

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 664 329**

51 Int. Cl.:

**C09C 1/00** (2006.01)

**C09C 1/64** (2006.01)

**C09C 3/06** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **10.05.2013 PCT/IB2013/053803**

87 Fecha y número de publicación internacional: **28.11.2013 WO13175339**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **10.05.2013 E 13794150 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **03.01.2018 EP 2852640**

54 Título: **Proceso para la preparación de pigmentos de efecto aluminio recubiertos con óxido de metal**

30 Prioridad:

**22.05.2012 US 201261649943 P**  
**22.05.2012 EP 12168821**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:  
**19.04.2018**

73 Titular/es:

**BASF SE (100.0%)**  
**Carl Bosch Strasse 38**  
**67056 Ludwigshafen, DE**

72 Inventor/es:

**WOSYLUS, ARON y**  
**SCHMID, RAIMUND**

74 Agente/Representante:

**CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel**

**ES 2 664 329 T3**

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

**DESCRIPCIÓN**

Proceso para la preparación de pigmentos de efecto aluminio recubiertos con óxido de metal

Los pigmentos de brillo o efecto se usan en muchas áreas, por ejemplo, en recubrimientos de automóviles, recubrimientos decorativos, pigmentación de plásticos, pinturas, tintas de impresión y cosméticos.

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

10 Los pigmentos de efecto metálico son todos los sustratos con forma de plaquetas conocidos por la persona experta, por ejemplo, plaquetas / escamas de aluminio o plaquetas / escamas de aluminio recubiertas con óxido de metal.

15 Los pigmentos de aluminio con forma de plaquetas que tienen un recubrimiento de óxido de hierro son bien conocidos y se describen, por ejemplo, en el documento EP 0 033 457. Pertenecen a la clase de pigmentos de efecto que, en virtud de sus propiedades de color particulares, han encontrado amplio uso en la coloración de recubrimientos, pinturas, tintas de impresión, plásticos, composiciones y esmaltes cerámicos y preparaciones cosméticas decorativas.

20 Los pigmentos de aluminio recubiertos de óxido de hierro derivan su perfil óptico particular de una combinación de reflexión especular en la superficie de la plaqueta de aluminio, absorción selectiva de la luz en la capa de óxido de hierro e interferencia de la luz en las superficies similares a películas de la capa de óxido de hierro. La interferencia de luz conduce a un color que está determinado principalmente por el espesor de la capa de recubrimiento de óxido de hierro. Por lo tanto, los polvos de pigmentos secos exhiben los siguientes matices al aire con un aumento del espesor de la capa de óxido de hierro que se clasifican como debidos a la interferencia de primer orden o de segundo orden:

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

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

Los pigmentos de aluminio recubiertos con óxido de hierro son muy brillantes y opacos, por lo que se usan ampliamente en recubrimientos para automóviles. Los pigmentos utilizados habitualmente en este campo se basan en plaquetas de aluminio y exhiben un efecto de espejo metálico.

30 Las capas de óxido metálico de pigmentos de efecto pueden proporcionarse sobre las partículas de sustrato metálico mediante descomposición en fase gaseosa de compuestos metálicos volátiles en presencia de oxígeno y/o vapor de agua o mediante un proceso de recubrimiento químico húmedo (por ejemplo, proceso sol-gel).

35 El documento EP 0 033 457 A2 describe un proceso para la preparación de pigmentos de efecto coloreado que comprende un sustrato metálico cuya superficie está cubierta al menos parcialmente con un óxido de hierro, donde el pentacarbonilo de hierro se oxida hasta óxido de hierro en un lecho fluidizado de los sustratos metálicos con oxígeno a más de 100°C.

El documento EP 0 562 329 A1 describe pigmentos de efecto coloreado que son una mezcla de alúmina recubierta de óxido de hierro y talco recubierto de óxido de hierro. El recubrimiento de óxido de hierro se logra mediante la descomposición de carbonilos de hierro en un lecho fluidizado en presencia de oxígeno.

40 El documento EP 0 768 343 A2 describe pigmentos de brillo basados en sustratos metálicos con forma de plaquetas con recubrimiento múltiple que tienen un recubrimiento múltiple que comprende al menos un paquete de capas de A) una capa que consiste esencialmente en óxido de silicio, óxido de silicio hidratado, óxido de aluminio y/o óxido de aluminio hidratado; y B) una capa que contiene silicio que no absorbe selectivamente que es al menos parcialmente transparente a la luz visible; y opcionalmente C) una capa externa que consiste esencialmente en óxido metálico incoloro o que absorbe selectivamente.

45 En los métodos de preparación de productos químicos húmedos, las capas que contienen óxido de metal se pueden aplicar mediante reacción hidrolítica de sales metálicas apropiadas, v.g. sales de hierro (III) tales como cloruro y sulfato de hierro (III) o compuestos organometálicos hidrolizables.

Se proporcionan detalles sobre la preparación de una capa de recubrimiento de óxido metálico sobre un sustrato con base metálica de un pigmento de efecto, por ejemplo, en el documento EP 0 708 154 A2.

50 Típicamente, una capa de óxido de metal preparada mediante un método de preparación química húmeda puede contener grupos hidroxilo debido a la reacción de condensación incompleta de especies precursoras hidrolizadas o con agua unida. Por razones de color, se prefiere la conversión de la capa de óxido que contiene hidróxido en la capa de óxido totalmente condensada y/o la eliminación del agua unida para evitar cualquier cambio de color

indeseado del pigmento en el producto que contiene aplicado el pigmento. Esto se logra típicamente mediante secado en una corriente de gas caliente.

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

5 Las reacciones aluminotérmicas son reacciones químicas altamente exotérmicas entre el aluminio que actúa como agente reductor y un óxido de metal tal como óxido de hierro u óxido de titanio. El ejemplo más destacado es la reacción térmica entre el aluminio y el óxido de hierro. Sin embargo, el aluminio también puede reaccionar con un óxido de titanio u otros óxidos tales como el SiO<sub>2</sub>.

10 Un objeto de la presente invención es proporcionar un proceso para preparar un pigmento de efecto que comprende un sustrato de metal basado en aluminio y una capa de óxido de hierro u óxido de titanio, minimizando dicho proceso el riesgo de iniciar una reacción aluminotérmica y siendo fácil llevar a cabo pero que aún resulta en un pigmento de efecto que tiene propiedades de color estables.

De acuerdo con un primer aspecto de la presente invención, el objetivo se resuelve mediante un proceso para preparar un pigmento de efecto coloreado, que comprende:

15 (i) recubrir partículas de sustrato a base de aluminio en un medio de recubrimiento acuoso con al menos una capa de óxido de metal, en donde el óxido de metal se selecciona de un óxido de titanio, un óxido de hierro, o cualquier mezcla de los mismos,

20 (ii) proporcionar una mezcla de las partículas recubiertas de sustrato a base de aluminio y un material inorgánico no metálico en partículas en el medio de recubrimiento acuoso añadiendo el material inorgánico no metálico en partículas al medio de recubrimiento acuoso en una cantidad de 15% en peso a 50% en peso, basado en la cantidad de partículas recubiertas de sustrato a base de aluminio, en donde el material inorgánico no metálico en partículas se selecciona de silicatos estratificados o en láminas, óxidos de aluminio, aluminosilicatos, vidrio, perlita, mica sintética, vidrio borosilicato o cualquier mezcla o combinación de los mismos, y

25 (iii) separar la mezcla de las partículas de sustrato recubiertas a base de aluminio y el material inorgánico no metálico en partículas del medio de recubrimiento acuoso y someter la mezcla separada a una etapa de secado térmico para obtener un material de pigmento de efecto coloreado seco.

30 En la presente invención, se ha observado que la combinación de un proceso de recubrimiento húmedo en combinación con una etapa de mezcla de las partículas de pigmento de efecto basadas en aluminio con partículas inorgánicas apropiadas en el medio de recubrimiento líquido da como resultado un método de fabricación que minimiza el riesgo de iniciar una reacción aluminotérmica y es fácil de realizar, pero aún proporciona un pigmento de efecto que tiene propiedades de coloración estables.

Las partículas adecuadas de sustrato a base de aluminio para preparar pigmentos de efecto coloreados son generalmente conocidas por los expertos en la materia.

35 Las partículas de sustrato a base de aluminio pueden estar hechas de un núcleo de aluminio o de aleación de aluminio que puede recubrirse al menos parcialmente con una o más capas de pasivación.

El núcleo de aluminio o aleación de aluminio está preferiblemente en forma de plaquetas o escamas.

Como ejemplo de aleación de aluminio, se puede mencionar el bronce de aluminio.

40 Las plaquetas o escamas de aluminio o de aleación de aluminio se pueden producir de una manera simple mediante rompimiento o corte de láminas o mediante técnicas comunes de atomización y trituración. Las plaquetas adecuadas de aluminio o de aleación de aluminio se producen, por ejemplo, mediante el proceso Hall por molienda en húmedo en bencina mineral. El material de partida es un grano de aluminio atomizado e irregular que se muele en molino de bolas en bencina mineral y en presencia de lubricante en partículas en forma de plaquetas y posteriormente se clasifica.

45 El espesor promedio y el diámetro promedio de las plaquetas o escamas de aluminio o aleación de aluminio se pueden variar en un amplio intervalo. Típicamente, el espesor promedio de las plaquetas o escamas puede estar dentro del intervalo de 10 nm a 1.000 nm, y el diámetro promedio puede estar dentro del intervalo de 8 μm a 50 μm. Típicamente, la relación del diámetro promedio con respecto al espesor promedio puede estar dentro del intervalo de 30 a 5.000.

50 Como se mencionó anteriormente, el núcleo de aluminio o de aleación de aluminio de las partículas de sustrato a base de aluminio puede recubrirse al menos parcialmente con una o más capas de pasivación.

Las capas de pasivación apropiadas son generalmente conocidas por la persona experta. La capa de pasivación es preferiblemente una capa inorgánica tal como una capa de fosfato metálico o una capa de óxido inorgánico. Si la capa de pasivación inorgánica es una capa de fosfato metálico, el metal puede seleccionarse entre Ti, V, Cr, Mn, Fe,

Co, Ni, Cu, Zn, Al, Zr, Nb, Mo, Ta o W. Si la capa de pasivación inorgánica es una capa de óxido inorgánico, el óxido puede seleccionarse entre óxidos de Ti, V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cu, Zn, Al, Zr, Nb, Mo, Ta, W, Ge, Si, Sn y Bi o cualquier combinación de los mismos.

5 Los métodos para preparar una capa de pasivación sobre un sustrato de pigmento de efecto tal como plaquetas de aluminio son generalmente conocidos por la persona experta.

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

10 En el proceso químico húmedo, los compuestos precursores apropiados tales como compuestos orgánicos de silicio y/o aluminio en los que los grupos orgánicos están unidos a los metales a través de átomos de oxígeno se hidrolizan en presencia de partículas de sustrato (por ejemplo, escamas o plaquetas de aluminio) y de un disolvente orgánico en el que los compuestos metálicos son solubles. Preferiblemente, un alcóxido metálico (especialmente tetraetoxisilano y triisopropóxido de aluminio) se hidroliza en presencia de un alcohol (por ejemplo, etanol o isopropanol) y un catalizador básico o ácido (por ejemplo, amoníaco acuoso y/o aminas). Esto se realiza preferiblemente cargando inicialmente partículas de sustrato, isopropanol, agua y amoníaco, calentando esta mezcla de 40°C a 80°C, con agitación y añadiendo continuamente una solución del alcóxido metálico en isopropanol. Después de un tiempo de agitación posterior normalmente de 1 a 15 h, la mezcla se enfría a temperatura ambiente, y el pigmento recubierto se aísla mediante filtración, lavado y opcionalmente secado. Se proporcionan detalles adicionales sobre el método de preparación de una capa de pasivación sobre aluminio, por ejemplo, en los documentos EP 0 708 154 A2 y DE 4405492 A.

20 La etapa de proporcionar una capa de óxido de hierro u óxido de titanio sobre un sustrato basado en aluminio (ya sea directamente sobre el aluminio y la aleación de aluminio, respectivamente, o sobre una capa de pasivación que a su vez se aplicó sobre el aluminio o aleación de aluminio) en un medio de recubrimiento acuoso es generalmente conocido por la persona experta.

25 Se puede proporcionar una capa de óxido metálico añadiendo un compuesto precursor de óxido metálico apropiado tal como una sal metálica o compuesto organometálico u otros compuestos precursores hidrolizables al medio de recubrimiento acuoso que comprende las partículas de sustrato a base de aluminio que se pueden recubrir opcionalmente con al menos una capa de pasivación.

30 El término "medio de recubrimiento acuoso" significa que el medio líquido contiene agua en una cantidad que es suficiente para hidrolizar el compuesto precursor y lograr la condensación de la especie hidrolizada para aplicar un recubrimiento sobre las partículas de sustrato. El experto en la materia conoce las cantidades apropiadas de agua o puede establecerse fácilmente mediante experimentación rutinaria. Típicamente, el medio de recubrimiento acuoso contiene agua en una cantidad de 50% en peso a 100% en peso, basado en la cantidad total de líquidos en el medio de recubrimiento acuoso.

35 La capa de óxido metálico se puede aplicar sobre las partículas de sustrato a pH ácido o alcalino. Preferiblemente, el pH del medio de recubrimiento acuoso se mantiene constante mientras se agrega o dosifica el compuesto precursor de óxido metálico al medio de recubrimiento acuoso.

Mientras se proporciona (por ejemplo, mediante precipitación) la capa de óxido metálico sobre las partículas de sustrato, la temperatura del medio de recubrimiento acuoso se puede variar en un amplio intervalo, tal como desde temperatura ambiente hasta 100°C, o desde 30 hasta 100°C.

40 La capa de óxido de hierro o de titanio puede tener un espesor que da como resultado un color de acuerdo con la serie de interferencia de primer orden o de segundo orden.

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

50 Típicamente, una capa de óxido metálico (tal como una capa de óxido de hierro u óxido de titanio) proporcionada sobre un sustrato a través de una etapa del proceso químico húmedo aún incluye grupos hidroxilo, debido a la condensación incompleta entre la especie precursora hidrolizada y/o la presencia de agua. Si el metal es hierro (III), el óxido metálico obtenido mediante el método químico húmedo típicamente no solo está presente en la forma de óxido "completamente condensado"  $Fe_2O_3$ , sino que también comprende en cierta medida óxido de hierro hidratado o hidróxido de óxido de hierro. El hidróxido de óxido de hierro o el óxido de hierro hidratado todavía contiene grupos hidroxilo y se puede expresar, por ejemplo, por la fórmula  $FeO(OH)$ .

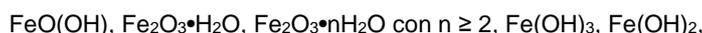
55 Por lo tanto, la capa de óxido de hierro o de óxido de titanio preparada en la etapa (i) también abarca aquellos óxidos metálicos que todavía contienen grupos hidroxilo debido a la condensación incompleta durante la formación del sólido de óxido metálico, y/o debido a la presencia de agua. Los grupos hidroxilo se pueden distribuir por todo el

óxido de metal, o pueden estar presentes en algunas áreas del óxido de metal solamente mientras que las otras áreas, debido a la condensación completa, ya no contienen grupos hidroxilo. Si no se indica específicamente, el término "óxido de hierro" abarca cualquier relación estequiométrica entre hierro y el oxígeno que pueda existir en los óxidos de hierro comúnmente conocidos. Lo mismo se aplica al término "óxido de titanio".

- 5 Si el óxido de hierro todavía contiene grupos hidroxilo, puede seleccionarse entre un óxido de hierro hidratado, un hidróxido de óxido de hierro o cualquier mezcla de óxido de hierro tal como  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  o  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  con un óxido de hierro hidratado y/o un hidróxido de óxido de hierro.

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

- 10 El óxido de hierro hidratado o el hidróxido de óxido de hierro pueden representarse mediante una de las siguientes fórmulas:



o puede ser una mezcla de dos o más de estos óxidos de hierro que contienen hidroxilo.

El óxido de hierro puede ser cristalino o amorfo, y puede ser un óxido de tipo estequiométrico o no estequiométrico.

- 15 Si el óxido de titanio todavía contiene grupos hidroxilo, puede seleccionarse entre un óxido de titanio hidratado, un hidróxido de óxido de titanio o cualquier mezcla de dióxido de titanio  $\text{TiO}_2$  con un óxido de titanio hidratado y/o un hidróxido de óxido de titanio.

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

- 20 El óxido de titanio hidratado o el hidróxido de óxido de titanio se pueden representar mediante uno de los siguientes ejemplos de fórmulas:



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

- 25 El óxido de titanio o el hidróxido de óxido de titanio puede ser cristalino o amorfo, y puede ser un óxido de tipo estequiométrico o no estequiométrico.

Como se indicó anteriormente, el proceso de la presente invención comprende una etapa (ii) de proporcionar una mezcla de las partículas de sustrato a base de aluminio recubiertas y un material inorgánico no metálico en partículas en el medio de recubrimiento acuoso añadiendo el material inorgánico no metálico en partículas al medio de recubrimiento acuoso.

- 30 El material inorgánico no metálico en partículas se puede añadir al medio de recubrimiento acuoso durante o después de la etapa (i). Sin embargo, en la presente invención, también es posible que el medio de recubrimiento acuoso ya contenga el material inorgánico no metálico en partículas antes de iniciar la etapa de recubrimiento (i).

- 35 Los sólidos no metálicos inorgánicos de la presente invención se seleccionan entre silicatos o filosilicatos laminares o en capas, óxidos de aluminio, aluminosilicatos, vidrio, mica sintética, perlita, vidrio de borosilicato, o cualquier mezcla de estos.

Un filosilicato o lámina o silicato estratificado preferido es la mica. La mica es comúnmente conocida por el experto y está disponible comercialmente. En la presente invención, se puede usar mica sintética, así como mica de origen natural. Ejemplos de materiales de mica que se pueden mencionar incluyen, por ejemplo, flogopita y fluoro flogopita.

- 40 El tamaño medio de partícula del sólido inorgánico no metálico se puede variar en un amplio intervalo. Preferiblemente, se elige un tamaño de partícula promedio del sólido inorgánico no metálico que es similar al tamaño de partícula promedio de las partículas de sustrato a base de aluminio. En una realización preferida, el tamaño medio de partícula del sólido inorgánico no metálico y el tamaño medio de partícula de las partículas de sustrato a base de aluminio no difieren en más de 30%, más preferiblemente no difieren en más de 15%. En una realización preferida, el sólido inorgánico no metálico tiene una morfología similar a una placa y una relación de aspecto que difiere en menos de 30%, más preferiblemente menos de 15% de la relación de aspecto de las partículas de sustrato a base de aluminio.
- 45

El material en partículas inorgánico no metálico se agrega al medio de recubrimiento acuoso en una cantidad de 15% en peso a 50% en peso, más preferiblemente de 15% en peso a 40% en peso, en base a la cantidad de partículas de sustrato recubiertas a base de aluminio.

Mientras se agrega el material inorgánico no metálico en partículas, la composición de recubrimiento acuosa se agita preferiblemente para mezclar eficazmente el sólido inorgánico no metálico y las partículas de sustrato a base de aluminio.

5 Preferiblemente, el medio de recubrimiento acuoso se homogeniza (preferiblemente mediante agitación) durante al menos 0,5 h después de añadir el material inorgánico no metálico en partículas.

El material inorgánico no metálico en partículas añadido al medio de recubrimiento acuoso puede estar recubierto o no recubierto.

10 Si se recubren, una o más capas de recubrimiento del material inorgánico no metálico en partículas añadido al medio de recubrimiento acuoso puede ser una o más capas de óxido metálico, una o más capas de pasivación, o cualquier combinación de las mismas.

Con respecto a las capas de pasivación apropiadas y los métodos de preparación de las mismas, se puede hacer referencia a las capas de pasivación de las partículas de sustrato a base de aluminio discutidas anteriormente.

15 Si una o más capas de óxido metálico están presentes en el material inorgánico no metálico en partículas, éstas pueden prepararse mediante un proceso de recubrimiento químico húmedo y/o un proceso de recubrimiento en fase gaseosa (tal como un recubrimiento químico de deposición de vapor). Las condiciones de proceso apropiadas para preparar tales capas de óxido de metal, ya sea mediante recubrimiento químico húmedo o recubrimiento en fase gaseosa, son generalmente conocidas por la persona experta.

20 Si una o más capas de óxido metálico están presentes en el material inorgánico no metálico en partículas, el óxido metálico puede seleccionarse entre óxidos de hierro, óxidos de titanio, óxidos de aluminio, óxidos de silicio, óxidos de cromo, o cualquier mezcla o combinación de los mismos.

25 Como se mencionó anteriormente, el material inorgánico no metálico en partículas puede añadirse al medio de recubrimiento acuoso durante la etapa (i) o puede estar ya presente en el medio de recubrimiento acuoso antes de que se inicie la etapa de recubrimiento (i). En ambas opciones, se proporciona una capa de óxido de hierro y/u óxido de titanio al menos parcialmente sobre el material inorgánico no metálico en partículas. Alternativamente, el material inorgánico no metálico en partículas se puede añadir al medio de recubrimiento acuoso después de la etapa (i).

Como se indicó anteriormente, el proceso de la presente invención comprende una etapa (iii) de separar la mezcla de las partículas de sustrato recubiertas a base de aluminio y el material inorgánico no metálico en partículas del medio de recubrimiento acuoso y someter la mezcla separada a una etapa de secado térmico para obtener un material de pigmento de efecto coloreado seco.

30 La mezcla puede separarse del medio de recubrimiento acuoso por métodos comúnmente conocidos por la persona experta.

Preferiblemente, la mezcla de las partículas de sustrato recubiertas a base de aluminio y el material inorgánico no metálico en partículas se separa del medio de recubrimiento acuoso por filtración, seguido opcionalmente por lavado de la mezcla con un líquido de lavado (como agua o un alcohol)

35 Las condiciones apropiadas de secado para obtener un material de pigmento de efecto coloreado seco pueden establecerse fácilmente por la persona experta. El secado térmico en la etapa (iii) se puede lograr, por ejemplo, por calcinación a una temperatura de al menos 150°C, o al menos 200°C, o al menos 250°C. Un intervalo de temperatura preferido puede ser de 150°C a 500°C, más preferiblemente de 200°C a 300°C.

40 La calcinación puede llevarse a cabo en atmósfera de aire. Sin embargo, también es posible llevar a cabo la etapa de secado térmico en una atmósfera inerte tal como nitrógeno, o en una atmósfera de un gas reductor tal como amoníaco.

Preferiblemente, después de la separación del medio de recubrimiento acuoso, la mezcla de las partículas de sustrato recubiertas a base de aluminio y el material inorgánico no metálico en partículas no se somete a un tratamiento térmico en un medio líquido antes de la etapa de secado térmico.

45 Opcionalmente, el proceso comprende además una etapa (iv) de modificación de la superficie del pigmento en la que el material de pigmento de efecto coloreado seco de la etapa (iii) se pone en contacto con un agente modificador de la superficie, por ejemplo, con un agente modificador de superficie que tiene un grupo funcional que es reactivo con la superficie del material de pigmento de efecto coloreado seco.

50 Para la etapa de modificación de la superficie del pigmento, el material de pigmento de efecto coloreado seco puede proporcionarse en un medio líquido que contiene al menos un agente modificador de la superficie. Sin embargo, también es posible poner el agente modificador de superficie en contacto con el material de pigmento de efecto coloreado seco de la etapa (iii) a través de la fase gaseosa.

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

La presente invención también se refiere a un pigmento de efecto coloreado que puede ser obtenible u obtenido mediante el proceso descrito anteriormente.

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

**Ejemplos**

10 Preparación de muestras de pigmento de efecto E1 a E3

Las plaquetas de aluminio que tienen una capa de pasivación de SiO<sub>2</sub> (que se preparó de acuerdo con la etapa (a) del Ejemplo 1 del documento EP 0 708 154) se dispersan en agua.

15 La suspensión de aluminio pasivado en agua se calienta a 80°C. Al agregar nitrato de hierro durante un período de aproximadamente 12 a 48 horas, se aplica un recubrimiento de óxido de hierro (III) sobre el aluminio pasivado. El pH se ajusta a un intervalo de 2,5 a 4 mediante la adición de una base (NaOH, NH<sub>3</sub>, NaHCO<sub>3</sub>). El recubrimiento de óxido de hierro tiene un espesor de capa que da como resultado una interferencia de segundo orden.

La suspensión de plaquetas de aluminio recubiertas con óxido de hierro se agita durante 30 minutos, seguido del ajuste del pH a un valor de aproximadamente 2,8 a 3,2 y añadiendo en cantidades variables, como se indica en la Tabla 1, mica que se recubre con óxido de hierro.

20 Tabla 1: Relación en peso de partículas de pigmento a base de Al con respecto a mica en las muestras E1-E3

Muestra	Relación en peso de partículas de pigmento a base de Al (Al/SiO <sub>2</sub> /Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ) con respecto a mica
E1	Sin adición de mica
E2	80/20
E3	70/30

Después de haber añadido la mica, la dispersión se agita durante aproximadamente una hora para asegurar un alto grado de homogeneidad, seguido de filtración y lavado de la mezcla de partículas de pigmento a base de Al y mica con agua.

25 Finalmente, la mezcla de partículas de pigmento a base de Al y mica se somete a una etapa de secado a una temperatura de aproximadamente 300°C.

Las velocidades de propagación del fuego de estas mezclas se midieron de acuerdo con "Transport of Dangerous Goods", Manual of Tests and Criteria, segunda edición revisada, Parte III, Prueba No.1, Sección 33.2.1.4.

Los resultados se muestran a continuación en la Tabla 2.

30 Tabla 2: Velocidades de propagación de fuego

Muestra	Velocidades de propagación de fuego
E1	1 seg.
E2	94 seg.
E3	Destello corto y luego extinción inmediata

35 Para evaluar la homogeneidad de la mezcla de partículas de pigmento a base de Al recubiertas con óxido de hierro y partículas de mica después de la separación del medio de recubrimiento acuoso, la torta del filtro de la muestra E2 se analizó químicamente por su contenido de Al, Si y Fe en tres diferentes sitios; es decir, la parte superior, la parte media y la parte inferior de la torta del filtro. Los resultados se muestran en la Tabla 3:

Tabla 3: análisis químico de la torta del filtro de E2

Localización en la torta del filtro analizada químicamente	Cantidad de Al (%)	Cantidad de Si (%)	Cantidad de Fe (%)
Parte superior	17,7	6,6	40
Parte superior	17,6	6,6	39
Parte inferior	17,6	6,6	39

5 Los datos de la Tabla 3 demuestran claramente que se obtiene una mezcla muy homogénea. Sin embargo, debido a esta alta homogeneidad, las partículas de mica se distribuyen uniformemente por toda la mezcla y pueden suprimir eficazmente una reacción de térmica durante la etapa de secado térmico de la torta del filtro húmedo.

Además, debido a esta alta homogeneidad de la mezcla, también existe una alta homogeneidad de color en todo el material de pigmento de efecto.

**REIVINDICACIONES**

1. Un proceso para preparar un pigmento de efecto coloreado, que comprende:
- 5 (i) recubrir partículas de sustrato a base de aluminio en un medio de recubrimiento acuoso con al menos una capa de óxido de metal, en donde el óxido de metal se selecciona de un óxido de titanio, un óxido de hierro, o cualquier mezcla de los mismos,
- 10 (ii) proporcionar una mezcla de las partículas recubiertas de sustrato a base de aluminio y un material inorgánico no metálico en partículas en el medio de recubrimiento acuoso añadiendo el material inorgánico no metálico en partículas al medio de recubrimiento acuoso en una cantidad de 15% en peso a 50% en peso, basado en la cantidad de partículas recubiertas de sustrato a base de aluminio, en donde el material inorgánico no metálico en partículas se selecciona de silicatos estratificados o en láminas, óxidos de aluminio, aluminosilicatos, vidrio, perlita, mica sintética, vidrio borosilicato o cualquier mezcla o combinación de los mismos, y
- (iii) separar la mezcla de las partículas de sustrato recubiertas a base de aluminio y el material inorgánico no metálico en partículas del medio de recubrimiento acuoso y someter la mezcla separada a una etapa de secado térmico para obtener un material de pigmento de efecto coloreado seco.
- 15 2. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1, en el que las partículas de sustrato a base de aluminio se elaboran de un núcleo de aluminio o aleación de aluminio que opcionalmente está recubierto, al menos parcialmente, con una o más capas de pasivación.
3. El proceso de acuerdo con la reivindicación 2, en el que la capa de pasivación es una capa de fosfato metálico o una capa de óxido inorgánico o cualquier combinación o mezcla de las mismas.
- 20 4. El proceso de acuerdo con una de las reivindicaciones precedentes, en el que la capa de óxido de metal tiene un espesor que da como resultado una interferencia de primer orden o de segundo orden.
5. El proceso de acuerdo con una de las reivindicaciones precedentes, en el que el material inorgánico no metálico en partículas añadido al medio de recubrimiento acuoso no está recubierto.
- 25 6. El proceso de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 4, en el que el material inorgánico no metálico en partículas añadido al medio de recubrimiento acuoso se recubre con al menos una capa de óxido de metal.
7. El proceso de acuerdo con una de las reivindicaciones precedentes, en el que el material inorgánico no metálico en partículas se añade al medio de recubrimiento acuoso durante la etapa (i) y/o ya está presente en el medio de recubrimiento acuoso antes de que se lleve a cabo la etapa (i).
- 30 8. El proceso de acuerdo con una de las reivindicaciones precedentes, en el que el material inorgánico no metálico en partículas se agrega al medio de recubrimiento acuoso después de la etapa (i).
9. El proceso de acuerdo con una de las reivindicaciones precedentes, en el que el diámetro promedio de partícula de las partículas de sustrato a base de aluminio y el diámetro promedio de partícula del material inorgánico no metálico en partículas añadido al medio de recubrimiento acuoso no difieren en más del 30%.
- 35 10. El proceso de acuerdo con una de las reivindicaciones precedentes, en el que la mezcla de las partículas de sustrato recubiertas a base de aluminio y el material inorgánico no metálico en partículas se separa del medio de recubrimiento acuoso por filtración.
11. El proceso de acuerdo con una de las reivindicaciones precedentes, en el que la mezcla separada se somete a una etapa de secado térmico en la etapa (iii) por calcinación a una temperatura de al menos 150°C.
- 40 12. El proceso de acuerdo con una de las reivindicaciones precedentes, que comprende además una etapa (iv) de modificación de la superficie del pigmento en el que el material de pigmento de efecto coloreado seco de la etapa (iii) se pone en contacto con un agente modificador de superficie.