

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 663 864**

51 Int. Cl.:

C09C 1/64 (2006.01)
C09C 1/00 (2006.01)
A61K 8/25 (2006.01)
A61K 8/26 (2006.01)
A61Q 1/02 (2006.01)
A61K 8/19 (2006.01)
C09D 5/36 (2006.01)
C09D 5/38 (2006.01)
C09D 7/12 (2013.01)
A61K 8/02 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **29.07.2014** **E 16000607 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **24.01.2018** **EP 3053967**

54 Título: **Pigmentos de brillo metálicos basados en plaquitas de sustratos de aluminio con un espesor de 1 a 30 nm**

30 Prioridad:
02.08.2013 EP 13003870

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
17.04.2018

73 Titular/es:
SCHLENK METALLIC PIGMENTS GMBH (100.0%)
Barnsdorfer Hauptstrasse 5
91154 Roth, DE

72 Inventor/es:
SHIMIZU, KAIMAN;
PIECH, FABIAN y
HUBER, ADALBERT

74 Agente/Representante:
ELZABURU, S.L.P

ES 2 663 864 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

Pigmentos de brillo metálicos basados en plaquitas de sustratos de aluminio con un espesor de 1 a 30 nm

5 La presente invención se refiere a pigmentos de brillo metálicos, con un proceso para la producción de los mismos y con el uso de dichos pigmentos de brillo metálicos.

10 Los pigmentos de brillo metálicos o pigmentos de efecto de metal encuentran un amplio uso en muchos campos de la industria. Por ejemplo, se utilizan para la coloración de pinturas, tintas para imprenta, otras tintas, plásticos, vidrios, productos cerámicos y formulaciones con fines de cosmética decorativa. El uso de pigmentos de brillo metálicos en sistemas de pintura de automóviles tiene una especial importancia económica. Debido a sus efectos visuales irreproducibles, también se utilizan en la producción de títulos y documentos a prueba de falsificaciones, tales como billetes de banco, cheques, tarjetas de crédito y débito, boletos de entrada y tiquetes. Se destacan, ante todo, por sus las características particulares de una atractiva apariencia de color (goniocromía) dependiente del ángulo de visión y un brillo de efecto similar al metálico.

15 En el caso de los pigmentos convencionales surge una sensación de color, simplemente a través de la absorción de determinadas longitudes de onda de la luz incidente y reflexión difusa. Los pigmentos de efecto de metal convencionales reflejan la luz incidente en un alto grado y producen una iridiscencia claro-oscuro, sin embargo no una sensación de color. No obstante, en el caso de los pigmentos de brillo metálicos especiales, los efectos de interferencia óptica dan lugar a una sensación de color. Tales pigmentos de brillo metálicos, los cuales por lo general simplemente se basan en sustratos en forma de plaquitas recubiertas, muestran efectos de interferencia como resultado de la superposición de diversos rayos de luz refractados y reflejados. La luz blanca incidente en la superficie plana de los sustratos recubiertos se refleja, en parte, en la superficie exterior del recubrimiento. La otra parte se refracta y es reflejada en los límites interfaciales, por ejemplo entre el recubrimiento y la superficie del sustrato y se refracta nuevamente. Por consiguiente, el resultado es la superposición de rayos de luz de diferentes fases. La interferencia de la luz reflejada da lugar a una sensación de color. La sensación de color también es dependiente del ángulo, debido a la dependencia de la diferencia de fase en el ángulo de incidencia/observación. Este efecto de cambio de color entre diferentes ángulos de reflexión se denomina iridiscencia. La diferencia de fase se ve afectada, entre otros, por el espesor del recubrimiento o de los recubrimientos, como resultado de lo cual la sensación de color que surge se puede ajustar mediante el espesor del recubrimiento.

20 El documento EP-A-0 033 457 describe pigmentos a base de plaquitas de aluminio recubiertas de óxido de hierro, las cuales tienen matices de dorados a rojos en el ángulo de reflexión de brillo (ángulo de reflexión con la luminosidad más alta).

25 El documento DE 94 00 447 U1 describe pigmentos de brillo a base de plaquitas de óxido metálico nitrado, las cuales tienen una gran dureza y son adecuadas para utilizarse en pinturas y lacas, en el sector de los cosméticos y para la coloración de plásticos.

30 El documento WO 2004/113455 describe un procedimiento para producir un pigmento que comprende un material de núcleo de SiO_2 y, al menos, una capa dieléctrica por precipitación por microondas de un óxido metálico a partir de una solución acuosa.

35 El documento WO 2005/049739 da a conocer pigmentos de efecto que tienen un núcleo de aluminio o de aleación de aluminio y una capa de óxido de aluminio o con contenido que reviste el núcleo de aluminio o de aleación de aluminio óxido/hidróxido de aluminio que contiene el óxido de aluminio o el hidróxido de aluminio, que se puede obtener mediante la oxidación química húmeda de pigmentos de aluminio o de aleación de aluminio en forma de plaquitas, siendo el contenido de aluminio metálico en el núcleo aluminio o de aleación de aluminio no mayor que 90% en peso, referido al peso total del pigmento.

40 El documento 198 36 810 A 1 da a conocer pigmentos de efecto sobre la base de plaquitas de sustrato metálicas que presentan un espesor de 100 a 5000 nm y se componen de aluminio, estando los sustratos metálicos recubiertos, en primer lugar, de una capa vítrea amorfa compuesta de SiO , AlO , $\text{AlO}(\text{OH})$, B_2O_3 .

45 Sin embargo, los pigmentos conocidos a partir del estado actual de la técnica tienen deficiencias considerables. En ciertas aplicaciones es suficiente el poder cubriente de los pigmentos conocidos. Sin embargo, por razones de eficiencia sería deseable proporcionar pigmentos de brillo metálicos que tengan mayor poder cubriente. En particular, en el caso de los sistemas de pintura de automóviles, existe una demanda por capas de pintura cada vez más delgadas, las cuales se obtienen mediante pigmentos que tienen un mayor poder cubriente. Adicionalmente, los pigmentos de brillo metálicos a base de plaquitas de aluminio recubiertas de óxido metálico tienen en ocasiones propiedades de seguridad negativas. Es así que los pigmentos de esta clase pueden ser inflamables e incluso pueden ser explosivos. El aluminio reacciona propiamente de forma violenta con el óxido de hierro, en concreto (reacción termita). Estas propiedades de los pigmentos de brillo metálicos conocidos a base de aluminio limitan la seguridad laboral.

Por lo tanto, uno de los objetivos de la presente invención es el de proporcionar un pigmento de brillo metálico económico que tenga un alto poder cubriente y un reducido comportamiento en combustión en términos de aplicación tecnológica.

5 Este objetivo se consigue mediante la formas de realización caracterizadas en las reivindicaciones.

En particular, se proporciona un pigmento de brillo metálico a base de plaquitas de sustrato de aluminio recubiertas, en donde las plaquitas de sustrato de aluminio tienen un espesor de 1 a 50 nm, preferentemente de 1 a 30 nm, son de estructura monolítica y han sido, dado el caso, pasivadas, y revestidas por al menos un recubrimiento B
10 constituido de al menos un óxido metálico de alta refracción que tiene un elevado índice de refracción de al menos 1,9,
en donde entre la superficie de las plaquitas de sustrato de aluminio y el recubrimiento B existe al menos un recubrimiento A adicional que reviste las plaquitas de sustrato y está constituido al menos de un óxido metálico que tiene un índice de refracción de 1,8 como máximo, seleccionado del grupo compuesto de SiO₂, B₂O₃, MnO₂, MgO,
15 GeO₂ y Al₂O₃,

Para mayor simplicidad, en el margen de la presente invención el Si, B y Ge se incluyen entre los metales.

Las plaquitas de sustrato de aluminio tienen un espesor promedio de 50 nm como máximo, preferentemente menos de 30 nm, más preferentemente 25 nm como máximo, por ejemplo 20 nm como máximo. El espesor promedio de las plaquitas de sustrato de aluminio es al menos de 1 nm, preferentemente al menos de 2,5 nm, más preferentemente al menos de 5 nm, por ejemplo al menos de 10 nm. Unos intervalos preferentes para el espesor de las plaquitas de sustrato de aluminio son de 2,5 a 50 nm, de 5 a 50 nm, de 10 a 50 nm; de 2,5 a 30 nm, de 5 a 30 nm, de 10 a 30 nm; de 2,5 a 25 nm, de 5 a 25 nm, de 10 a 25 nm, de 2,5 a 20 nm, de 5 a 20 nm y de 10 a 20 nm. Preferentemente,
25 cada plaquita de sustrato tiene un espesor de máxima homogeneidad. Sin embargo, como resultado de la producción, pueden ocurrir variaciones en el espesor dentro de una plaquita. Preferentemente, las mismas no deberían ser mayores de $\pm 25\%$ referidas al espesor promedio de las plaquitas en cuestión, más preferentemente $\pm 10\%$ como máximo, especialmente preferente $\pm 5\%$ como máximo. En este caso se entiende que el espesor promedio es el promedio numérico de espesor máximo y mínimo. El espesor de capa mínimo y máximo son
30 determinados mediante la medición sobre la base de una imagen por microscopio electrónico de transmisión (TEM, por sus siglas en inglés) de una plaquita de sustrato (recubierta) (compárense las figuras 2 y 3). Dado que el color de las plaquitas de sustrato recubiertas es lineal en función del espesor de capa, un efecto de color uniforme está asegurado a través de un espesor ajustado de manera precisa y uniforme de las plaquitas de sustrato de aluminio no recubiertas.
35

En el margen de la presente invención se entiende que las plaquitas o escamas significan aquellas que tienen una proporción de espesor/longitud de al menos 10:1, preferentemente mayor.

40 Con respecto a la variación en el espesor de la capa y la determinación del espesor de capa (promedio), lo anterior también aplica análogamente al espesor de los recubrimientos A así como B y, en caso de existir C.

Cuando se hace referencia en la presente al "espesor" de un recubrimiento o de una plaquita de sustrato de aluminio, esto significa el espesor promedio, a menos que se indique de otra forma en el punto en cuestión.

45 Las plaquitas de sustrato de aluminio son de estructura monolítica. "Monolítica" en este contexto significa que consiste de una sola unidad acabada sin fracturas, solapamientos u oclusiones, a pesar de que los cambios en la estructura pueden ocurrir dentro de las plaquitas de sustrato (véase la figura 2). Más particularmente, las plaquitas de sustrato de aluminio no tienen una estructura en capas y no tienen algunas partículas distribuidas en la misma. Más particularmente, no tienen una estructura de caparazón y núcleo, en donde el caparazón consiste, por ejemplo,
50 de un material adecuado para las plaquitas de sustrato y el núcleo de otro material, por ejemplo, un óxido de silicio. En virtud de su estructura simple, las plaquitas de sustrato se pueden producir de forma económica y eficiente. Por el contrario, una estructura no monolítica más compleja de las plaquitas de sustrato resulta en un proceso de producción dificultoso más complicado y que consume mucho tiempo y es extremadamente costoso.

55 La proporción en masa de la plaquita de sustrato de aluminio en la plaquita de sustrato recubierta es preferentemente 20% en peso como máximo, más preferentemente 15% en peso como máximo, por ejemplo 10% en peso como máximo. Sin embargo, la proporción en masa de las plaquitas de sustrato de aluminio no debería caer por debajo de 0,1% en peso, preferentemente no por debajo de 0,5% en peso o 1% en peso.

60 Como resultado del espesor reducido o de la baja proporción en masa de las plaquitas de sustrato de aluminio, el pigmento de brillo metálico según la invención tiene un poder cubriente particularmente elevado.

El pigmento de brillo según la invención tiene preferentemente una diferencia de color total ΔE de 10 como máximo, más preferentemente 5 como máximo, especialmente 3 como máximo. La medición de ΔE se efectúa aquí según la
65 norma DIN 55987, mediante la aplicación, en cada caso, sobre una superficie negra o una superficie blanca de una capa de pintura que incluye el pigmento de brillo metálico según la invención en una proporción en masa de 18% en

peso (peso seco). El espesor de la capa de pintura seca es de 15 μm . De acuerdo con ello, se determina la diferencia de color total ΔE entre las capas de pintura sobre fondo blanco y fondo negro.

5 En este sentido, la presente invención, en una modalidad independiente adicional, está dirigida también a los pigmentos de brillo que tienen una diferencia de color total ΔE de 10 como máximo, más preferentemente 5 como máximo, especialmente 3 como máximo.

10 Abstracción hecha del espesor, el tamaño de las plaquitas de sustrato de aluminio sin recubrimiento no es crítico y puede coincidir con el uso final respectivo. En general, las plaquitas tienen diámetros máximos medios de aproximadamente 2 a 200 μm , especialmente de aproximadamente 5 a 100 μm . El valor d_{50} de las plaquitas de sustrato de aluminio sin recubrimiento es, para uso en pinturas de automóviles, preferentemente de 5 a 50 μm , más preferentemente de 10 a 30 μm , sin embargo también puede tener valores de aproximadamente 70 μm para otros usos, como por ejemplo la pintura industrial.

15 En este documento, el valor d_{50} , a menos que se indique de otra forma, se determina con un instrumento del tipo Sympatec Helos con dispersión húmeda con Quixel. La muestra se prepara mediante la predispersión de la muestra a analizar en isopropanol durante un periodo de 3 minutos.

20 Las plaquitas de sustrato de aluminio recubiertas tienen preferentemente un espesor de 70 a 500 nm, más preferentemente de 100 a 400 nm, especialmente preferente de 150 a 320 nm, por ejemplo de 180 a 290 nm. Debido al bajo espesor de las plaquitas de sustrato, el pigmento de brillo metálico según la invención tiene un poder cubriente particularmente alto. El bajo espesor de las plaquitas de sustrato de aluminio recubiertas se consigue, en especial, en virtud de que el espesor de las plaquitas de sustrato sin recubrimiento es reducido, sin embargo también en virtud de que los espesores de los recubrimientos A y C son ajustados a un valor más reducido posible.

25 Dado que el espesor del recubrimiento B determina la sensación de color del pigmento de brillo metálico, no hay lugar de maniobra respecto de un caso de efecto de color fijo deseado.

30 Hasta ahora se partía de la base de que exclusivamente los materiales no transparentes (opacos) eran adecuados como plaquitas de sustrato. Además, se ha asumido que las plaquitas de sustrato sin recubrimiento no deben de tener menos de cierto espesor, con la finalidad de evitar la transparencia (parcial) de las mismas, lo cual llevaría, de acuerdo con este supuesto, a un poder cubriente significativamente reducido del pigmento de brillo resultante.

35 No obstante, se ha encontrado, sorprendentemente, que es posible utilizar plaquitas de sustrato de aluminio (parcial o completamente transparentes) que tienen un espesor de capa de 50 nm como máximo, preferentemente como máximo o menos de 30 nm, para producir pigmentos de brillo metálicos que tengan un poder cubriente mucho mayor que la de los pigmentos convencionales de brillo metálico. La razón para esto es, probablemente, que con el espesor reducido de las plaquitas de sustrato de aluminio recubiertas se consigue una mayor área de cobertura del pigmento de brillo metálico. Dado que las plaquitas de sustrato recubiertas son delgadas, con la misma masa de pigmento se puede cubrir una mayor área. Dicho efecto ventajoso más que compensa una mayor transparencia de

40 delgadas plaquitas de sustrato completamente o en parte transparentes, de manera que en última instancia consigue un mayor poder cubriente comparado con los pigmentos de brillo metálicos que tienen plaquitas de sustrato gruesas.

45 Las plaquitas de aluminio se pueden producir, entre otros, mediante el punzonado de láminas de aluminio o mediante técnicas convencionales de molido y atomización. Por ejemplo, las plaquitas de aluminio se pueden obtener a partir del método de Hall, un proceso de molienda húmeda.

50 Las plaquitas de aluminio pueden adquirir diversas formas. Las plaquitas de sustrato utilizadas pueden, por ejemplo, ser plaquitas de metal laminares y lenticulares o también lo que llamamos pigmentos metalizados al vacío (VMP, por sus siglas en inglés). Las plaquitas de metal laminares presentan un borde estructurado irregularmente y, debido a su apariencia, también se denominan como "cornflakes". Las plaquitas de metal lenticulares tienen, en lo esencial, un borde redondo uniforme y, debido a su apariencia, también se denominan como "silverdollars". A causa de a su estructura irregular, los pigmentos de brillo metálicos a base de plaquitas de metal laminares producen una mayor proporción de luz esparcida que las plaquitas de metal lenticulares, mientras que la proporción de luz refleja es

55 predominante en el caso de las últimas.

Las plaquitas de aluminio pueden ser pasivadas, por ejemplo, al anodizar (capa de óxido) o al cromar.

60 Los VMP se pueden obtener mediante la liberación de aluminio de las láminas metalizadas. Destacan por un espesor de las plaquitas de sustrato particularmente delgado en el intervalo de 5 a 50 nm, preferentemente hasta o menor que 30 nm, y una superficie particularmente lisa que tiene una reflectividad mayor. En el margen de la presente invención, son preferibles los VMP de Al.

65 El pigmento de brillo metálico según la invención puede ser un pigmento de brillo ya sea del tipo *leafing* o del tipo *non-leafing*. El pigmento de brillo metálico es, preferentemente, un pigmento de brillo del tipo *no-leafing*.

De conformidad con la invención, las plaquitas de sustrato de aluminio recubiertas son revestidas mediante al menos un recubrimiento B de un óxido metálico de un alto índice de refracción con un espesor del recubrimiento de al menos 50 nm. Entre el recubrimiento B y la superficie del sustrato, las plaquitas de sustrato recubiertas tienen un recubrimiento A. Las plaquitas de sustrato pueden tener, eventualmente, un recubrimiento C adicional, diferente de la capa B subyacente.

En general, un recubrimiento de una parte de la superficie de las plaquitas de sustrato recubiertas es suficiente para obtener un pigmento de brillo. Por ejemplo, es posible que esté recubierta solamente el lado superior y/o inferior de las plaquitas, lo cual deja la(s) cara(s) laterales tal como están. Sin embargo, de conformidad con la invención, la totalidad de la superficie de las plaquitas de sustrato opcionalmente pasivadas, incluidas las caras laterales, son cubiertas por el recubrimiento B. Las plaquitas de sustrato son, de esta manera, completamente cubiertas por el recubrimiento B. Esto mejora las propiedades ópticas del pigmento de la invención y aumenta la durabilidad mecánica y química de las plaquitas de sustrato recubiertas. Lo anterior aplica también a la capa A y, preferentemente, también a la capa C, si está presente.

A pesar de que puede estar presente una pluralidad de recubrimientos A, B y/o C, en cada caso, las plaquitas de sustrato recubiertas tienen preferiblemente cada una solo un recubrimiento A, B y C, en caso de estar presente.

El recubrimiento B está formado de al menos un óxido de metal de alto índice de refracción. Preferentemente, el recubrimiento B incluye al menos 95% en peso, más preferentemente al menos 99% en peso, por ejemplo aproximadamente 100% en peso de al menos un óxido metálico de alto índice de refracción.

El recubrimiento B tiene un grosor de por lo menos 50 nm. Preferentemente, el grosor del recubrimiento B no es mayor que 400 nm, más preferiblemente como máximo 300 nm.

La proporción del espesor del recubrimiento B respecto del espesor de las plaquitas de sustrato de aluminio sin recubrir es preferentemente al menos de 2, por ejemplo de 4, 8 o 10. En principio, no es necesario observar ningún límite superior para esta proporción, no obstante, por razones prácticas debe ser como máximo 1000, preferentemente como máximo 500. El espesor promedio de un recubrimiento o una plaquita de sustrato se determina a partir de la media aritmética del espesor máximo y mínimo del recubrimiento o de la plaquita de sustrato.

Cuando aquí se hace referencia a "plaquitas de sustrato", recubiertas o no, se refiere a plaquitas de sustrato sin recubrir, a menos que se estipule de otra forma en el punto en cuestión.

De conformidad con la invención, entre la superficie de las plaquitas de sustrato de aluminio y el recubrimiento B, existe un recubrimiento A adicional constituido de al menos un óxido metálico que tiene un bajo índice de refracción de como máximo 1,8, seleccionado del grupo compuesto de SiO_2 , B_2O_3 , MnO_2 , MgO , GeO_2 y Al_2O_3 . Preferentemente, el recubrimiento B incluye al menos 95% en peso, más preferentemente al menos 99% en peso, por ejemplo aproximadamente 100% en peso de al menos un óxido metálico de alto índice de refracción.

De vez en cuando, los óxidos de metal, los cuales se pueden utilizar para los recubrimientos A, B y C, tienen cierta proporción de componentes secundarios y/o impurezas. Los típicos componentes secundarios de óxidos metálicos son especialmente hidróxidos metálicos. Es así que, por ejemplo, un recubrimiento de óxido de hierro puede contener una cierta proporción de hidróxido de hierro.

En la presente, los términos "de alto índice de refracción" y "de bajo índice de refracción" se refieren, respectivamente, a materiales que tienen índices de refracción altos y bajos. Los materiales de alto índice de refracción tienen un índice de refracción de al menos 1,9, preferentemente al menos 2,0 y más preferentemente al menos 2,4. Los materiales de bajo índice de refracción tienen un índice de refracción de 1,8 como máximo, preferentemente 1,6 como máximo.

Cuando se aplica a un componente de una composición, el concepto "en lo esencial" significa que la composición se forma a partir del componente de referencia hasta un grado de al menos 95% en peso, preferentemente hasta un grado de al menos 99% en peso, especialmente preferente hasta un grado de al menos 99% en peso, por ejemplo hasta un grado de aproximadamente 100% en peso.

Los óxidos metálicos de alto índice de refracción apropiados para el recubrimiento B son, preferentemente, óxidos metálicos (es decir, de color) absorbentes, selectivamente, de la luz, en particular óxido de hierro (III) ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ α - y γ (rojos), óxido de cobalto (III) (azul), óxido de cromo (III) (verde), óxido de titanio (III) (azul, generalmente presente en una mezcla con oxinitruros de titanio y nitruros de titanio) y óxido de vanadio (V) (naranja) y sus mezclas. También son aptos óxidos incoloros de alto índice de refracción como ser dióxido de titanio y/o óxido de circonio.

El recubrimiento B puede incluir un colorante absorbente selectivamente, preferentemente 0,001% a 5% en peso, más preferentemente 0,01% a 1% en peso. Son adecuados los colorantes orgánicos e inorgánicos que se pueden incorporar de forma estable dentro de un recubrimiento de óxido metálico.

De los óxidos metálicos de bajo índice de refracción previstos de conformidad con la invención para el recubrimiento A, es preferente el dióxido de silicio. El recubrimiento A tiene preferentemente un espesor de 1 a 100 nm, más preferentemente de 5 a 50 nm, especialmente preferente de 5 a 20 nm. Preferentemente, la distancia entre la superficie de las plaquitas de sustrato y la superficie interior del recubrimiento B es de 100 nm como máximo, más preferentemente de 50 nm como máximo, especialmente preferente de 20 nm como máximo. En virtud de estar el espesor del recubrimiento A o la distancia entre la superficie de las plaquitas de sustrato y el recubrimiento B dentro del intervalo especificado anteriormente, es posible asegurar que las plaquitas de sustrato recubiertas del pigmento metálico de brillos de la invención tienen un alto poder cubriente y, por lo tanto, tienen un valor ΔE a ser posible bajo.

De acuerdo con una forma de realización preferente, las plaquitas de sustrato presentan un recubrimiento C adicional de un oxihidrato metálico, diferente al recubrimiento B subyacente. Por ejemplo, son óxidos metálicos apropiados el dióxido de silicio, oxihidrato de silicio, óxido de aluminio, oxihidrato de aluminio, óxido de cinc, óxido de estaño, óxido de titanio, óxido de circonio, óxido de hierro (III) u óxido de cromo (III). Se le da preferencia al dióxido de silicio.

El recubrimiento C tiene, preferentemente, un espesor de 10 a 500 nm, más preferentemente de 50 a 300 nm. Mediante la previsión del recubrimiento C, por ejemplo a base de TiO_2 , es posible lograr una mejor interferencia, al mismo tiempo que asegura un alto poder cubriente.

En el pigmento de brillo metálico según la invención y las plaquitas de sustrato recubiertas, la proporción cuantitativa α de oxígeno no unido al aluminio es, relativo al aluminio, preferentemente de al menos 3, más preferentemente de al menos 4, especialmente preferente de al menos 5. Si α es de al menos 3, se evita en las plaquitas de sustrato recubiertas la presencia de una proporción cuantitativa de oxígeno no unido al aluminio, relativo al aluminio en una proporción estequiométrica de 3/2 (mol/mol). Una mezcla de aluminio y compuestos de oxígeno, especialmente Fe_2O_3 , en la cual la proporción cuantitativa α está en el rango de 3/2 puede reaccionar de una manera fuertemente exotérmica debido a la alta oxofilia del metal de aluminio, bajo algunas circunstancias con efecto explosivo (aluminotermia, reacción termita). Por consiguiente, una mezcla que tiene α en el rango de 3/2 puede constituir un riesgo de inseguridad. Sin embargo, la capacidad de reacción de una mezcla tal se puede reducir mediante el ajuste de la proporción α a una valor que es ostensiblemente mayor o bien ostensiblemente menor que 3/2 (véase la figura 1).

Con el fin de lograr un bajo valor de α , el contenido de aluminio tendría que fijarse en un nivel alto. Esto estaría asociado con la desventaja de que el espesor de las plaquitas de sustrato de aluminio tendría que fijarse en un nivel alto, lo que tendría el efecto de que el poder cubriente de un pigmento de brillo metálico de este tipo se vería reducido en gran medida.

Por lo tanto, la proporción cuantitativa α se establece, preferentemente, a una valor por encima de 3/2, concretamente ≥ 3 . Como resultado, las plaquitas de sustrato recubiertas y el pigmento de brillo metálico según la invención presentan ninguna o, al menos, sólo una reactividad muy baja, con al mismo tiempo un alto poder cubriente.

La reactividad del pigmento de brillo metálico también se suprime o es despreciablemente bajo cuando la proporción en masa de óxido de hierro (III), en caso de estar previsto como recubrimiento B, en combinación con una capa C seleccionada de TiO_2 , SnO_2 y Al_2O_3 , es alta en las plaquitas de sustrato recubiertas, preferentemente al menos de 65% en peso, más preferentemente al menos de 70% en peso, especialmente preferente al menos de 75% en peso. No obstante, el contenido de óxido de hierro (III) no debería ser mayor que 99% en peso, preferentemente no mayor que 97% en peso.

Además, la reactividad del pigmento de brillo metálico también se suprime o es despreciablemente bajo cuando el contenido de oxígeno no unido al aluminio en el pigmento de brillo metálico es al menos de 50 %mol, preferentemente al menos 52,5 %mol, más preferentemente al menos de 55 mol%, por ejemplo, al menos de 57 %mol. Sin embargo, la proporción cuantitativa de oxígeno no unido al aluminio no debería ser mayor que 59 %mol.

En otro aspecto independiente, la presente invención se refiere a un pigmento de brillo metálico sobre la base de plaquitas de sustrato de aluminio recubiertas, estando las plaquitas de aluminio estructuradas monolíticamente y envueltos de al menos un recubrimiento de óxido de hierro (III) que, dado el caso, está envuelto nuevamente de una capa C, seleccionada de TiO_2 , SnO_2 o Al_2O_3 , en particular TiO_2 , y en el cual la proporción en masa de óxido de hierro (III) en las plaquitas de sustrato de aluminio recubiertas, sola o en combinación con TiO_2 , SnO_2 o Al_2O_3 de la capa C en caso de estar presente, es de al menos 65% en peso y entre la superficie de las plaquitas de aluminio y recubrimiento B existe un recubrimiento adicional A de al menos un óxido metálico con un índice de refracción de un máximo de 1,8, seleccionado de un grupo compuesto de SiO_2 , B_2O_3 , MnO_2 , MgO , GeO_2 y Al_2O_3 .

En tanto a continuación no esté descrito diferente vale para el pigmento de brillo metálico según este aspecto lo ya mencionado anteriormente.

Debido a la elevada oxofilia del aluminio una mezcla estequiométrica de metal de aluminio y Fe_2O_3 , ($2\text{Al} + \text{Fe}_2\text{O}_3 \rightarrow 2\text{Fe} + \text{Al}_2\text{O}_3$) puede reaccionar de manera muy exotérmica, en circunstancias con efecto explosivo (aluminotermia, reacción termítica). De ahí que una mezcla de este tipo puede representar un riesgo de inseguridad. Sin embargo, la capacidad reactiva de una mezcla de aluminio y óxido de hierro (III) puede ser reducida cuando la proporción en masa de óxido de hierro (III) se ajusta a un valor muy alto o muy bajo (véase la figura 1).

Según este aspecto de la invención, la proporción en masa de óxido de hierro (III), solo o en combinación con TiO_2 , SnO_2 o Al_2O_3 de la capa C, en caso de estar presente, se ajusta, preferentemente, a un valor \geq de 65% en peso, referido al peso total de las plaquitas de sustrato recubiertas. Como resultado, las plaquitas de sustrato recubiertas y/o el pigmento de brillo metálico según la invención presenta ninguna o, al menos, sólo una reactividad muy baja.

La proporción en masa de óxido de hierro (III) en las plaquitas de sustrato recubiertas, solo o en combinación con TiO_2 , SnO_2 o Al_2O_3 de la capa C, en caso de estar presente es, preferentemente, un valor de al menos 70% en peso, particularmente preferente al menos 75% en peso. No obstante, el contenido de óxido de hierro (III) no debería ser mayor que 99% en peso, preferentemente no mayor que 97% en peso.

La capacidad de reacción de las plaquitas de sustrato recubiertas según una forma de realización preferente de la presente invención se reduce debido a que la proporción en masa de metal de aluminio en las plaquitas de sustrato recubiertas es, preferentemente, de un máximo de 20% en peso, particularmente preferible de un máximo de 15% en peso, más preferible de un máximo de 12% en peso, por ejemplo un máximo de 10% en peso. Sin embargo, la proporción en masa de metal de aluminio no debería caer por debajo de 0,1% en peso, preferentemente no por debajo de 0,5% en peso o 1% en peso.

El aluminio elemental no reacciona exotérmicamente (aluminotermia) solamente con óxido de hierro, sino también con una pluralidad de otros compuestos de oxígeno en los cuales el oxígeno no está ligado al aluminio. En el pigmento de brillo metálico según la invención y las plaquitas de aluminio recubiertas, la proporción cuantitativa α de oxígeno no unido al aluminio es, relativo al aluminio, preferentemente de al menos 3, más preferentemente de al menos 4, especialmente preferente de al menos 5. Si α es de al menos 3, se evita en las plaquitas de aluminio recubiertas la presencia de una proporción cuantitativa de oxígeno no ligado al aluminio, relativo al aluminio en una proporción estequiométrica de 3/2 (mol/mol). Una mezcla de aluminio y compuestos de oxígeno, por ejemplo Fe_2O_3 , en la cual la cuantitativa α está en el rango de 3/2 puede reaccionar de una manera fuertemente exotérmica, bajo algunas circunstancias con efecto explosivo (aluminotermia). Por consiguiente, una mezcla que tiene α en el rango de 3/2 puede constituir un riesgo de inseguridad. Sin embargo, la capacidad de reacción de una mezcla tal se puede reducir mediante el ajuste de la proporción α a una valor que es ostensiblemente mayor o bien ostensiblemente menor que 3/2 (véase nuevamente la figura 1).

Por lo tanto, la proporción cuantitativa α se establece, preferentemente, al valor indicado anteriormente por encima de 3/2, concretamente ≥ 3 . Como resultado, las plaquitas de aluminio recubiertas y/o el pigmento de brillo metálico según la invención presentan ninguna o, al menos, sólo una reactividad muy baja.

De acuerdo con este aspecto del pigmento de brillo metálico según la invención no hay ninguna exigencia particular respecto del espesor de las plaquitas de aluminio, en tanto la proporción en masa de óxido de hierro (III) y, preferentemente, también la relación cuantitativa α son las indicada anteriormente. Preferentemente, las plaquitas aluminio presentan un espesor de 1 nm a 20 nm.

En una forma de realización, el espesor de las plaquitas aluminio están preferentemente en el intervalo de 1 a 50 nanómetros, preferiblemente 1 a 30 nanómetros, particularmente preferible 1 a 25 nm. En este caso, el espesor del recubrimiento de óxido de hierro es de al menos 100 nm y se encuentra, preferentemente, en el intervalo de 100 a 300 nm.

En otra forma de realización, el espesor de la al aluminio está preferentemente en el intervalo de 100 a 1500 nm. En este caso, el recubrimiento B presenta, preferentemente, un espesor de 300 a 3500 nm. Es particularmente preferible un espesor de capa del recubrimiento B de 400 a 800 nm. Si se ajusta el espesor de las plaquitas de aluminio y capa B dentro de este intervalo, se pueden proporcionar en momentos de efectos metálico con un centelleo (sparkle, en inglés) particularmente fuerte.

El procedimiento según la invención para producir el pigmento de brillo metálico comprende las etapas de proporcionar eventualmente las plaquitas de aluminio de sustrato pasivadas, recubrir las plaquitas de sustrato de aluminio mediante la descomposición hidrolítica de uno o más compuestos orgánicos metálicos y/o mediante la precipitación de una o más sales metálicas disueltas.

Para la producción de recubrimiento A, en presencia de plaquitas de sustrato y un disolvente orgánico en el que es soluble los compuestos metálicos se hidrolizan, apropiadamente, compuestos orgánicos metálicos (preferentemente compuestos orgánicos de silicio) en los cuales los restos orgánicos están ligados a los metales mediante átomos de oxígeno. Para ello es apropiado un sin número de disolventes orgánicos, preferiblemente isopropanol. En el caso de SiO_2 , la generación del recubrimiento también se puede producir en un medio acuoso.

Son ejemplos preferentes para los compuestos orgánicos metálicos los acetilcetonatos y, particularmente, alcoholatos, ante todo alcoholatos de C₁-C₄, por ejemplo isopropanolato de aluminio y tetraetoxisilano (tetraetilortosilicato, TEOS).

La hidrólisis se realiza preferentemente en presencia de una base o un ácido como catalizador. Para ello, por ejemplo son apropiados, en particular, soluciones acuosas de amoníaco, además de las lejías alcalinas como la sosa cáustica. Son catalizadores apropiados, por ejemplo, el ácido fosfórico y ácidos orgánicos como el ácido acético y ácido oxálico.

El agua debe existir al menos en la cantidad estequiométrica necesaria para la hidrólisis, preferible es, sin embargo, una cantidad de 2 a 100 veces, particularmente de 5 a 20 veces.

Referido a la cantidad de agua utilizada, se agrega generalmente 3 a 40 % en volumen, preferentemente 5 a 30 % en volumen de una solución amoniacal acuosa al 25 % en peso.

Para el régimen de temperatura ha quedado demostrado como ventajoso calentar la mezcla reactiva dentro de las 10 a 48 horas, paso a paso hasta la temperatura de reflujo. Cuando se utiliza el isopropanol como disolvente, la mezcla se agita, por ejemplo, preferentemente primero a 40° C durante 4 a 20 horas, después a 60° C durante 4 a 20 horas y finalmente a 80° C durante 2 a 8 horas.

En términos de tecnología de proceso, el recubrimiento de plaquitas de sustrato con un recubrimiento A se efectúa apropiadamente de la manera siguiente:

Se preparan plaquitas de sustrato de aluminio, disolvente orgánico, agua y catalizador (ácido o preferiblemente lejía, en particular, por ejemplo, una solución acuosa de amoníaco), después de lo cual se agrega el compuesto metálico a hidrolizar, como sustancia pura o disuelta, por ejemplo, como solución de 30 a 70, preferiblemente 40 a 60 % en volumen en disolvente orgánico. Si el agregado del compuesto metálico se produce en una etapa, la suspensión es calentada mediante agitación como se ha descrito anteriormente. No obstante, el compuesto metálico también puede ser agregado dosificado de manera continua a temperatura elevada, pudiendo estar presente agua o amoníaco o ser también agregados dosificados de manera continua. Después determinado de recubrimiento, la mezcla reactiva es enfriada nuevamente a temperatura de ambiente.

Con el fin de evitar la formación de aglomerado durante el proceso del recubrimiento, la suspensión puede estar sometida a exigencias mecánicas significativas, como bombeo, agitación vigorosa o a la acción de ultrasonido.

Dado el caso, la etapa de recubrimiento puede ser repetida una o más veces. Si la lejía madre aparentara ser lechosa turbia es recomendable recambiarla antes de un nuevo recubrimiento.

Las plaquitas de sustrato de aluminio revestidas con el recubrimiento A se pueden aislar de manera sencilla mediante la filtración, lavado con un disolvente orgánico, preferentemente también con los alcoholes usados como disolventes, y posterior secado (generalmente de 20 a 200°C durante 2 a 24 horas).

Para la aplicación de las capas de óxido metálico (B), las capas de óxido de hierro α y de óxido de cromo pueden ser aplicadas mediante la descomposición hidrolítica de sales de hierro (III) como cloruro o sulfato de hierro (III) o bien cloruro de cromo (III) y subsiguiente traslado mediante templado de las capas hidroxidadas a las capas de óxido. El templado se produce, preferentemente, a una temperatura de 250 a 550°C durante un periodo de 5 a 60 minutos, preferentemente a 350 a 450° durante un periodo de 10 a 30 minutos. Asimismo, también se puede conseguir un recubrimiento de óxido de titanio (III) mediante hidrólisis de tetracloruro de titanio y subsiguiente reducción mediante amoníaco gaseoso del óxido de titanio formado.

En el caso que se desee un recubrimiento C, el mismo puede aplicarse del mismo modo que en el caso de los descritos para los recubrimientos A y B.

Con ayuda del procedimiento de fabricación según la invención, las plaquitas de sustrato recubiertas pueden ser fabricadas masivamente de manera reproducible. Se obtienen partículas de pigmentos completamente revestidas de alta calidad de los diferentes recubrimientos (homogéneas, laminar).

Además, la presente invención se refiere, en un aspecto adicional, al uso de los pigmentos de brillo metálicos descritos con anterioridad para la coloración de pinturas, tintas para imprenta, otras tintas, plásticos, de vidrios, productos de cerámica y formulaciones con fines de cosmética decorativa.

Los pigmentos de brillo de la invención son ventajosamente adecuados para muchos propósitos, tales como la coloración de plásticos, vidrios, productos de cerámica, formulaciones con fines de cosmética decorativa y, en

especial, de tintas, tintas para imprenta y tintas para impresiones de seguridad y, ante todo, de pinturas, por ejemplo para la industria automovilística.

5 Para estos propósitos finales, los pigmentos según la invención también se utilizan ventajosamente en una mezcla con pigmentos transparentes y blancos, cromáticos y negros cubrientes y también con pigmentos de brillo convencionales a base de pigmentos de mica y metálicos recubiertos de óxido metálico y óxidos de hierro en forma de plaquitas.

10 Los pigmentos de brillo metálicos según la invención son económicos de fabricar. Presentan un poder cubriente extraordinariamente grande y proporcionan, por lo tanto, múltiples ventajas para su uso, por ejemplo como pintura en la industria automovilística y vehicular. Los pigmentos de brillo metálicos según la presente invención presentan, además, un reducida inflamabilidad. De ahí que cumplen incluso prescripciones antiincendios y normas de seguridad estrictas.

15 Las figuras 1 y 2 muestran los resultados de los ensayos de combustión en diversas plaquitas de aluminio recubiertas que tienen diferentes proporciones en peso de aluminio (figura 1) y óxido de hierro (III) (figura 2). La clasificación del desempeño para los comportamientos en combustión (eje γ) en función de la proporción de aluminio (figura 1) o de óxido de hierro (III) (figura 2) en las plaquitas de sustrato recubiertas se determina mediante la evaluación del comportamiento de la muestra en el ensayo de combustión que se describe más adelante.

20 La figura 3 muestra una plaquita de aluminio recubierta según la invención. La plaquita de aluminio tiene un espesor muy uniforme y está revestida de una capa de SiO_2 (recubrimiento A, claro) y una capa de óxido de hierro (recubrimiento B, oscuro).

25 La figura 4 muestra una plaquita de aluminio recubierta según la invención que tiene un núcleo de aluminio, una capa de SiO_2 (recubrimiento A, claro) y una capa de óxido de hierro (recubrimiento B, oscuro).

Los ejemplos siguientes se usan para ilustrar la presente invención, sin estar limitada a los mismos.

Ejemplo 1 (delgadas plaquitas de aluminio con recubrimiento grueso de óxido de hierro)

30 Primeramente, se recubrieron 50 g de las plaquitas de aluminio (espesor entre 20 nm y 30 nm, $d_{50} = 12 \mu\text{m}$) con 10 g de SiO_2 por medio de un método sol-gel. En un balón de destilación con condensador de reflujo y agitador se mezclaron estas plaquitas de aluminio con 500 ml de agua desionizada y se calentaron a 75°C al mismo tiempo que se agitaban. Se ajustó el pH a un valor de 3,2 mediante la adición de una solución de NaOH al 10%. A la mezcla de reacción se añadieron 1016 g de una solución de FeCl_3 al 20%, manteniendo el valor pH, en lo esencial, constante a 3,2 mediante la adición simultánea de una solución de NaOH al 10%. Al finalizar la adición de la solución de FeCl_3 , se agitó la mezcla durante 15 minutos adicionales, con el fin de asegurar la precipitación completa. A continuación, el pH se aumentó a un valor de 7,0 mediante la adición por goteo de una solución de NaOH al 10% durante un período de 30 minutos. Después de agitar durante 30 minutos adicionales, el pigmento recubierto se separó de la solución de reacción restante mediante filtración y se lavó hasta quedar libre de sales. Las plaquitas de aluminio recubiertas obtenidas fueron secadas a 250°C durante 215 minutos y se pasaron por un tamiz (con una malla de $25 \mu\text{m}$). El producto obtenido se sometió a una evaluación de sus propiedades cromáticas y a un ensayo de fuego, tal como se describe más adelante.

Ejemplo 2 (plaquitas de aluminio delgadas con recubrimiento delgado de óxido de hierro)

45 En este ejemplo, de manera análoga al método del ejemplo 1, se produjeron plaquitas de aluminio recubiertas, con la diferencia que, en lugar de 1016 g de la solución de FeCl_3 al 20%, solamente se utilizaron 102 g. El producto obtenido se sometió a una evaluación de sus propiedades cromáticas y a un ensayo de fuego, tal como se describe a continuación.

Ejemplo 3 (plaquitas de aluminio delgadas con recubrimiento grueso de óxido de hierro y recubrimiento de óxido de titanio) (según la invención)

50 Dicho ejemplo fue realizado de manera análoga al ejemplo 1 hasta incluso la agitación durante quince minutos después de terminada la adición de la solución de FeCl_3 . A continuación se ajustó el valor pH a 2,0 mediante la adición de una solución de HCl al 10%. A la mezcla de reacción se añadieron 412 g de una solución de TiCl_4 al 30%, manteniendo el valor pH, en lo esencial, constante a 2,0 mediante la adición simultánea de una solución de NaOH al 10%. Al finalizar la adición de la solución de TiCl_4 , se agitó la mezcla durante 15 minutos adicionales, con el fin de asegurar la precipitación completa. A continuación, el pH se aumentó a un valor de 7,0 mediante la adición por goteo de una solución de NaOH al 10% durante un período de 30 minutos. Después de agitar durante 30 minutos adicionales, el pigmento recubierto se separó de la solución de reacción restante mediante filtración y se lavó hasta quedar libre de sales. Las plaquitas de aluminio recubiertas resultantes fueron secadas a 250°C durante 215 minutos y se pasaron por un tamiz (con una malla de $25 \mu\text{m}$). El producto resultante se sometió a una evaluación de sus propiedades cromáticas y a una ensayo de fuego como se describe más adelante.

Ejemplo comparativo (plaquitas gruesas de aluminio con recubrimiento de óxido de hierro)

65 Primeramente, se recubrieron 50 g de las plaquitas de aluminio (espesor entre 150 nm y 300 nm, $d_{50} = 18 \mu\text{m}$) con 8,8 g de SiO_2 por medio de un método sol-gel. En un balón de destilación con condensador de reflujo y agitador se

mezclaron estas plaquitas de aluminio con 500 ml de agua desionizada y se calentaron a 75° C al mismo tiempo que se agitaban. Se ajusta el pH a un valor de 3,2 mediante la adición de una solución de NaOH al 10%. A la mezcla de reacción se añadieron 660 g de una solución de FeCl₃ al 20%, manteniendo el valor pH, en lo esencial, constante a 3,2 mediante la adición simultánea de una solución de NaOH al 10%. Al finalizar la adición de la solución de FeCl₃, se agitó la mezcla durante 15 minutos adicionales, con el fin de asegurar la precipitación completa. A continuación, el pH se aumentó a un valor de 7,0 mediante la adición por goteo de una solución de NaOH al 10% durante un período de 30 minutos. Después de agitar durante 30 minutos adicionales, el pigmento recubierto se separó de la solución de reacción restante mediante filtración y se lavó hasta quedar libre de sales. Las plaquitas de aluminio recubiertas obtenidas fueron secadas a 250° C y se pasaron por un tamiz (con una malla de 40 µm). El producto obtenido se sometió a una evaluación de sus propiedades cromáticas y a un ensayo de fuego, tal como se describe más adelante.

Ensayo de combustión

En cada caso, se mezclaron completamente 20 g de los pigmentos producidos con 13,3 g de aguarrás mineral. Se aplicaron 2 g de esta mezcla a una placa de vidrio y se inflamó. Esta prueba de combustión se registra en video. Las características de fuego se clasifican según una escala del 0 al 5, en donde 0 significa que existe solamente una ligera quema del aguarrás sin que ocurra ninguna otra reacción adicional.

1: chispas aisladas durante la quema del disolvente

2: evolución ligera de chispas durante la quema del disolvente

3: evolución moderada de chispas durante la quema del disolvente

4: evolución significativa de chispas y pequeñas explosiones o deflagraciones durante la quema del disolvente, puesta al rojo de la muestra después que se ha quemado el disolvente

5: fuerte producción de chispas y explosiones o deflagraciones durante la quema del disolvente, después que se ha quemado el disolvente y una transformación completa de la muestra después de quemarse el disolvente.

Para medir de la diferencia de color total ΔE se aplicó, en cada caso, sobre una superficie negra y una superficie blanca, una capa de pintura que incluía el pigmento de brillo metálico según la invención a ensayar con una proporción en masa de 18% en peso (peso seco). El espesor de la capa de pintura seca era de 15 µm. De acuerdo con ello, se determinó la diferencia de color total ΔE entre las capas de pintura sobre fondo blanco y fondo negro. Los resultados se muestran en la tabla 1.

La tabla 1 muestra los resultados para diversos pigmentos de brillo metálicos. Las plaquitas de sustrato sin recubrimiento consisten de metal de aluminio. Los números de prueba 1 a 12 se produjeron de conformidad con las prescripciones de los ejemplos 1, 2 y/o 3 con las modificaciones necesarias para el ajuste de los parámetros específicos individuales (por ejemplo el espesor de los recubrimientos A, B y, si está presente, C). Las pruebas 5 a 7 y 12 son ejemplos según la presente invención, las pruebas 1 a 4, 8 a 11 son ejemplos comparativos. Además de los números de prueba 1 a 12, la tabla 1 muestra como ejemplos comparativos los valores para los productos disponibles comercialmente Paliochrom L2800 (de BASF) y Meoxal Orange (de Merck).

De la tabla 1 y de la figura 1 se desprende que es posible proporcionar un pigmento no combustible y no explosivo mediante un contenido de metal de aluminio de las plaquitas de sustrato recubiertas, en particular igual a 20% en peso o menos. Esto corresponde a un resultado de 1 o 0 en la prueba de combustión.

De la tabla 1 y de la figura 2 se desprende que es posible proporcionar un pigmento no inflamable y no explosivo mediante un contenido de Fe₂O₃ en las plaquitas de sustrato recubiertas, particularmente de 65% en peso o más. Esto corresponde a un resultado de 1 o 0 en el ensayo de combustión.

Además, la tabla 1 muestra que los pigmentos de brillo metálicos tienen particularmente una pequeña diferencia de color ΔE y, por consiguiente, un alto poder cubriente. La proporción reportada en la tabla se refiere al porcentaje en peso.

Tabla 1

Nr	Proporción de Al	Proporción de SiO ₂	Proporción de Fe ₂ O ₃	Proporción de TiO ₂	Valor de aplicación técnica para la combustión	ΔE	Aplicación del sustrato apropiado de la invención
1	37	14	39	0	5	0,8	si
2	34	21	35	0	5	0,6	si
3	26	30	30	0	5	0,8	si
4	22	25	45	0	4	0,2	si
5	11	13	68	0	1	0,7	si
6	6	8	73	0	0	0,4	si
7	4	5	72	0	0	3,3	si
8	4	6	45	30	0	15,4	si
9	37	7	49	0	5	0,4	si
10	51	6	32	0	4	5,5	no
11	64	4	20	0	2	11,2	no
12	8	3	76	0	0	0,8	si
Paliocrom L2800	69	1	26,6	nb	3	12,0	no
Meoxal Orange	27	11	50,9	nb	5	25,0	no

REIVINDICACIONES

- 5 1. Pigmentos de brillo metálicos sobre la base de plaquitas de aluminio recubiertas, estando las plaquitas de aluminio estructuradas monolíticamente y envueltas de al menos un recubrimiento B de óxido de hierro (III) que, dado el caso, está envuelto nuevamente de una capa C, seleccionada de entre TiO_2 , SnO_2 o Al_2O_3 , y en el cual la proporción en masa de óxido de hierro (III) en las plaquitas de sustrato recubiertas, sola o en combinación con TiO_2 , SnO_2 o Al_2O_3 de la capa C en caso de estar presente, es de al menos 65% en peso y entre la superficie de las plaquitas de aluminio y el recubrimiento B existe un recubrimiento adicional A de al menos un óxido metálico de baja refracción, que presenta un índice de refracción de un máximo de 1,8, seleccionado de un grupo compuesto de SiO_2 , B_2O_3 , MnO_2 , MgO , GeO_2 y Al_2O_3 ,, en donde las plaquitas de aluminio tienen un espesor de 1 a 30 nm y están, eventualmente, pasivadas, y presentando el recubrimiento B un espesor en el intervalo de 100 a 300 nm.
- 10 2. Pigmentos de brillo metálicos de conformidad con la reivindicación 1, en donde el recubrimiento A está compuesto de SiO_2 .
- 15 3. Pigmentos de brillo metálicos de conformidad con las reivindicaciones 1 ó 2, en donde el recubrimiento A presenta un espesor de 1 a 100 nm.
- 20 4. Pigmentos de brillo metálicos según la reivindicación 1, 2 ó 3, siendo la proporción de masa de metal de aluminio en las plaquitas de sustrato máximamente de 20% en peso.
- 5 5. Pigmentos de brillo metálicos según una de las reivindicaciones 1 a 4, en los cuales la proporción cuantitativa de oxígeno que no está ligado a aluminio, es respecto de aluminio al menos de 3.
- 25 6. Proceso para producir pigmentos de brillo metálicos de conformidad con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, que comprende las etapas de proporcionar eventualmente plaquetas de sustrato, recubrir las plaquetas de sustrato de aluminio mediante la descomposición hidrolítica pasivada de aluminio de uno o más compuestos orgánicos metálicos y/o mediante la precipitación de una o más sales metálicas disueltas.
- 30 7. Uso de los pigmentos de brillo metálicos según una de las reivindicaciones 1 a 5 para la coloración de lacas, tintas para imprenta, otras tintas, plásticos, vidrios, productos cerámicos y formulaciones con fines de cosmética decorativa.

Figura 1

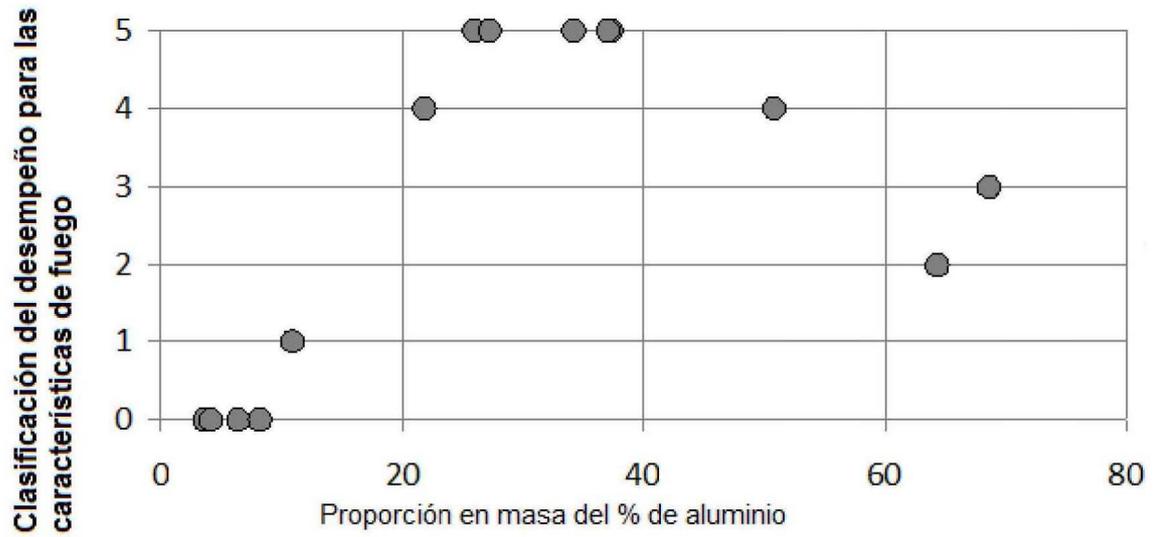


Figura 2

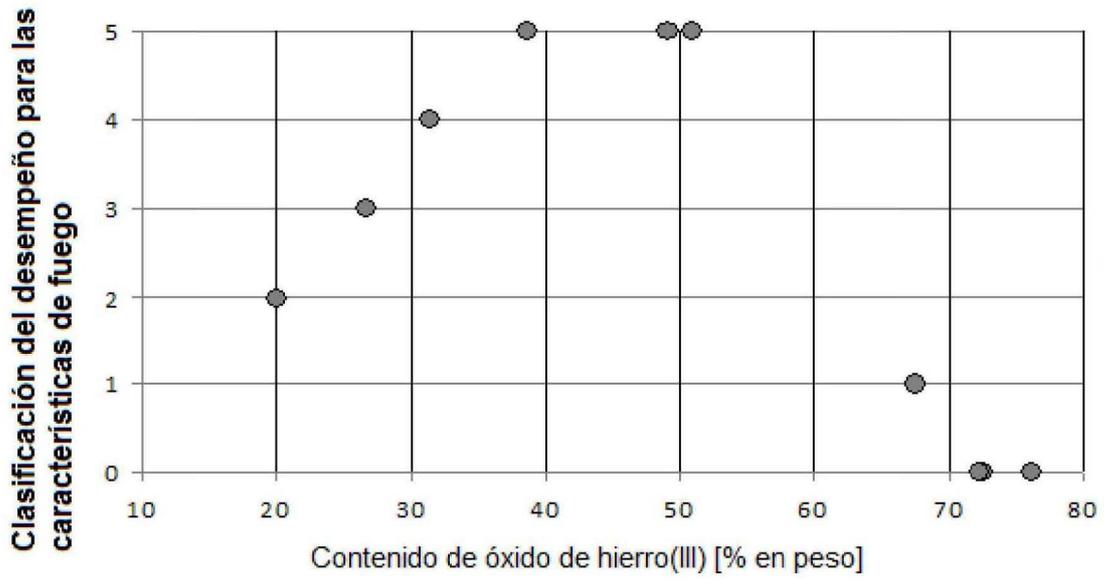


Figura 3

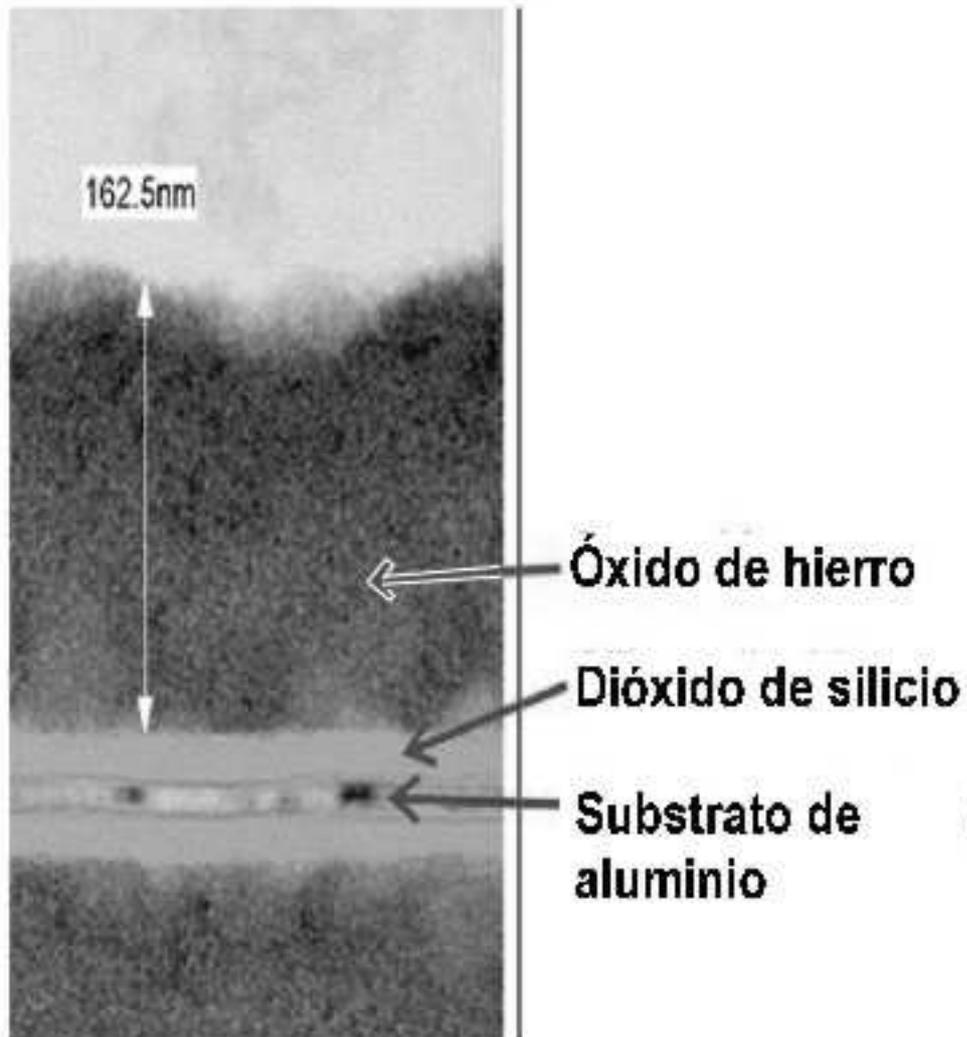


Figura 4

