de calentar a 150°C. Se agita el producto a 150°C por 10 h antes de enfriar hasta temperatura ambiente. Se separa el producto por filtración y se lava tres veces con 20 ml de isopropanol. El producto resultante es, dependiendo del espesor de la capa de óxido de hierro y sílice, una pasta de producto verde, dorada, naranja o roja

en isopropanol, con tratamiento superficial. Además, dependiendo de qué tan extensamente se lave el producto con isopropanol, la pasta puede contener aún isoparafina.

Ejemplo 37

5 Se prepara el aluminio recubierto con sílice, pasivado, como se explica en el ejemplo 1. El producto resultante de aluminio, SiO₂, agua, amoníaco, etanol y tetraetoxisilano no hidrolizado/parcialmente hidrolizado es separado mediante un método de filtración y lavado dos veces con etanol. Se suspenden 100 g de esta torta de filtro húmeda con etanol en 900 ml de agua y se recubren con una capa de óxido de hierro que contiene hidroxilo, como se explicó en el Ejemplo 1 hasta alcanzar el color deseado. Se separa el producto mediante filtración y se lava con aproximadamente 10 litros de agua primero, seguido por lavado dos veces con 1 litro de isopropanol. Se suspenden 10 46 g de esta pasta en 110 ml de polietilenglicolmonoetil éter con un peso molecular de 350 y se tratan térmicamente a 220°C por 3 h. Durante el calentamiento se separan 13 ml de líquidos de bajo punto de ebullición. Después de ello se enfría el producto hasta 70°C. A esta temperatura se agregan 2 g de 3-aminopropiltrimetoxisilano, 2 g de agua mezclados. 50 ml de isopropanol y 4 g de trietanolamina y se agita la suspensión a esa temperatura por 6 h antes de calentar a 150°C. Se agita el producto a 150°C por 10 h antes de enfriar hasta temperatura ambiente. Se 15 separa el producto por filtración y se lava tres veces con 20 ml de isopropanol. El producto resultante es, dependiendo del espesor de la capa de óxido de hierro y sílice, una pasta de producto verde, dorada, naranja o roja en isopropanol, con tratamiento superficial. Además, dependiendo de qué tan extensamente se lave el producto con isopropanol, la pasta puede contener aún polietilenglicolmonoetil éter.

Ejemplo 38

20 Se suspenden 50-200 g de aluminio en 1-3 litros de etanol. Siguiendo el método de pasivación descrito en Ejemplo 1 (paso a) de EP 0 708 154, se aplica una capa de pasivación de SiO₂ sobre el aluminio. La suspensión obtenida de aluminio pasivado, etanol y agua es sometida a un paso de filtración. Sigue el lavado con 0.5-3 litros de etanol y un paso adicional de filtración. Se suspende una cantidad de 50-200 g de torta de filtro húmeda (que incluye también agua, etanol, y tetraetoxisilano no hidrolizado/parcialmente hidrolizado) en 300-1500 g de glicol. Se calienta 25 la suspensión a 150°C. Se logra la eliminación de agua y etanol. Cuando no se elimina más etanol o agua, se continúa la agitación a esa temperatura por 0-24 horas, seguido por enfriamiento y filtración. Se suspende la torta del filtro húmeda, es decir que contiene glicol, en 1-3 litros de agua. La suspensión en agua de aluminio pasivado es calentada a aproximadamente 80°C. Mediante adición de solución de oxiclورو de titanio por un periodo de aproximadamente 12 to 48 horas, se aplica una capa de TiO₂ que contiene parcialmente hidroxilo. Durante la 30 adición de oxiclورو de titanio se ajusta el pH a un intervalo de 1.5 a 4, mediante adición de una base (NaOH, NH₃, NaHCO₃). Después de haber aplicado la capa que contiene óxido de Ti(IV) que contiene hidroxilo y haber alcanzado el color deseado, se enfría la suspensión, se filtra y se lava con agua e isopropanol. La torta de filtro húmeda con agua/isopropanol es suspendida en glicol y calentada a 180°C. Debido al calentamiento de la suspensión de glicol, se eliminan agua e isopropanol. El producto obtenido es un pigmento que da efecto de Al/SiO₂/TiO₂ coloreado, en 35 una pasta de glicol.

Ejemplo 39

Se prepara el aluminio recubierto con sílice, pasivado, como se explica en el ejemplo 1. El producto resultante de aluminio, SiO₂, agua, amoníaco, etanol y tetraetoxisilano no hidrolizado/parcialmente hidrolizado es separado mediante un método de filtración y lavado dos veces con etanol. Se suspenden 100 g de esta torta de filtro húmeda con etanol en 900 ml de agua y se recubren con una capa de óxido de titanio que contiene hidroxilo, como se explicó en el Ejemplo 38 hasta alcanzar el color deseado. Se separa el producto mediante filtración y se lava con aproximadamente 10 litros de agua primero, seguido por lavado dos veces con 1 litro de isopropanol. Se suspenden 40 100 g de esta pasta en 800 ml de fluido de isoparafina y se tratan térmicamente a 220°C por 0,5 h, 1 h o 3 h. Después de ello, se separa el producto por filtración y se lava con isopropanol. El producto obtenido es un pigmento que da efecto de Al/SiO₂/TiO₂ coloreado, en una pasta de isopropanol. Además, dependiendo de qué tan 45 extensamente se lave el producto con isopropanol, la pasta puede contener aún isoparafina.

REIVINDICACIONES

1. Un proceso para preparar un pigmento coloreado que da efecto, que comprende los pasos de
 - (a) preparación en un medio acuoso de recubrimiento de por lo menos una capa de un óxido metálico que contiene hidroxilo sobre un sustrato, obteniendo con ello en el medio acuoso de recubrimiento un primer material CPM1 de pigmento coloreado, que comprende el sustrato recubierto con el óxido metálico que contiene hidroxilo, en el que el sustrato es hecho de aluminio o aleación de aluminio, que comprende opcionalmente por lo menos una capa de pasivación, en el que el óxido metálico que contiene hidroxilo es un óxido de hierro que contiene hidroxilo o un óxido de titanio que contiene hidroxilo y/o una mezcla de ellos,
 - (b) suministro del primer material CPM1 de pigmento coloreado a un medio líquido de postratamiento, que comprende uno o más líquidos orgánicos de alto punto de ebullición, que tienen un punto de ebullición de por lo menos 90°C, y
 - (c) calentamiento del medio líquido de postratamiento a una temperatura de por lo menos 90°C para convertir el primer material CPM1 de pigmento coloreado en un segundo material CPM2 de pigmento coloreado.
2. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la capa de pasivación es una capa de fosfato metálico y/o una capa de óxido inorgánico.
3. El proceso de acuerdo con las reivindicaciones 1 o 2, en el que la capa de óxido de hierro o de titanio que contiene hidroxilo, tiene un espesor que da como resultado un color de acuerdo con series de interferencia de primer orden o de segundo orden.
4. El proceso de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, en el que se añade un sólido inorgánico no metálico al medio acuoso de recubrimiento que contiene el primer material CPM1 de pigmento coloreado, donde el sólido inorgánico no metálico es seleccionado preferiblemente de silicatos en lámina o en capa, óxidos de aluminio, aluminosilicatos, vidrio o cualquier combinación de ellos.
5. El proceso de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, en el que el primer material CPM1 de pigmento coloreado es suministrado en el medio líquido de postratamiento mediante eliminación parcial del medio acuoso de recubrimiento, obteniendo con ello el primer material CPM1 de pigmento coloreado como un material húmedo, y suspendiendo el CPM1 húmedo en el medio líquido de postratamiento.
6. El proceso de acuerdo con la reivindicación 5, en el que mediante filtración y/o tratamiento térmico, se remueve parcialmente la composición acuosa de recubrimiento.
7. El proceso de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, en el que el primer material CPM1 de pigmento coloreado es suministrado en el medio líquido de postratamiento mediante
 - uso en el paso (a) de un medio acuoso de recubrimiento que ya contiene uno o más líquidos orgánicos de alto punto de ebullición, y/o adición de uno o más líquidos orgánicos de alto punto de ebullición a la composición acuosa de recubrimiento, durante o después de la formación del primer material CPM1 de pigmento coloreado en el paso (a), y
 - subsiguiente aumento, preferiblemente maximización de la cantidad de líquido(s) orgánico(s) de alto punto de ebullición, respecto a la cantidad total de componentes líquidos, mediante tratamiento térmico .
8. El proceso de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, en el que el líquido orgánico de alto punto de ebullición es seleccionado de entre alcoholes, glicol éteres, poliglicol éteres, aldehídos, ésteres, ácidos orgánicos, cetonas, éteres, alcanos, alquenos, alquinos sustituidos con haluro, alcanos, polímeros líquidos, o aceites minerales, o mezclas de ellos.
9. El proceso de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, en el que el medio líquido de postratamiento contiene el uno o más líquidos orgánicos de alto punto de ebullición en una cantidad de por lo menos 70 % en peso.
10. El proceso de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, en el que el medio líquido de postratamiento es calentado en el paso (c) por al menos 0.5 h.
11. El proceso de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, en el que el medio líquido de postratamiento es calentado en el paso (c) por lo menos por un periodo de tiempo que es suficiente para maximizar la cantidad del(los) líquido(s) orgánico(s) de alto punto de ebullición, respecto a la cantidad total de los componentes líquidos.
12. El proceso de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, que incluye un paso (d) en el que se lleva a cabo una modificación superficial del segundo material CPM2 de pigmento coloreado, en el medio líquido de

postratamiento.

13. El proceso de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, que comprende un paso (i) que es llevado a cabo antes del paso (a), en el que

- 5 - se aplica por lo menos una capa de pasivación sobre el aluminio o aleación de aluminio en un medio líquido de pasivación, obteniendo con ello un sustrato pasivado,
- el sustrato pasivado es suministrado a un medio líquido de pretratamiento que comprende por lo menos un líquido orgánico de alto punto de ebullición, y
- el medio líquido de pretratamiento es calentado a una temperatura de por lo menos 90°C para obtener un sustrato pasivado pretratado.

10 14. El proceso de acuerdo con la reivindicación 13, en el que el sustrato pasivado es suministrado en el medio líquido de pretratamiento mediante la eliminación parcial del medio líquido de pasivación, preferiblemente por filtración y/o tratamiento térmico, obteniendo de ese modo el sustrato pasivado como un material húmedo, y suspendiendo el material de sustrato húmedo en el medio líquido de pretratamiento.

15 15. el proceso de acuerdo con una de las reivindicaciones 13-14, en el que el sustrato pasivado es suministrado en el medio líquido de pretratamiento mediante

- uso de un medio líquido de pasivación que ya contiene uno o más líquidos orgánicos de alto punto de ebullición, y/o adición de uno o más líquidos orgánicos de alto punto de ebullición al medio líquido de pasivación durante o después de la formación de sustrato pasivado, y
- 20 - subsiguiente aumento, preferiblemente maximización de la cantidad relativa del(los) líquido(s) orgánico(s) de alto punto de ebullición, mediante tratamiento térmico.

16. El proceso de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, en el que el proceso no incluye ningún paso de secado que da como resultado un primer material CPM1 de pigmento coloreado y/o sustrato pasivado y/o sustrato pasivado pretratado, seco o sustancialmente seco.