

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 622 110**

51 Int. Cl.:

C09C 3/06	(2006.01) C09D 201/00	(2006.01)
B05D 1/36	(2006.01) A61K 8/26	(2006.01)
B05D 5/06	(2006.01) A61K 8/02	(2006.01)
B05D 7/24	(2006.01) A61Q 1/02	(2006.01)
C09C 1/00	(2006.01) C09D 11/322	(2014.01)
C09C 1/40	(2006.01) C09D 5/36	(2006.01)
C09D 5/29	(2006.01) B82Y 30/00	(2011.01)
C09D 7/12	(2006.01) C09D 11/037	(2014.01)
C09D 11/00	(2014.01)	
C09D 11/02	(2014.01)	

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **02.10.2006 PCT/JP2006/319713**
- 87 Fecha y número de publicación internacional: **12.04.2007 WO07040206**
- 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **02.10.2006 E 06811061 (8)**
- 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **22.03.2017 EP 1932889**

54 Título: **Pigmento perlescente, procesos para producir el mismo, composición de material de revestimiento y composición de película de revestimiento**

30 Prioridad:

03.10.2005 JP 2005290148

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
05.07.2017

73 Titular/es:

**DAINICHISEIKA COLOR & CHEMICALS MFG.
CO., LTD. (100.0%)
7-6, Bakuro-cho 1-chome, Chuo-ku
Tokyo 103-8383, JP**

72 Inventor/es:

**ABE, TAKASHI;
MATSUZAKI, SATORU y
TAKAMI, SHOTOKU**

74 Agente/Representante:

UNGRÍA LÓPEZ, Javier

ES 2 622 110 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

Pigmento perlescente, procesos para producir el mismo, composición de material de revestimiento y composición de película de revestimiento

Campo técnico

La presente invención se refiere a un proceso para la producción de un pigmento perlescente obtenido mediante revestimiento de superficies de partículas de sustrato escamosas específicas (que se pueden denominar en lo sucesivo en el presente documento simplemente "partículas de sustrato") con un óxido metálico.

Antecedentes en la técnica

Los pigmentos perlescentes conocidos incluyen los obtenidos por revestimiento de superficies de partículas de sustrato, tales como escamas de mica, con un óxido metálico de gran índice de refracción tal como dióxido de titanio. En los últimos años, se han propuesto pigmentos perlescentes que hacen uso de escamas delgadas de alúmina como partículas de sustrato mejoradas en lisura, resistencia térmica y transparencia, en los que las escamas de mica son deficientes como partículas de sustrato (Documento de Patente 1). Sin embargo, cuando se usa una placa de alúmina producida mediante un proceso hidrotérmico como partícula de sustrato en el proceso descrito en el documento de patente anterior, la capacidad de adsorción de las partículas de óxido metálico sobre la alúmina es muy baja y, por lo tanto, las partículas del óxido metálico se unen en grandes agregados, fracasando de ese modo en proporcionar un pigmento equipado con una fotoluminiscencia satisfactoria. Incluso si se adsorben las partículas de óxido metálico sobre la placa de alúmina, las partículas del óxido metálico que cubren las partículas de sustrato son tan grandes que apenas está disponible fotoluminiscencia completamente uniforme, de la que no se percibe ninguna granulosidad, o fotoluminiscencia suave y elegante, es decir, perlescencia sedosa. Por lo tanto, no ha sido capaz de satisfacer completamente el arte requerido para las diversas solicitudes. Documento de Patente 1: JP-A-09-255891.

El documento de Patente EP 0763573 A2 divulga un sustrato escamoso que se usa para preparar un pigmento perlescente. El documento de Patente EP 1045014 A2 divulga una mezcla de pigmentos con al menos dos componentes, que comprende pigmentos de múltiples capas basados en mica, escamas de sílice, escamas de vidrio, escamas de óxido de aluminio o escamas de polímero; y pigmentos y/o cargas con color con forma de escama, forma de aguja o esféricos. El documento de Patente EP1072651 A1 divulga un pigmento en escamas delgadas y un método para fabricar el mismo.

Divulgación de la invención

Problema que se soluciona con la invención

Cuando el revestimiento de óxido metálico se lleva a cabo usando partículas de sustrato corrientes, la perlescencia de los pigmentos perlescentes convencionales no es uniforme y en su conjunto es deficiente en suavidad debido a la inclusión de grandes partículas de sustrato que tienen un gran tamaño medio de partícula y amplias áreas de reflexión, como se ha mencionado anteriormente, aunque tiene fotoluminiscencia fuerte discontinua. En un intento de superar este problema, se usaron partículas de sustrato de tamaño medio de partícula pequeño. La sensación granulada descrita anteriormente se redujo, pero todavía no era posible obtener ninguna perlescencia que tuviera una fotoluminiscencia suave y elegante y sensación sedosa.

Con las circunstancias precedentes de la técnica convencional a la vista, un objetivo de la presente invención es, por lo tanto, proporcionar un proceso para la producción de un pigmento perlescente que tenga, en su conjunto, tanto fotoluminiscencia uniforme como sensación elegante y sedosa y pueda satisfacer completamente el arte según se requiera.

Medios para solucionar el problema

Los objetivos descritos anteriormente se pueden conseguir mediante la presente invención que se describe en lo sucesivo en el presente documento. La presente invención se refiere a la materia objeto de la reivindicación 1.

Descrita específicamente, la presente invención proporciona un proceso para la producción de un pigmento perlescente que comprende partículas de sustrato producidas mediante un proceso hidrotérmico y capas de revestimiento formadas sobre las partículas de sustrato y compuestas por al menos un óxido metálico, donde el óxido metálico tiene un tamaño de partícula en el intervalo de 1 a 500 nm.

En el pigmento perlescente descrito anteriormente, puede ser preferente que las capas de revestimiento del óxido metálico sean capas mixtas y/o capas apiladas de dos o más óxidos metálicos; que las partículas de sustrato tengan un tamaño medio de partícula de 0,1 a 50 μm ; que las partículas de sustrato tengan una relación de aspecto (tamaño/grosor de partícula) de 5 a 500; que las partículas de sustrato tengan un tamaño medio de partícula del que

el coeficiente de variación estadístico sea de 20 a 90; y que el pigmento perlescente tenga un tamaño medio de partícula del que el coeficiente de variación estadístico sea de 20 a 90.

La presente invención proporciona un proceso para la producción de un pigmento perlescente, que comprende dispersar en agua partículas de sustrato producidas mediante un proceso hidrotérmico y activadas en las superficies de las mismas, hidrolizar una sal metálica en la dispersión resultante, permitir que el hidróxido metálico u óxido metálico resultante se deposite sobre las superficies de las partículas de sustrato, y a continuación someter el depósito resultante a tratamiento térmico para formar, sobre las superficies de las partículas de sustrato, capas de revestimiento de óxido metálico que tienen un tamaño de partícula en un intervalo de 1 a 500 nm. La activación de la superficie se lleva a cabo mediante al menos un método seleccionado entre tratamiento con plasma, tratamiento ultrasónico, tratamiento con ácido, tratamiento con álcali, tratamiento de choque o tratamiento de grabado químico.

Además, la presente invención divulga una composición de revestimiento que comprende el pigmento perlescente descrito anteriormente y una resina formadora de película. La composición de revestimiento puede contener preferentemente el pigmento perlescente y la resina formadora de película en un medio líquido.

Además, la presente invención divulga una composición de revestimiento que comprende una capa base de revestimiento formada a partir de la composición de revestimiento descrita anteriormente y una capa transparente de revestimiento formada sobre la capa base de revestimiento.

Preferentemente, la composición de revestimiento descrita anteriormente puede tener intensidades de luz reflejada que tengan un coeficiente de variación estadístico de no más de 5 cuando se miden con un fotómetro; o una relación de intensidad de reflexión a 45°/0° de no más de 100 cuando se mide con un ángulo de elevación de no menos de 0° con un goniofotómetro.

Además, la presente invención divulga una composición de revestimiento que comprende una capa base de revestimiento coloreada deseada formada sobre una superficie de un sustrato, una segunda capa base de revestimiento formada a partir de la composición de revestimiento descrita anteriormente sobre la capa base de revestimiento coloreada, y una capa transparente de revestimiento formada sobre la segunda capa base de revestimiento; y además una composición de revestimiento que comprende al menos una capa de revestimiento deseada formada sobre una superficie de un sustrato y al menos una capa formada a partir de la composición de revestimiento descrita anteriormente entre las capas de revestimiento o sobre la capa de revestimiento.

Efectos ventajosos de la presente invención

Los presentes inventores han realizado una investigación exhaustiva para conseguir los objetivos descritos anteriormente de la presente invención. Como resultado, han descubierto que las vistas de color de un pigmento perlescente, que se obtiene por activación de las superficies de partículas de sustrato obtenidas mediante un proceso hidrotérmico y a continuación por revestimiento de las partículas de sustrato con al menos un óxido metálico de un tamaño de partícula en un intervalo de 1 a 500 nm, y de artículos coloreados que hacen uso del pigmento que tiene tal arte, dan una fotoluminiscencia exenta de granulosidad, suave, y elegante y un tono de color sedoso. Además, cuando los diversos revestimientos descritos anteriormente se forman sobre sustratos mediante el uso de composiciones de revestimiento que contienen el pigmento perlescente descrito anteriormente, los revestimientos muestran completamente un buen arte.

Mejores modos de llevar a cabo la invención

La presente invención se describirá a continuación con mayor detalle basándose en ciertas realizaciones preferentes.

La expresión "proceso hidrotérmico", como se usa en el presente documento, significa un proceso que permite que los cristales de un material de sustrato, tal como alúmina, crezcan en un disolvente a alta temperatura y alta presión. Las condiciones para el crecimiento de los cristales son específicas de la estructura química del material de sustrato, el disolvente, la temperatura y la presión usadas, y similares. Por lo tanto, es posible sintetizar partículas de sustrato deseadas de acuerdo con un tamaño medio de partícula, una relación de aspecto y similar, que se requieran para las partículas de sustrato. Las propiedades químicas y físicas de las partículas de sustrato producidas mediante el proceso hidrotérmico son propiedades únicas no disponibles mediante cualquier proceso distinto del proceso hidrotérmico.

Las partículas de sustrato que se pueden obtener mediante el proceso hidrotérmico incluyen alúmina. Se puede usar cualquier partícula de sustrato siempre que tenga uniformidad, lisura, resistencia térmica, transparencia y similar y proporcione el arte según se requiera. Sin embargo, es preferente alúmina que satisfaga las condiciones descritas anteriormente con un buen equilibrio. Las partículas de sustrato de alúmina escamosa que son preferentes como se ha mencionado anteriormente son conocidas por sí mismas, y están disponibles para el uso en la presente invención, por ejemplo, en Kinsei Matec Co., Ltd., por ejemplo, con los nombres comerciales "YFA-02050" (tamaño medio de partícula: 2,0 µm, relación de aspecto: 50), "YFA-07070" (tamaño medio de partícula: 7,0 µm, relación de

aspecto: 70), "YFA-05070" (tamaño medio de partícula: 5,0 μm , relación de aspecto: 70), "YFA-10030" (tamaño medio de partícula: 10,0 μm , relación de aspecto: 27), etc.

El tamaño medio de partícula de las partículas de sustrato puede ser de 0,1 a 50 μm , preferentemente de 0,3 a 30 μm , más preferentemente de 0,5 a 20 μm . Un tamaño medio de partícula mayor de 50 μm no es preferente en que el pigmento perlescente resultante refleja fuertemente la luz lo que perjudica el tono de color sedoso. Por otra parte, un tamaño medio de partícula menor de 0,1 μm no es preferente porque el pigmento perlescente resultante dispersa fuertemente la luz lo que perjudica el tono de color sedoso. La relación de aspecto de las partículas de sustrato puede ser de 5 a 500, preferentemente de 7 a 300, más preferentemente de 10 a 200. Una relación de aspecto menor de 5 no es preferente porque las partículas de sustrato son malas porque apenas está disponible la orientación y la interferencia de luz (perlescencia) en el pigmento perlescente resultante. Por otra parte, una relación de aspecto mayor de 500 no es preferente porque las partículas de sustrato son propensas a romperse durante la manipulación tal como circulación, mezcla y dispersión.

Además, la distribución de tamaño de partícula de las partículas de sustrato puede ser de 20 a 90, preferentemente de 25 a 80, más preferentemente de 30 a 70 en términos de coeficiente de variación estadístico (valor de CV). Este valor de CV significa el porcentaje de desviación típica basado en el tamaño medio de partícula en una distribución de tamaño de partícula, e indica el grado de dispersión de la distribución de tamaño de partícula. Se ha de observar que cada distribución de tamaño de partícula se midió con un equipo "MULTISIZER3 COULER COUNTER" (fabricado por Beckman Coulter, Inc.) y también se calculó su coeficiente de variación estadístico.

Cuando el valor de CV de las partículas de sustrato es 20 o mayor, las partículas de tamaño de partícula pequeño, que producen luz dispersada, y las partículas, que producen luz reflejada bastante fuerte, están bien equilibradas de un modo tal que el pigmento perlescente resultante se puede proporcionar con un tono de color sedoso. Por otra parte, cuando el valor de CV de las partículas de sustrato es menor de 20, la distribución de tamaño de partícula de las partículas de sustrato es extremadamente reducida, y las partículas de tamaño de partícula pequeño, que producen luz dispersada, y las partículas de tamaño de partícula grande, que producen luz reflejada bastante fuerte, disminuyen ambas, dando como resultado la ausencia de equilibrio entre luz dispersada y luz reflejada de un modo tal que el pigmento perlescente resultante está desprovisto de un tono de color sedoso. Por otra parte, un valor de CV de las partículas de sustrato que sea mayor de 90 no es preferente porque la luz dispersada y la luz reflejada están mal equilibradas y el pigmento perlescente resultante también se proporciona con un tono de color sedoso deficiente.

El pigmento perlescente se puede obtener por activación de las superficies de las partículas de sustrato y a continuación revestimiento de las superficies con al menos un óxido metálico. En el pigmento perlescente, se requiere que el óxido metálico tenga un tamaño de partícula de 1 a 500 nm, preferentemente de 3 a 300 nm, más preferentemente de 5 a 200 nm. Cuando el tamaño de partícula del óxido metálico con el que se revisten las partículas de sustrato entra dentro del intervalo de 1 a 500 nm, el óxido metálico tiene una alta cristalinidad de un modo tal que se exhibe completamente el índice de refracción inherente al óxido metálico. Además, las superficies superiores de los revestimientos del pigmento perlescente son lisas y producen suficiente luz reflejada. Como resultado, se produce un color de interferencia satisfactorio, de un modo tal que es mayor una fotoluminiscencia exenta de granulosidad, lisa y elegante, es decir, una sensación sedosa, haciendo posible de ese modo satisfacer completamente el arte según se desee.

Se ha de observar que el tamaño de partícula descrito anteriormente indica el tamaño de partícula de las partículas de óxido metálico o de los agregados de partículas de óxido metálico después de hidrólisis o sinterización. El tamaño de partícula de cada óxido metálico se calculó a partir del promedio de 50 partículas seleccionadas aleatoriamente en una micrografía obtenida con un equipo "FE-SEM S-4800" (fabricado por Hitachi, Ltd.).

Cuando el tamaño de partícula del óxido metálico excede de 500 nm, las capas de óxido metálico tienen una rugosidad superficial considerable de un modo tal que la luz reflejada del pigmento perlescente se debilita considerablemente y no se produce un color de interferencia suficiente. Por otra parte, cuando el tamaño de partícula del óxido metálico es menor de 1 nm, el óxido metálico se proporciona con una cristalinidad básicamente reducida de un modo tal que no está disponible el índice de refracción inherente al óxido metálico. Como resultado, el pigmento perlescente no produce ningún color de interferencia suficiente. Incluso si los revestimientos del óxido metálico se especifican en espesor, no se puede obtener un color de interferencia suficiente a menos que el óxido metálico que forma las capas de revestimiento se controle en tamaño de partícula.

Mediante los revestimientos del óxido metálico, el pigmento perlescente resultante se proporciona con un color de tono plata o, cuando los revestimientos se aumentan en espesor, con un color de interferencia. Además, las superficies de las partículas de sustrato se pueden revestir con un óxido metálico coloreado, por ejemplo, con un óxido de hierro para obtener un pigmento perlescente de color rojizo o negruzco. Además, el pigmento perlescente se puede proporcionar con una saturación aún mayor por adsorción de partículas finas de pigmento colorante, que se describirá posteriormente en el presente documento, sobre las superficies del pigmento perlescente.

El pigmento perlescente también se puede obtener por revestimiento de las superficies de las partículas de sustrato

descritas anteriormente con una mezcla de dos o más óxidos metálicos o por apilamiento y revestimiento de dos o más capas de óxido metálico por etapas sobre las superficies de las partículas de sustrato descritas anteriormente. Por revestimiento con tal mezcla o llevando a cabo tal apilamiento y revestimiento, se pueden obtener propiedades físicas no disponibles a partir de un óxido metálico individual solo, por ejemplo, se pueden mejorar la resistencia a la luz, la resistencia al agua y similares. Especialmente, por apilamiento sucesivo de dos o más óxidos metálicos en un número creciente de capas, se puede obtener un pigmento perlescente con una fotoluminiscencia aún mayor.

Además, el pigmento perlescente puede tener preferentemente una distribución de tamaño de partícula con un coeficiente de variación estadístico (valor de CV) que varía de 20 a 90. Sus razones son similares a las mencionadas anteriormente con respecto a las partículas de sustrato.

A continuación se dará una descripción del proceso de la presente invención para la producción del pigmento perlescente. El pigmento perlescente se puede obtener por revestimiento de las superficies de las partículas de sustrato con el óxido metálico que tiene un tamaño de partícula de 1 a 500 nm.

Para un pigmento perlescente general, es necesario controlar el tamaño de partícula del óxido metálico que se deposita sobre las partículas de sustrato después de hidrólisis o sinterización y la propiedad de agregación de las partículas de un modo tal que las partículas de óxido metálico se dispongan sobre las superficies de las superficies de sustrato. Sin embargo, en el proceso que se describe en el Documento de Patente 1 al que se ha hecho referencia anteriormente, es prácticamente imposible controlar el tamaño, agregación y disposición de las partículas del óxido metálico y, por lo tanto, no se puede obtener un pigmento perlescente capaz de producir suficiente luz de interferencia, debido a que las partículas de sustrato producidas mediante un proceso hidrotérmico son extremadamente altas en lisura superficial y tienen una baja capacidad de adsorción para el óxido metálico en sus superficies, y la agregación del propio óxido metálico tiende a transcurrir fácilmente. Como resultado, el óxido metálico existe como grandes agregados y tiene una baja capacidad de adsorción sobre las superficies de las partículas de sustrato. Incluso cuando se adsorbe, los revestimientos resultantes del óxido metálico no son uniformes en espesor y las superficies superiores de los revestimientos se vuelven rugosas. Por lo tanto, la luz reflejada se debilita considerablemente de un modo tal que no se produce ningún color de interferencia suficiente.

Incluso si las partículas de sustrato producidas mediante el proceso hidrotérmico se revisten con el óxido metálico mediante una técnica conocida y, además, los revestimientos resultantes se especifican en espesor, todavía no es posible controlar el tamaño de partícula y la propiedad de la agregación del óxido metálico que forma las capas de revestimiento y obtener un pigmento perlescente que tenga un color de interferencia suficiente a menos que se mejore la capacidad de adsorción de las superficies de las partículas de sustrato.

En la presente invención, se ha descubierto que por activación con antelación de las superficies de las partículas de sustrato producidas mediante el proceso hidrotérmico, las partículas del óxido metálico se pueden adsorber uniformemente en forma de partículas finas sobre las superficies de las partículas de sustrato. Para la activación superficial descrita anteriormente, algunos ejemplos que se pueden usar incluyen tratamientos con plasma tales como tratamiento térmico con plasma y tratamiento con plasma a baja temperatura, tratamiento ultrasónico, tratamiento con ácido, tratamiento con álcali, tratamiento de dispersión asistido con medio de rotación, tratamientos de choque tales como tratamiento de choque a alta presión y tratamiento de chorro de arena, tratamiento con ozono, y tratamientos de grabado químico tales como tratamiento electroquímico. Estos tratamientos se pueden aplicar individualmente o en combinación.

El gas de tratamiento que se puede usar en el tratamiento con plasma puede ser uno o una combinación de dos o más de nitrógeno, amoníaco, un gas mixto de nitrógeno-hidrógeno, gases que contienen oxígeno tales como oxígeno, ozono, vapor de agua, monóxido de carbono, dióxido de carbono, monóxido de nitrógeno y dióxido de nitrógeno, gases nobles tales como helio, argón, neón y xenón, halógenos gaseosos tales como flúor, cloro y yodo, y gases mixtos obtenidos por mezcla de gases de fluorocarbonos, tales como tetrafluorocarbono, hexafluorocarbono y hexafluoropropileno, en gases que contienen oxígeno a proporciones en volumen no mayores de 1/2.

Algunos ejemplos de un método para generar el plasma descrito anteriormente incluyen el método en que se aplica una corriente continua a un gas para efectuar la descomposición de plasma, el método en que se aplica una tensión de radiofrecuencia a un gas para efectuar la descomposición de plasma, el método en que se somete un gas a una descomposición de plasma mediante resonancia de ciclotrón de electrones, y el método en que se descompone térmicamente un gas mediante un filamento caliente.

En cuanto a la presión del gas de tratamiento del tratamiento con plasma descrito anteriormente, es preferente de 1×10^{-4} a 100 Torr debido a que una baja presión requiere una cámara de vacío y un sistema de bombeo al vacío costosos. La presión de gas de tratamiento real se determina de forma apropiada dependiendo de los medios de excitación dentro del intervalo de presión descrito anteriormente. Sin embargo, es más preferente de 1×10^{-3} a 100 Torr debido a que es posible aplicar una corriente continua o una corriente de radiofrecuencia capaz de generar un plasma incluso cuando el sistema es sencillo y la presión del gas del tratamiento es relativamente alta.

La potencia eléctrica introducida requerida para el tratamiento de plasma descrito anteriormente difiere dependiendo

del área y de la forma de los electrodos. Una menor potencia eléctrica da como resultado una baja densidad de plasma de un modo tal que se requiere más tiempo para el tratamiento. Por otra parte, una mayor potencia eléctrica induce un tratamiento irregular. Por lo tanto, la potencia eléctrica puede ser preferentemente de 20 a 200 W.

- 5 Cuando la construcción de los electrodos empleados en el tratamiento de plasma descrito anteriormente es el tipo de placa paralela, el tipo de cilindro coaxial, el tipo de placa contrahiperbólica, se aplica una tensión mediante el método de acoplamiento de capacidad. Cuando se aplica una tensión de radiofrecuencia, se puede aplicar en forma de inducción usando electrodos externos. La distancia entre los electrodos se determina de forma apropiada dependiendo de la presión de tratamiento y de las partículas de sustrato, y se puede ajustar de forma deseable a la distancia más corta posible para el tratamiento de plasma debido a que una distancia mayor conduce a una densidad de plasma inferior y requiere mayor potencia eléctrica.

- 15 El tiempo del tratamiento con plasma se determina dependiendo de la potencia eléctrica introducida. Sin embargo, en general, son preferentes de 1 a 60 minutos debido a que un tiempo de tratamiento con plasma más corto no puede conseguir un grado suficiente de activación de las partículas de sustrato mientras que no se puede esperar ninguna mejora significativa en el grado de activación de las partículas de sustrato incluso aunque el tiempo de tratamiento con plasma se haga excesivamente largo. En lo que respecta a la temperatura durante el tratamiento con plasma, no son absolutamente necesarios ni calentamiento ni refrigeración.

- 20 El tratamiento con plasma descrito anteriormente se requiere para aplicar uniformemente sobre las superficies completas de las partículas de sustrato escamosas. Por lo tanto, es preferente llevar a cabo el tratamiento con plasma mientras se laminan las partículas de sustrato escamosas. Tales métodos de mezcla pueden incluir el método en que las partículas de sustrato escamosas se sellan en un vaso y se hacen rotar conjuntamente con el vaso y el método en que las partículas de sustrato escamosas se mezclan mediante vibraciones. Se puede determinar el método de mezcla apropiado dependiendo del tamaño de partícula y de la cantidad de partículas de sustrato escamosas que se van a tratar.

- 30 Se puede usar cualquier oscilador ultrasónico en el tratamiento ultrasónico siempre que su frecuencia de oscilación esté en un intervalo de 50 Hz a 100 kHz y su potencia de salida esté en un intervalo de 20 a 1000 W. Una frecuencia de oscilación inferior a 50 Hz conduce a una reducción considerable en la uniformidad superficial de la distribución de energía de las ondas ultrasónicas que impactan sobre las partículas de sustrato escamosas y, por lo tanto, a una activación insuficiente. Por otra parte, una frecuencia de oscilación mayor de 100 kHz conduce a una reducción considerable en la densidad de energía global, y también a una activación insuficiente de las partículas de sustrato. Incluso dentro del intervalo descrito anteriormente, se pueden producir cavitaciones dependiendo de la estructura y del material del tanque que se usa y del tipo de medio de dispersión que se usa. En tal caso, se desea aumentar la frecuencia de oscilación o disminuir la potencia de salida de un modo tal que el sistema de tratamiento se pueda mantener en condiciones que no causen cavitaciones.

- 40 En la presente invención, las vibraciones ultrasónicas se pueden aplicar de forma continua o intermitente. Sin embargo, es preferente aplicar las vibraciones ultrasónicas controlándolas en condiciones apropiadas dentro del intervalo de frecuencia descrito anteriormente de 50 Hz a 100 kHz y el intervalo de potencia de salida descrito anteriormente de 20 a 1000 W.

- 45 Un ácido que se puede usar en el tratamiento con ácido puede ser uno o una combinación de dos o más de ácidos inorgánicos tales como ácido clorhídrico, ácido nítrico, ácido sulfúrico, ácido fosfórico y ácido carbónico, ácidos orgánicos tales como ácido acético, ácido cítrico y ácido benzoico, y ácidos de resina tales como resinas acrílicas y colofonia. Un álcali que se puede usar en el tratamiento con álcali puede ser uno o una combinación de dos o más de sales de metal alcalino tales como sosa cáustica y potasa cáustica, sales de metal alcalinotérreo tales como hidróxido de calcio, y bases débiles tales como amoníaco, carbonato sódico, anilina y fenol.

- 50 La concentración y la temperatura de una solución de ácido o álcali en el tratamiento con ácido o el tratamiento con álcali puede estar en un intervalo de un 0,1 a un 99 % en peso y un intervalo de 5 a 95 °C, respectivamente, aunque una temperatura de tratamiento eficaz puede ser más preferentemente de 15 a 70 °C. El tiempo de tratamiento se determina de forma adecuada dependiendo de la concentración y la temperatura, siendo preferente un intervalo de 5 minutos a 6 horas. El tratamiento con ácido o con álcali se puede repetir dos veces o más, o los tratamientos con ácido y con álcali se pueden llevar a cabo alternativamente al menos una vez. El tratamiento con ácido o el tratamiento con álcali también efectúan un ajuste de pH, de un modo tal que se puede usar un tampón de pH. Además, también se puede usar un tensioactivo, un disolvente orgánico y/o similar como adyuvante o adyuvantes en combinación.

- 60 El tratamiento de choque que es un método para activar físicamente las partículas de sustrato. Algunos métodos específicos incluyen molienda parcial de las superficies de las partículas de sustrato mediante agitación o colisión y, además, pulido mediante rotación. Los métodos de tratamiento que pueden conseguir tal molienda o pulido parciales incluyen tratamiento de choque por dispersión mediante un homogeneizador, equipo de disolución, molino de arena, mezcladora de alta velocidad o acondicionador de pintura, tratamiento de choque a alta presión mediante un homogeneizador de alta presión, tratamiento de chorro de arena, tratamiento de molino de chorro, y similares.

La concentración de las partículas de sustrato en el medio líquido en el tratamiento de choque puede ser de un 1 a un 200 % en peso, siendo preferente de un 5 a un 150 % en peso. Una concentración inferior a un 1 % en peso da como resultado una mala eficacia de choque, mientras que una concentración mayor de un 200 % en peso da como resultado un espesamiento de un modo tal que el tratamiento de choque se vuelve difícil. Para el tratamiento de choque que necesita un medio al efectuar el mismo, se pueden usar perlas de vidrio, bolas de acero, perlas de óxido de circonio y similares, y la proporción en peso del medio con respecto a las partículas de sustrato puede ser de 0 a un 1000 % en peso, preferentemente de 0 a un 500 % en peso. No es particularmente necesario usar un medio cuando la activación de las superficies de las partículas de sustrato se pueda conseguir suficientemente mediante la colisión de las propias partículas de sustrato.

En el tratamiento de choque, se puede usar un tampón de pH. Además, también se pueden usar en combinación un tensioactivo, un disolvente orgánico y/o similar como adyuvante o adyuvantes. El tiempo del tratamiento de choque se determina dependiendo de la concentración de las partículas de sustrato y del tipo y la cantidad del medio. Sin embargo, las partículas de sustrato no se pueden proporcionar con un grado suficiente de activación cuando el tiempo del tratamiento de choque se vuelve corto, y no se puede esperar ninguna mejora considerable en el grado de activación de las partículas de sustrato incluso cuando el tiempo del tratamiento de choque se hace excesivamente largo. Por lo tanto, en general son preferentes de 1 a 60 minutos. Se ha de observar que el tratamiento de activación física descrito anteriormente requiere prestar atención a cambios considerables en la distribución del tamaño de partícula y el valor de CV debido a que, cuando se aumenta la intensidad de choque sobre las partículas de sustrato, el tratamiento no se limita a la activación superficial de las partículas de sustrato y también puede romper las partículas de sustrato.

Además, también se pueden usar ampliamente otros tratamientos convencionales, incluyendo tratamientos de grabado químico tales como tratamiento con ozono, tratamiento UV y tratamiento electroquímico.

El pigmento perlescente también se puede obtener por adsorción de un óxido hidratado de un metal tal como titanio, circonio, estaño o hierro con un tamaño de partícula de 1 a 500 nm sobre las partículas de sustrato tratadas superficialmente mediante un método conocido, por ejemplo, mediante un método en que se hidroliza térmicamente una sal del metal en agua en el que se han dispersado las partículas de sustrato o mediante un método que somete la sal o el metal a hidrólisis de neutralización con un álcali en el agua; y a continuación por calcinación del óxido hidratado. Llevando a cabo esta etapa de calcinación en una atmósfera reductora, el óxido metálico se convierte en un óxido de titanio de valencia baja o un óxido de hierro de valencia baja, de un modo tal que se puede obtener un pigmento perlescente teñido con un color negro. También se puede impartir arte adicional mediante un método conocido además del uso del óxido metálico.

El peso atómico del metal en la sal metálica soluble en agua requerida para obtener perlescencia (color de interferencia) puede ser de $2,0 \times 10^{-5}$ mol a $2,0 \times 10^{-1}$ mol, más preferentemente de $4,0 \times 10^{-5}$ mol a $1,0 \times 10^{-1}$ mol. Si el peso atómico del metal es inferior a $2,0 \times 10^{-5}$ mol, las partículas de sustrato escamosas no se pueden revestir de un modo tal que no se produzca ninguna luz de interferencia. Si el peso atómico del metal excede de $1,0 \times 10^{-1}$ mol, surgen inconvenientes porque, incluso si se pueden revestir las partículas de sustrato escamosas, tienden a producirse grietas en las capas de revestimiento después de las calcinaciones y, como resultado, disminuye la intensidad de la luz de interferencia.

A continuación se realizará una descripción sobre la composición de revestimiento. La composición de revestimiento contiene el pigmento perlescente descrito anteriormente y una resina formadora de película, y preferentemente, puede contener el pigmento perlescente y una resina formadora de película en un medio líquido. Algunos ejemplos que se pueden usar de la resina formadora de película incluyen, pero no se limitan a, resinas formadoras de película empleadas en el campo de las composiciones de revestimiento conocidas convencionalmente, tales como resinas acrílicas, resinas de melamina acrílicas, resinas de copolímero de cloruro de vinilo-acetato de vinilo, resinas alquídicas, resinas de poliéster, resinas de poliuretano y resinas amino.

En cuanto al disolvente para disolver o dispersar el pigmento perlescente y la resina formadora de película, se puede usar uno conocido convencional y habitualmente por ser útil en composiciones de revestimiento. Algunos ejemplos específicos incluyen agua, tolueno, xileno, acetato de butilo, acetato de metilo, acetona, metil etil cetona, metil isobutil cetona, metanol, etanol, butanol, ciclohexano, y similar. Estos disolventes también se pueden usar en forma de disolventes mixtos.

En la composición de revestimiento, el pigmento perlescente se puede usar en una proporción de 0,005 a 50 partes en peso, preferentemente de 0,1 a 30 partes en peso por 100 partes en peso de la resina formadora de película. El uso del pigmento perlescente en una proporción menor de 0,005 partes en peso no puede obtener una composición de revestimiento. Por otra parte, el uso del pigmento perlescente en una proporción mayor de 50 partes en peso puede obtener una composición de revestimiento, pero no es preferente debido a que los revestimientos resultantes se proporcionan con propiedades físicas reducidas.

El pigmento perlescente descrito anteriormente se puede usar individualmente o en combinación con uno o más pigmentos distintos. Como pigmentos colorantes utilizables en combinación, se pueden usar pigmentos empleados

en composiciones de revestimiento habituales y similares. Algunos ejemplos específicos incluyen pigmentos de ftalocianina, pigmentos de quinacridona, pigmentos de perileno, pigmentos de antraquinona, pigmentos de DPP, pigmentos de complejo metálico, pigmentos de óxido de hierro transparente, negro de humo, óxido de titanio, y óxido de cinc. Además, como pigmentos de polvo metálico, se pueden mencionar aluminio en polvo, cobre en polvo, acero inoxidable en polvo, y similares. Entre estos, el aluminio en polvo se usa de la forma más habitual. Como pigmentos metálicos especiales, se pueden usar coloides metálicos y similares. Como pigmentos de mica utilizables en combinación, se pueden usar ampliamente pigmentos de mica conocidos convencionalmente en combinación, y son ilustrativos mica perla transparente y mica coloreada. Como pigmentos de interferencia de luz, se pueden mencionar mica de interferencia, alúmina de interferencia, mica de interferencia (vidrio de interferencia) y similares. Además, también se pueden añadir a la composición de revestimiento una o más cargas, agentes antiestéticos, estabilizantes, antioxidantes, absorbentes de UV y similares, según sea necesario.

Cuando la composición de revestimiento contiene el pigmento perlescente y otro pigmento, se puede preparar con antelación una composición de revestimiento de base que contiene el pigmento perlescente y otra composición de revestimiento de base que contiene otro pigmento y estos dos tipos de composiciones de revestimiento de base se pueden mezclar a continuación conjuntamente en la composición de revestimiento según se desee o, como alternativa, el pigmento perlescente y el otro pigmento se pueden mezclar conjuntamente al principio y a continuación se pueden formular en la composición de revestimiento.

La composición de revestimiento obtenida como se ha descrito anteriormente se aplica sobre un sustrato tal como una placa metálica, una placa de vidrio, una placa cerámica o una placa de plástico, a la que se ha aplicado una preparación superficial según sea necesario, mediante revestimiento por pulverización, revestimiento electrostático, revestimiento por flujo, revestimiento con rodillos o similar, secado y a continuación reticulado y curado para formar una capa de revestimiento coloreada.

El revestimiento formado por aplicación de la composición de revestimiento sobre un sustrato tiene un tono de color con una sensación exenta de granulosidad, lisa, elegante y sedosa, en comparación con los pigmentos perlescentes basados en TiO_2 convencionales para revestimientos. Debido a la posesión de las propiedades descritas anteriormente, se pueden formar revestimientos que tienen una fotoluminiscencia característica excelente, que no se observa en revestimientos disponibles a partir de composiciones de revestimiento convencionales, en un proceso de revestimiento de aplicación individual, un proceso de revestimiento de 1 horneado y 2 revestimientos, un proceso de revestimiento de 2 horneados y 3 revestimientos o un proceso de revestimiento que forme, con una composición de revestimiento que contenga el pigmento perlescente, al menos una capa de revestimiento entre dos capas de revestimiento deseadas apiladas de al menos un tipo o sobre una capa de revestimiento deseada.

También se puede formar un revestimiento usando la capa de revestimiento coloreada descrita anteriormente como capa de revestimiento base; aplicando una composición de revestimiento transparente, que se ha preparado por disolución o dispersión de una resina que tiene baja compatibilidad con la resina formadora de película descrita anteriormente en un disolvente orgánico, sobre la capa de revestimiento base; secando la composición de revestimiento transparente; y a continuación sometiénola a tratamiento térmico. El revestimiento formado por aplicación de la composición de revestimiento sobre el sustrato tiene fotoluminiscencia exenta de granulosidad, lisa, elegante, sedosa. En concreto, el pigmento perlescente está formado por partículas uniformes y, por lo tanto, está exento de la sensación fotoluminiscente fuerte localizada asociada a partículas grandes y tiene una fotoluminiscencia uniforme continua. Además, la luz reflejada y la luz dispersada están bien equilibradas, presentando de ese modo una sensación lisa, elegante y sedosa.

Se produce una sensación fotoluminiscente fuerte localizada como resultado de la reflexión especular discontinua de luz, que ha entrado en el revestimiento, por parte del pigmento perlescente. Se puede cuantificar la diferencia entre una sensación fotoluminiscente fuerte localizada y una sensación fotoluminiscente uniforme midiendo las intensidades de luz especular de una superficie continua de un revestimiento, calculando estadísticamente los grados de dispersión, es decir, la difusión de intensidades de luz especular, y comparando sus varianzas entre sí. No se impone ninguna limitación particular en el fotómetro siempre que pueda medir las intensidades de luz especular de la superficie continua del revestimiento, pero es preferente un fotómetro que pueda medir intensidades de luz especular mientras se mueve una superficie de una muestra en la dirección del eje X del sistema. Como ejemplo específico, un goniofotómetro tridimensional, "GP-200" (fabricado por Murakami Color Research Laboratory Co., Ltd.), o similar puede satisfacer las condiciones de medición mencionadas anteriormente.

Se proporciona un revestimiento obtenido a partir de la composición de revestimiento con fotoluminiscencia uniforme, exenta de granulosidad, suave en percepción visual cuando su varianza cuantificada es 5 o menor. Por otra parte, cuando su varianza cuantificada es mayor de 5, el revestimiento se proporciona con fotoluminiscencia deslumbrante, granulosa en percepción visual y no se puede proporcionar una fotoluminiscencia uniforme, exenta de granulosidad, lisa en percepción visual.

La luz, que ha entrado en un revestimiento, se separa en luz especular y luz dispersada, y se refleja fuera del revestimiento. Equilibrando la luz especular y la luz dispersada una con respecto a la otra, se obtiene un tono de color suave, elegante, sedoso como percepción visual. La luz diferente de la luz especular se dispersa en todas las

direcciones, y existe como luz dispersada tridimensional. Mediante la captura tridimensional de la luz especular y la luz dispersada tridimensional, se puede producir una percepción próxima al estado que ve el ser humano. La luz especular mencionada anteriormente se puede medir mediante un fotómetro mostrado en el sistema. No se impone ninguna limitación particular en el fotómetro siempre que pueda medir las intensidades de luz especular de la superficie continua del revestimiento, pero es preferente un fotómetro que pueda medir intensidades de luz especular mientras se mueve una superficie de una muestra en la dirección del eje X del sistema. Como ejemplo específico, un goniofotómetro tridimensional, "GP-200" (fabricado por Murakami Color Research Laboratory Co., Ltd.), o similar puede satisfacer las condiciones de medición mencionadas anteriormente.

Se puede cuantificar una sensación sedosa de un revestimiento midiendo las intensidades de luz reflejada y luz dispersada en un ángulo de elevación deseado con un goniofotómetro tridimensional; midiendo la intensidad de reflexión con un ángulo de recepción de 45°, que está en la cercanía de la luz especular, y la intensidad de reflexión con un ángulo de recepción de 0°, que corresponde al ángulo dispersado representativo; y a continuación determinando la proporción de intensidad (45°/0°) de la intensidad a 45° con respecto a 0°. Se proporciona un revestimiento obtenido a partir de la composición de revestimiento con una sensación fotoluminiscente lisa, elegante, sedosa en percepción visual cuando la proporción de intensidad de reflexión (45°/0°) de la intensidad con un ángulo de recepción de 45° con respecto a un ángulo de recepción de 0° es 100 o menor. Por otra parte, cuando la proporción de intensidad de reflexión (45°/0°) de la intensidad con un ángulo de recepción de 45° con respecto a un ángulo de recepción de 0° es mayor que 100, no se puede obtener ninguna sensación fotoluminiscente sedosa en percepción visual.

El pigmento perlescente tiene un tamaño de partícula pequeño y una relación de aspecto grande de un modo tal que, incluso cuando su contenido es alto en un revestimiento, se orienta y no se pierde la lisura superficial. Debido a que el pigmento perlescente es un pigmento perlescente que hace uso de partículas de placa químicamente uniformes producidas mediante un proceso hidrotérmico, también es único en características ópticas, es excelente en el equilibrio entre luz reflejada y luz dispersada, presenta fotoluminiscencia de una sensación exenta de granulosidad, lisa, elegante y sedosa, y puede proporcionar un revestimiento de excelente acabado. Por otra parte, en un color revestido que hace uso de un pigmento perlescente general, la adopción de un tamaño medio de partícula pequeño da como resultado partículas de placa no uniformes que tienen una relación de aspecto pequeño y el pigmento fino no se orienta en el revestimiento resultante, lo que conduce a la desventaja de que el revestimiento se proporciona con una fotoluminiscencia considerablemente reducida o la lisura del acabado transparente se ve perjudicada. Como característica óptica, la luz reflejada y la luz dispersada están mal equilibradas de un modo tal que no se puede obtener una sensación elegante y sedosa.

El pigmento perlescente es extremadamente bueno, como tal, como pigmento para cerámica, plásticos, tintas, tóner, tintas de inyección de tinta y cosméticos. Además, dependiendo de estas aplicaciones, se aplican tratamientos al pigmento perlescente para impartir resistencia al agua, resistencia a la intemperie, resistencia química, solidez de color y alta dispersabilidad según sea necesario, y el pigmento perlescente tratado de ese modo se usa para las aplicaciones respectivas.

Ejemplos

A continuación se describirá la presente invención con detalle adicional basándose en Ejemplos y Ejemplos Comparativos, aunque la presente invención no estará limitada por los siguientes Ejemplos. Se ha de observar que en los siguientes Ejemplos y Ejemplos Comparativos, las denominaciones de "partes" y "%" son basándose en el peso.

[Ejemplos de producción de pigmentos perlescentes]

Ejemplo 1

Se colocó "YFA-02050" (nombre comercial) (producto de Kinsei Matec Co., Ltd., tamaño medio de partícula: 2,0 mm, relación de aspecto: 50, valor de CV: 45), alúmina en placa producida mediante un proceso hidrotérmico (alúmina producida hidrotérmicamente), (20 g) en un matraz que tenía la capacidad interna de 1 l. Después de que el interior del matraz se despresurizara a 0,05 Torr, se aplicó una tensión de radiofrecuencia de 13,56 MHz en una atmósfera de oxígeno a 0,11 Torr mediante un sistema de tratamiento con plasma en polvo ("PT-500", fabricado por Samco International, Inc.) para llevar a cabo un tratamiento con plasma a temperatura ambiente durante 5 minutos (potencia eléctrica introducida: 40 W).

En otro matraz que tenía una capacidad interna de 1 l, se añadió sulfato sódico (anhidro, 20 g) a agua desalada (300 ml) y se disolvió con agitación. A la solución resultante, se añadió la alúmina en placa (20 g) que se había sometido a tratamiento con plasma como se ha descrito anteriormente, seguido de dispersión con agitación. Se cargó en la dispersión una solución (28 g) de cloruro de titanio, siendo la concentración de titanio de la misma un 16,5 %. La mezcla obtenida de ese modo se agitó, se calentó y a continuación se calentó a reflujo durante 4 horas. Posteriormente, la materia sólida insoluble se recogió por filtración, se lavó con agua, se secó, y a continuación se sometió a un tratamiento térmico a 700 °C durante 1 hora. Se añadió agua a la materia tratada obtenida de ese

modo y, con agitación, se hizo que las sales libres se disolvieran. A continuación se recogió la materia sólida insoluble por filtración, se lavó con agua y se secó para obtener alúmina en placa revestida con TiO_2 (Ejemplo 1).

Ejemplo 2

Se colocó "YFA-07070" (nombre comercial) (producto de Kinsei Matec Co., Ltd., tamaño medio de partícula: 7,0 mm, relación de aspecto: 70, valor de CV: 44), alúmina producida hidrotérmicamente, (20 g) en un matraz que tenía una capacidad interna de 1 l, y se añadió agua desalada (300 ml) para dispersar la alúmina con agitación. La dispersión se sometió a tratamiento ultrasónico (potencia eléctrica introducida: 180 W, frecuencia: 20 kHz) a temperatura ambiente durante 15 minutos mediante un procesador ultrasónico ("UD-200", fabricado por Tomy Seiko Co., Ltd.). Posteriormente, se añadió sulfato sódico (anhidro, 20 g) y se disolvió con agitación. Se cargó en la dispersión una solución (20 g) de cloruro de titanio, siendo la concentración de titanio de la misma un 16,5 %. La mezcla obtenida de ese modo se agitó, se calentó y a continuación se calentó a reflujo durante 4 horas. A continuación, la materia sólida insoluble se recogió por filtración, se lavó con agua, se secó, y a continuación se sometió a un tratamiento térmico a 700 °C durante 1 hora. Se añadió agua a la materia tratada obtenida de ese modo y, con agitación, se hizo que las sales libres se disolvieran. A continuación se recogió la materia sólida insoluble por filtración, se lavó con agua y se secó para obtener alúmina en placa revestida con TiO_2 (Ejemplo 2).

Ejemplo 3

Se colocó "YFA-05070" (nombre comercial) (producto de Kinsei Matec Co., Ltd., tamaño medio de partícula: 5,0 mm, relación de aspecto: 70, valor de CV: 37), alúmina producida hidrotérmicamente, (20 g) en un matraz que tenía una capacidad interna de 1 l, y se añadió agua desalada (300 ml) para dispersar la alúmina con agitación. Se cargó en la dispersión ácido clorhídrico al 35 % (20 g), seguido de tratamiento con ácido temperatura ambiente durante 15 minutos.

A continuación se añadió sulfato sódico (anhidro, 40 g) y se disolvió con agitación. Se cargó en la dispersión una solución al 16,5 % (30 g) de cloruro de titanio y una solución a 50 % (1,9 g) de cloruro estánnico. La mezcla obtenida de ese modo se agitó, se calentó y a continuación se calentó a reflujo durante 4 horas. Además, la materia sólida insoluble se recogió por filtración, se lavó con agua, se secó, y a continuación se sometió a un tratamiento térmico a 800 °C durante 30 minutos. Se añadió agua a la materia tratada obtenida de ese modo y, con agitación, se hizo que las sales libres se disolvieran. A continuación se recogió la materia sólida insoluble por filtración, se lavó con agua y se secó para obtener alúmina en placa revestida con $\text{TiO}_2/\text{SnO}_2$ mixta (Ejemplo 3).

Ejemplo 4

Se colocó "YFA-02050" (nombre comercial), alúmina producida hidrotérmicamente, (20 g) en un matraz que tenía una capacidad interna de 1 l, y se añadió agua desalada (300 ml) para dispersar la alúmina con agitación. Se añadió a la suspensión sosa cáustica (10 g), seguido de tratamiento con álcali a temperatura ambiente durante 15 minutos. Usando ácido clorhídrico al 35 %, el pH de la mezcla se ajustó a continuación a pH 2, y se añadió sulfato sódico (anhidro, 40 g) y a continuación se disolvió con agitación. Se cargó en la dispersión una solución de cloruro de titanio (28 g), siendo la concentración de titanio de la misma un 16,5 %, y una solución al 50 % (1,0 g) de cloruro estánnico. La mezcla obtenida de ese modo se agitó, se calentó y a continuación se calentó a reflujo durante 4 horas.

A continuación, la materia sólida insoluble se recogió por filtración, se lavó con agua, se secó, y a continuación se sometió a un tratamiento térmico a 800 °C durante 30 minutos. Se añadió agua a la materia tratada obtenida de ese modo y, con agitación, se hizo que las sales libres se disolvieran. A continuación se recogió la materia sólida insoluble por filtración, se lavó con agua y se secó para obtener alúmina en placa revestida con $\text{TiO}_2/\text{SnO}_2$ mixta (Ejemplo 4).

Ejemplo 5

Se colocó "YFA-07070" (nombre comercial), alúmina producida hidrotérmicamente, (20 g) en un matraz que tenía una capacidad interna de 1 l, y se añadió agua desalada (300 ml) para dispersar la alúmina con agitación. La dispersión se sometió a tratamiento ultrasónico (potencia eléctrica introducida: 180 W, frecuencia: 20 kHz) a temperatura ambiente durante 15 minutos mediante un procesador ultrasónico ("UD-200", fabricado por Tomy Seiko Co., Ltd.). A continuación se cargó ácido nítrico (20 g), seguido de tratamiento con ácido a temperatura ambiente durante 15 minutos.

Se cargó en la dispersión una solución al 50 % (1,0 g) de cloruro estánnico, y la mezcla resultante se ajustó a pH 6,0 con una solución de hidróxido sódico. Posteriormente, la materia sólida insoluble por filtración, se lavó con agua y se secó para obtener alúmina en placa revestida con SnO_2 . Se disolvió sulfato sódico (anhidro, 20 g) en agua desalada (300 ml). En la solución obtenida de ese modo, se añadió y se dispersó la alúmina en placa revestida con SnO_2 descrita anteriormente que se había triturado. Se cargó en la dispersión una solución (20 g) de cloruro de titanio, siendo la concentración de titanio de la misma un 16,5 %. La mezcla obtenida de ese modo se agitó, se calentó y a continuación se calentó a reflujo durante 4 horas. Posteriormente, la materia sólida insoluble se recogió por filtración,

se lavó con agua, se secó, y a continuación se sometió a un tratamiento térmico a 800 °C durante 1 hora. Se añadió agua a la materia tratada obtenida de ese modo y, con agitación, se hizo que las sales libres se disolvieran. A continuación se recogió la materia sólida insoluble por filtración, se lavó con agua y se secó para obtener alúmina en placa revestida con $\text{SnO}_2/\text{TiO}_2$ apilada (Ejemplo 5).

Ejemplo 6

Se colocó "YFA-07070" (nombre comercial), alúmina producida hidrotérmicamente, (20 g) en una botella de plástico que tenía una capacidad interna de 250 ml, y se añadieron agua desalada (100 ml) y perlas de vidrio de 2 mm (100 g), seguido de tratamiento de choque durante 30 minutos en un acondicionador de pintura. A continuación se añadió agua desalada (200 ml) a la dispersión, y la mezcla resultante se agitó. Se cargó en la dispersión una solución al 50 % (1,0 g) de cloruro estánnico, y la mezcla resultante se ajustó a pH 6,0 con una solución de hidróxido sódico. Posteriormente, se recogió la materia sólida insoluble por filtración, se lavó con agua y a continuación se secó para obtener alúmina en placa revestida con SnO_2 .

Se disolvió sulfato sódico (anhidro, 20 g) en agua desalada (300 ml). En la solución obtenida de ese modo, se añadió y se dispersó la alúmina en placa revestida con SnO_2 descrita anteriormente que se había triturado. Se cargó en la dispersión una solución (20 g) de cloruro de titanio, siendo la concentración de titanio de la misma un 16,5 %. La mezcla obtenida de ese modo se agitó, se calentó y a continuación se calentó a reflujo durante 4 horas. Posteriormente, la materia sólida insoluble se recogió por filtración, se lavó con agua, se secó, y a continuación se sometió a un tratamiento térmico a 800 °C durante 1 hora. Se añadió agua a la materia tratada obtenida de ese modo y, con agitación, se hizo que las sales libres se disolvieran. A continuación se recogió la materia sólida insoluble por filtración, se lavó con agua y se secó para obtener alúmina en placa revestida con $\text{SnO}_2/\text{TiO}_2$ (Ejemplo 6).

Ejemplo 7 y Ejemplo 8

Se colocó "YFA-10030" (nombre comercial) (producto de Kinsei Matec Co., Ltd., tamaño medio de partícula: 10,0 mm, relación de aspecto: 27, valor de CV: 50), alúmina producida hidrotérmicamente, (20 g) en un matraz que tenía una capacidad interna de 1 l. Después de que el interior del matraz se despresurizara a 0,05 Torr, se aplicó una tensión de radiofrecuencia de 13,56 MHz en una atmósfera de vapor de agua a 0,11 Torr mediante un sistema de tratamiento con plasma en polvo ("PT-500", fabricado por Samco International, Inc.) para llevar a cabo un tratamiento con plasma a temperatura ambiente durante 5 minutos (potencia eléctrica introducida: 40 W). En otro matraz que tenía una capacidad interna de 1 l, se añadió sulfato sódico (anhidro, 20 g) a agua desalada (300 ml) y se disolvió con agitación. A la solución resultante, se añadió la alúmina en placa (20 g) que se había sometido a tratamiento con plasma como se ha descrito anteriormente, seguido de dispersión con agitación.

Por otra parte, se disolvió una solución (50 g) de cloruro de titanio, siendo la concentración de titanio de la misma un 16,5 %, en agua desalada (300 ml) para proporcionar una solución A. Después de que la dispersión de alúmina en placa se ajustara a pH 2,0 con ácido clorhídrico y se calentara a 80 °C, la solución A se cargó a una velocidad constante durante 4 horas mediante una bomba dosificadora hasta que se proporcionó a las partículas de sustrato un color plata de interferencia. Durante la carga, se añadió una solución al 10 % de hidróxido sódico para mantener el pH de la dispersión a 2,0 y la temperatura de la dispersión también se mantuvo a 80 °C.

Después de que se cargara la solución A hasta que se proporcionó a las partículas de sustrato un color plata de interferencia, la dispersión se calentó durante 1 hora a reflujo. Posteriormente, la materia sólida insoluble se recogió por filtración, se lavó con agua, se secó, y a continuación se sometió a un tratamiento térmico a 700 °C durante 1 hora. Se añadió agua a la materia tratada obtenida de ese modo y, con agitación, se hizo que las sales libres se disolvieran. La materia sólida insoluble se recogió a continuación por filtración, se lavó con agua y se secó para obtener alúmina en placa revestida con TiO_2 (Ejemplo 7). Además, se obtuvo alúmina en placa revestida con TiO_2 (Ejemplo 8) llevando a cabo un procesamiento similar al del Ejemplo 7 excepto en que la alúmina producida hidrotérmicamente se cambió a "YFA-07070" (nombre comercial).

Ejemplo Comparativo 1

Se añadió sulfato sódico (anhidro, 20 g) a agua desalada (300 ml) y se disolvió con agitación. A la solución resultante, se añadió alúmina en placa A (tamaño medio de partícula: 55 mm, relación de aspecto: 30, valor de CV: 95) (20 g) que no era un producto hidrotérmico, seguido de dispersión con agitación. Se cargó en la dispersión una solución (30 g) de cloruro de titanio, siendo la concentración de titanio de la misma un 16,5 %. La mezcla obtenida de ese modo se agitó, se calentó y a continuación se calentó a reflujo durante 4 horas. Posteriormente, la materia sólida insoluble se recogió por filtración, se lavó con agua, se secó, y a continuación se sometió a un tratamiento térmico a 700 °C durante 1 hora. Se añadió agua a la materia tratada obtenida de ese modo y, con agitación, se hizo que las sales libres se disolvieran. A continuación se recogió la materia sólida insoluble por filtración, se lavó con agua y se secó para obtener alúmina en placa revestida con TiO_2 (Ejemplo Comparativo 1).

Ejemplo Comparativo 2

Se añadió sulfato sódico (anhidro, 20 g) a agua desalada (300 ml) y se disolvió con agitación. A la solución resultante, se añadió alúmina en placa B (tamaño medio de partícula: 10 mm, relación de aspecto: 4,0, valor de CV: 60) (20 g) que no era un producto hidrotérmico, seguido de dispersión con agitación. Se cargó en la dispersión una solución (30 g) de cloruro de titanio, siendo la concentración de titanio de la misma un 16,5 %. La mezcla obtenida de ese modo se agitó, se calentó y a continuación se calentó a reflujo durante 4 horas. Posteriormente, la materia sólida insoluble se recogió por filtración, se lavó con agua, se secó, y a continuación se sometió a un tratamiento térmico a 700 °C durante 1 hora. Se añadió agua a la materia tratada obtenida de ese modo y, con agitación, se hizo que las sales libres se disolvieran. A continuación se recogió la materia sólida insoluble por filtración, se lavó con agua y se secó para obtener TiO₂ alúmina en placa revestida con (Ejemplo Comparativo 2).

Ejemplo Comparativo 3

Se obtuvo alúmina en placa revestida con TiO₂ (Ejemplo Comparativo 3) como en el Ejemplo 1 excepto en que la alúmina en placa ("YFA-02050") se usó sin el tratamiento con plasma.

Ejemplo Comparativo 4

Se obtuvo alúmina en placa revestida con TiO₂ (Ejemplo Comparativo 4) como en el Ejemplo 2 excepto en que la alúmina en placa ("YFA-07070") se usó sin el tratamiento ultrasónico.

Ejemplo Comparativo 5

Se obtuvo alúmina en placa revestida con TiO₂/SnO₂ mixta (Ejemplo Comparativo 5) como en el Ejemplo 3 excepto en que la alúmina en placa ("YFA-05070") se usó sin el tratamiento con ácido.

Ejemplo Comparativo 6

Se obtuvo alúmina en placa revestida con TiO₂/SnO₂ mixta (Ejemplo Comparativo 6) como en el Ejemplo 4 excepto en que la alúmina en placa ("YFA-02050") se usó sin el tratamiento con álcali.

Ejemplo Comparativo 7

Se proporcionó un producto comercial compuesto por mica revestida con óxido de titanio, "IRIODIN 225 WII" (nombre comercial, producto de Merck Ltd., Japón), como en el Ejemplo Comparativo 7.

Se determinaron los tamaños medios de partícula (µm), las relaciones de aspecto y los valores de CV de las partículas de sustrato usadas en los Ejemplos 1-8 y los Ejemplos Comparativos 1-6 y los tamaños de partícula (µm) y los valores de CV de los óxidos metálicos de los pigmentos perlescentes obtenidos en los Ejemplos 1-8 y los Ejemplos Comparativos 1-7 y se presentan conjuntamente en la Tabla 1. Cada tamaño medio de partícula y su correspondiente relación de aspecto se calcularon a partir de promedios de 50 partículas seleccionadas aleatoriamente de una micrografía obtenida mediante un microscopio de barrido electrónico "ERA-8000" (fabricado por Elionix Inc.). Cada valor de CV es un valor calculado como un coeficiente de variación estadístico basado en una medición llevada a cabo usando un equipo "MULTISIZER3 COULTER COUNTER" (fabricado por Beckman Coulter, Inc.). El tamaño de partícula de cada óxido metálico se calculó a partir de un promedio de 50 partículas seleccionadas aleatoriamente de una micrografía obtenida mediante un equipo "FE-SEMS-4800" (fabricado por Hitachi, Ltd.).

Tabla 1

	Partículas de sustrato escamosas				Pigmento perlescente	
	Tipo	Tamaño medio de partícula (µm)	Relación de aspecto	Valor de CV	Tamaño de partícula del óxido metálico (nm)	Valor de CV
Ejemplo 1	"YFA-02050"	2,0	50	45	45	47
Ejemplo 2	"YFA-07070"	7,0	70	44	40	47
Ejemplo 3	"YFA-05070"	5,0	70	37	80	40
Ejemplo 4	"YFA-02050"	2,0	50	45	75	47
Ejemplo 5	"YFA-07070"	7,0	70	44	40	45
Ejemplo 6	"YFA-07070"	7,0	70	44	40	47
Ejemplo 7	"YEA-10030"	10,0	27	50	50	53
Ejemplo 8	"YFA-07070"	7,0	70	44	50	45

	Partículas de sustrato escamosas				Pigmento perlescente	
	Tipo	Tamaño medio de partícula (µm)	Relación de aspecto	Valor de CV	Tamaño de partícula del óxido metálico (nm)	Valor de CV
Ej. Comp. 1	Alúmina en placa A	55	30	95	45	97
Ej. Comp. 2	Alúmina en placa B	10	4,0	60	45	65
Ej. Comp. 3	"YFA-02050"	2,0	50	45	920	70
Ej. Comp. 4	"YFA-07070"	7,0	70	44	740	55
Ej. Comp. 5	"YFA-05070"	5,0	70	37	870	62
Ej. Comp. 6	"YFA-02050"	2,0	50	45	1,020	70
Ej. Comp. 7	-	-	-	-	300	50

Ejemplo de producción de pinturas de automóvil

- 5 Este ejemplo ilustra la ejemplos de producción y evaluación tras usar los pigmentos perlescentes como composiciones de revestimiento. Los ejemplos de formulación evaluados se presentan conjuntamente en la Tabla 2.

Tabla 2

(Unidad: partes)						
Formulación n.º	Pigmento perlescente		Barniz acrílico (contenido de disolvente: 60 %)	Barniz de melamina (contenido de disolvente: 60 %)	"SOLVESCO n.º 100"	Acetato de butilo
Formulación A	Ejemplo 1	30	82	34	21	9
Formulación B	Ejemplo 2	30	82	34	21	9
Formulación C	Ejemplo 3	30	82	34	21	9
Formulación D	Ejemplo 4	30	82	34	21	9
Formulación E	Ejemplo 5	30	82	34	21	9
Formulación F	Ejemplo 6	30	82	34	21	9
Formulación G	Ejemplo 7	30	82	34	21	9
Formulación H	Ejemplo 8	30	82	34	21	9
Formulación I	Ej. Comp. 1	30	82	34	21	9
Formulación J	Ej. Comp. 2	30	82	34	21	9
Formulación K	Ej. Comp. 3	30	82	34	21	9
Formulación K	Ej. Comp. 4	30	82	34	21	9
Formulación M	Ej. Comp. 5	30	82	34	21	9
Formulación N	Ej. Comp. 6	30	82	34	21	9

(Unidad: partes)						
Formulación n.º	Pigmento perlescente		Barniz acrílico (contenido de disolvente: 60 %)	Barniz de melamina (contenido de disolvente: 60 %)	"SOLVESCO n.º 100"	Acetato de butilo
Formulación O	Ej. Comp. 7	30	82	34	21	9
Formulación P	Ninguno	0	82	34	21	9

Las mezclas de las formulaciones A-H se sometieron por separado a procesamiento de dispersión simple en un molino de arena. Además, la dispersión resultante (50 partes, cada una) de las formulaciones A-H y una mezcla (50 partes) de la formulación P se combinaron en mezclas íntimas, respectivamente, para obtener las composiciones de revestimiento A-H (Tabla 3). Esas composiciones de revestimiento contenían cada una 8,55 partes de pigmento perlescente por 100 partes de la composición de revestimiento, y se denominarán "pintura de ejemplo A-H".

Las mezclas de las formulaciones I-O se sometieron por separado a procesamiento de dispersión simple en un molino de arena. Además, la dispersión resultante (50 partes, cada una) de las formulaciones I-O y una mezcla (50 partes) de la formulación P se combinaron en mezclas íntimas, respectivamente, para obtener las composiciones de revestimiento I-O (Tabla 3). Esas composiciones de revestimiento contenían cada una 8,55 partes de pigmento perlescente por 100 partes de la composición de revestimiento, y se denominarán "pintura de ejemplo comparativa I-O".

Las pinturas de ejemplo A-H obtenidas anteriormente en los Ejemplos 1-8 y las pinturas de ejemplo comparativas I-O obtenidas anteriormente en los Ejemplos Comparativos 1-7 se aplicaron sobre láminas de papel de revestimiento de color negro mediante un revestidor de barra (n.º 6), respectivamente. Después de secado a temperatura ambiente durante 30 minutos, las pinturas se hornearon y se curaron a 120 °C durante 30 minutos para preparar las muestras revestidas.

Con respecto a cada una de las muestras revestidas, se evaluó la uniformidad de fotoluminiscencia visualmente y mediante un goniofotómetro tridimensional ("GP-200", fabricado por Murakami Color Research Laboratory Co., Ltd.) en las siguientes condiciones: medición de reflectancia, fuente de luz: luz A, ángulo incidente: 45°, ángulo de recepción: 45°, rejilla receptora: 0,4 mm cuadrados, medición de movimiento durante 40 mm a lo largo del eje X sobre la superficie de la muestra, intervalos de toma de muestras de datos: 0,1 mm; y se calculó la varianza estadística de la intensidad de reflexión. El instrumento de medición se representa en la Figura 1, un ejemplo de los gráficos obtenidos con las mediciones se muestra en la Figura 2, y los resultados de la medición se presentan en la Tabla 3.

Además, se evaluaron visualmente las condiciones exentas de granulosidad y de lisura y también se midieron mediante un goniofotómetro tridimensional ("GP-200", fabricado por Murakami Color Research Laboratory Co., Ltd.) en las siguientes condiciones: medición de reflectancia, fuente de luz: luz A, ángulo incidente: 45°, ángulos de recepción: 45° y 0°, ángulo de elevación: 2,5°; y se calculó la proporción de intensidad de reflexión (45°/0°). Un ejemplo de los gráficos obtenidos con las mediciones se muestra en la Figura 3, y los resultados de la medición se presentan en la Tabla 3.

Tabla 3

	Composición de revestimiento	Uniformidad de fotoluminiscencia		Sensación sedosa	
		Varianza	Evaluación visual	Proporción de intensidad de reflexión (45°/0°)	Evaluación visual
Ejemplo 1	Pintura de ejemplo A	4,2	A	25,1	A
Ejemplo 2	Pintura de ejemplo B	4,3	A	40,6	A
Ejemplo 3	Pintura de ejemplo C	3,6	A	33,6	A
Ejemplo 4	Pintura de ejemplo D	3,2	A	30,4	A
Ejemplo 5	Pintura de ejemplo E	4,9	A	66,7	A
Ejemplo 6	Pintura de ejemplo F	3,5	A	48,8	A
Ejemplo 7	Pintura de ejemplo G	4,3	A	71,2	A
Ejemplo 8	Pintura de ejemplo H	3,6	A	57,9	A

	Composición de revestimiento	Uniformidad de fotoluminiscencia		Sensación sedosa	
		Varianza	Evaluación visual	Proporción de intensidad de reflexión (45°/0°)	Evaluación visual
Ej. Comp. 1	Pintura de ej. comp. I	5,9	B	210	B
Ej. Comp. 2	Pintura de ej. comp. J	6,2	B	141	B
Ej. Comp. 3	Pintura de ej. comp. K	7,1	B	220	B
Ej. Comp. 4	Pintura de ej. comp. L	6,2	B	130	B
Ej. Comp. 5	Pintura de ej. comp. M	6,5	B	180	B
Ej. Comp. 6	Pintura de ej. comp. N	6,8	B	215	B
Ej. Comp. 7	Pintura de ej. comp. O	5,9	B	210	B
A: buena, B: mala					

En comparación con las pinturas de ejemplo comparativo, las pinturas de ejemplo tuvieron valores menores de varianza que indica dispersión de fotoluminiscencia y tuvieron una fotoluminiscencia uniforme en su conjunto. Además, las pinturas de ejemplo tuvieron valores menores de proporción de intensidad de reflexión con ángulos de recepción de 45° y 0° que las pinturas de ejemplo comparativo, y también tuvieron una sensación lisa y sedosa bien equilibrada de luz especular y luz dispersada.

Además, los cosméticos, plásticos, cerámica, tintas, tóner y tinta de inyección de tinta que contienen los pigmentos perlescentes también tienen, en su conjunto, tanto fotoluminiscencia uniforme como fotoluminiscencia exenta de granulosidad, lisa y elegante, es decir, una sensación sedosa, y pueden satisfacer completamente el arte según se requiera.

Aplicabilidad industrial

El pigmento perlescente tiene, en su conjunto, fotoluminiscencia uniforme y un tono de color que tiene una fotoluminiscencia exenta de granulosidad, lisa y elegante, es decir, una sensación sedosa y, por lo tanto, es óptimo para campos donde se requiere tal tono de color, por ejemplo, para campos tales como cerámica, resinas, pinturas, materiales de construcción, tintas, tóner, composiciones de tinta para inyección de tinta y cosméticos y también para campos donde se requiera arte.

Breve descripción de las figuras

[FIG. 1] Esquema que representa un instrumento de medición.

[FIG. 2] Gráfico de medición de las variaciones de la intensidad de reflexión frente a la distancia de movimiento a lo largo del eje X.

[FIG. 3] Gráfico de medición de las variaciones de la gonireflectancia tridimensional (ángulo de elevación: 2,5°).

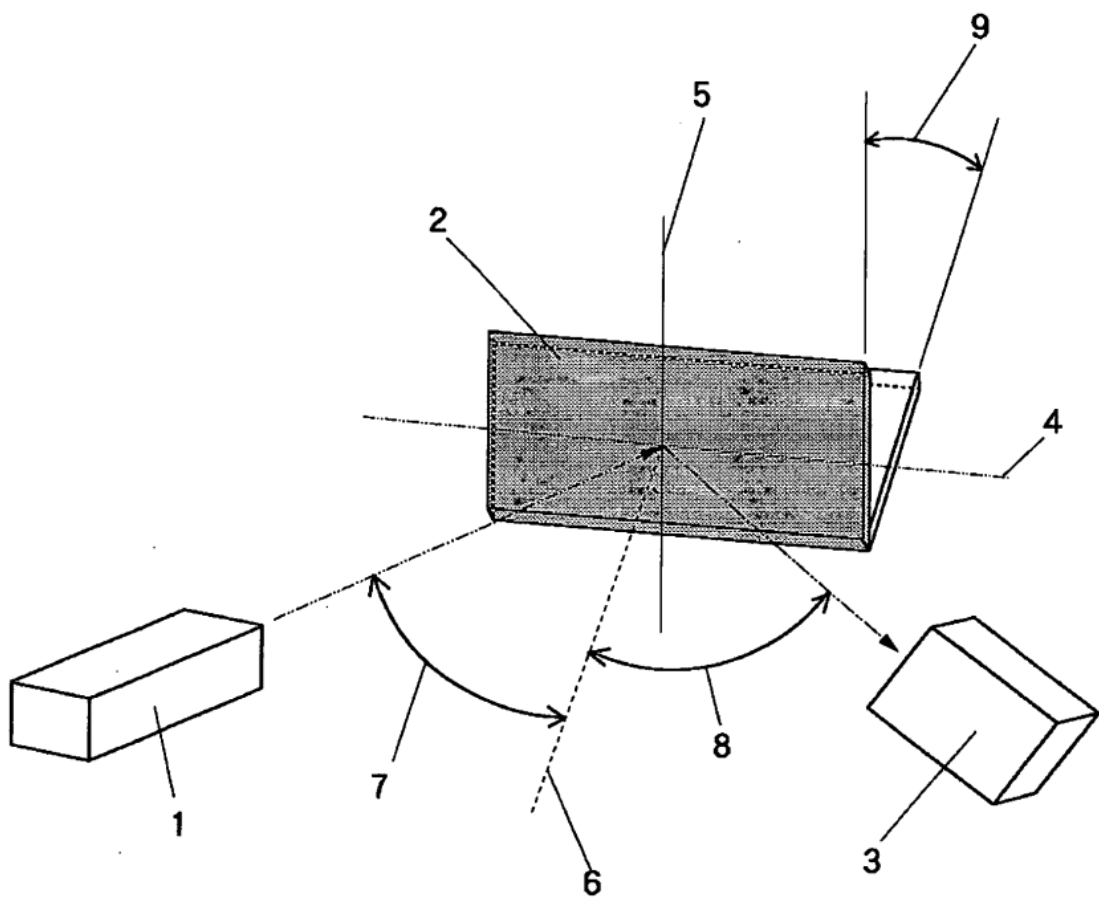
- 1: Fuente de luz
- 2: Muestra
- 3: Fotorreceptor
- 4: Eje X
- 5: Eje Y
- 6: Eje Z
- 7: Ángulo incidente
- 8: Ángulo de recepción
- 9: Ángulo de elevación
- 10: Pintura de ejemplo comparativo O
- 11: Pintura de ejemplo comparativo C
- 12: Pintura de ejemplo comparativo A

REIVINDICACIONES

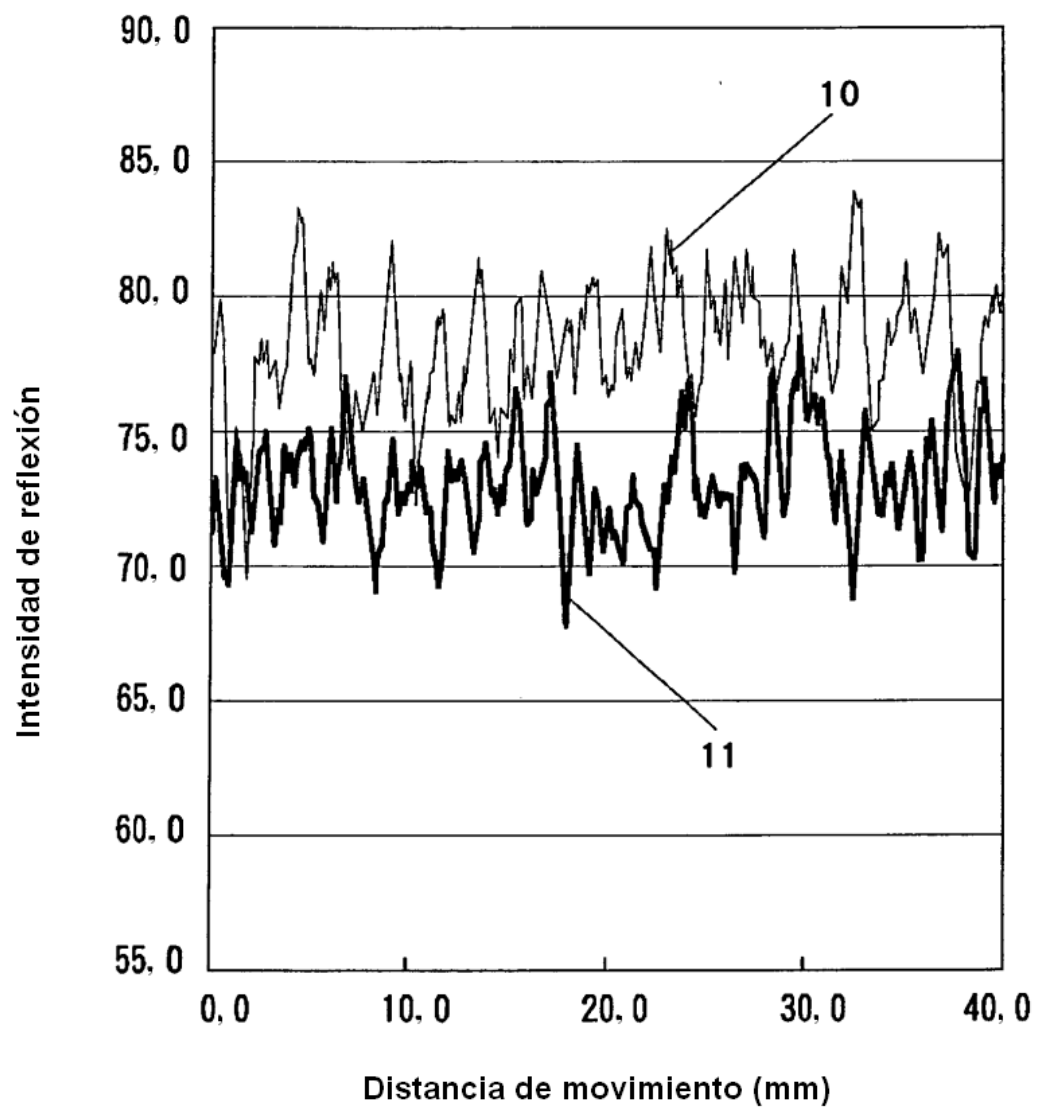
1. Proceso para la producción de un pigmento perlescente, que comprende las etapas de:

- 5 activar las superficies de partículas de sustrato de alúmina escamosas producidas mediante un proceso hidrotérmico mediante al menos un método seleccionado entre tratamiento con plasma, tratamiento ultrasónico, tratamiento con ácido, tratamiento con álcali, tratamiento de choque o tratamiento de grabado químico, dispersar en agua las partículas de sustrato de alúmina escamosas obtenidas en la etapa previa; hidrolizar en la dispersión resultante una sal metálica que comprende al menos una sal de titanio,
- 10 permitir que el hidróxido metálico o el óxido metálico resultante se deposite sobre dichas superficies de dichas partículas de sustrato de alúmina escamosas, y a continuación someter el depósito resultante a tratamiento térmico para formar, sobre dichas superficies de dichas partículas de sustrato de alúmina escamosas, capas de revestimiento de óxido metálico que tienen un tamaño de partícula en un intervalo de 1 a 500 nm.
- 15

[FIG. 1]



[FIG. 2]



[FIG. 3]

