

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 688 388**

51 Int. Cl.:

C01F 7/02	(2006.01)
C01F 7/34	(2006.01)
C01F 7/44	(2006.01)
C09C 1/48	(2006.01)
C09C 1/40	(2006.01)
C09D 7/12	(2006.01)
C08K 3/22	(2006.01)
C09C 1/00	(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **09.04.2014** E 14001291 (5)

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **20.06.2018** EP 2799397

54 Título: **Escamas de alfa-alúmina**

30 Prioridad:

30.04.2013 EP 13002294

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

02.11.2018

73 Titular/es:

**MERCK PATENT GMBH (100.0%)
Frankfurter Strasse 250
64293 Darmstadt, DE**

72 Inventor/es:

**SUZUKI, RYUTA;
PFAFF, GERHARD;
SCHOEN, SABINE;
SASAKI, FUMIKO;
KOBAYASHI, SATORU;
KUNII, KOSHIRO;
TAKENAKA, YUJI y
NITTA, KATSUHISA**

74 Agente/Representante:

CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel

ES 2 688 388 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

Escamas de alfa-alúmina

5 La presente invención se refiere a escamas de α - Al_2O_3 y al uso de las mismas en pinturas, recubrimientos industriales, recubrimientos para automóviles, tintas de impresión, formulaciones cosméticas y en particular como sustrato transparente para pigmentos de efecto.

Se puede impartir un lustre perlescente, lustre metálico, visos de color o efecto multicolor usando pigmentos perlescentes basados en escamas transparentes naturales o sintéticas. Los pigmentos perlescentes basados en escamas de α - Al_2O_3 son bien conocidos en la literatura y están disponibles comercialmente bajo la marca comercial Xirallic® de Merck.

10 Los factores importantes de un sustrato para un pigmento de efecto son el tamaño de partícula, la forma, las propiedades de superficie, el índice de refracción y similares. Dado que las partículas grandes y pequeñas tienen diferentes proporciones de reflexión y transmisión de luz en la superficie de la partícula, la uniformidad en el tamaño de partícula es esencial para un color vivo y uniforme. Además, el tamaño de partícula afecta en gran medida la coloración del pigmento perlescente porque está estrechamente relacionado con la longitud de onda de la luz. Es
15 decir, cuanto menor es el tamaño de partícula, mayor es el área de superficie, lo que aumenta la coloración y mejora la reflectividad, y ofrece un color más vivo. Sin embargo, al recubrir con metales u óxidos metálicos la superficie de las escamas de Al_2O_3 , generalmente no es fácil proporcionar recubrimientos uniformes sobre ellos y por lo tanto produce una disminución en la relación de aspecto, que luego reduce el efecto de interferencia de luz deteriorando así la brillantez de los colores perlescentes resultantes.

20 El α - Al_2O_3 en forma de escamas hexagonales que tienen un diámetro de partícula mayor que $10\ \mu\text{m}$ y una relación de aspecto (diámetro/espesor de partícula) de 5-10 se conoce a partir de la Publicación de Patente Japonesa No. 111239/1982.

La Publicación de Patente Japonesa No. 72572/1991 divulga α - Al_2O_3 en forma de escamas que tienen un diámetro de partícula medio de $0.5\text{-}3\ \mu\text{m}$.

25 La Publicación de Patente Japonesa No. 39362/1992 describe Al_2O_3 en forma de finas partículas laminares de un sistema de cristal hexagonal con el plano perpendicular al eje c cultivado sobre una placa.

En el documento U.S. 5,702,519 se divulgan escamas de Al_2O_3 compuestas de óxido de aluminio (como constituyente principal) y de dióxido de titanio (como un constituyente menor). Las escamas de Al_2O_3 tienen un diámetro de partícula promedio de aproximadamente $5\text{-}60\ \mu\text{m}$, un espesor menor de $1\ \mu\text{m}$ y una relación de aspecto de >20 .

30 Los documentos WO 2006/101306 A1 y WO 2008/026829 A1 se refieren a escamas de Al_2O_3 dopado con zinc y a pigmentos perlescentes basados en estas escamas de Al_2O_3 . Las escamas de Al_2O_3 tienen un espesor promedio de $0.5\ \mu\text{m}$ o menos y un diámetro de partícula promedio de $\geq 15\ \mu\text{m}$ y una relación de aspecto grande (diámetro/espesor) de ≥ 50 . Estas escamas de Al_2O_3 dopado con zinc no son estables en condiciones ácidas y, por lo tanto, no son adecuados para todas las aplicaciones.

35 El documento US 2010/015445 divulga alúmina escamosa que exhibe un espesor de partícula promedio de $500\ \text{nm}$ o menos y un diámetro de partícula promedio de $30\ \mu\text{m}$. Las escamas de Al_2O_3 de la técnica anterior tienen las desventajas de que no tienen una alta estabilidad química y/o no tienen la suavidad deseada para el uso de las escamas en aplicaciones cosméticas y de pintura.

40 El objeto de la presente invención es proporcionar escamas de Al_2O_3 mejoradas que tengan al mismo tiempo una alta estabilidad química, una superficie lisa y una gran blancura.

Sorprendentemente, ahora se ha descubierto que las propiedades de las escamas de alúmina como tales y de los pigmentos de efecto basados en escamas de alúmina pueden aumentarse usando escamas de alúmina con dimensiones y distribución de tamaño de partículas definidas con precisión. Especialmente las propiedades ópticas de las escamas de alúmina y los pigmentos de efecto a base de escamas de alúmina pueden verse influidas por la
45 alteración de la distribución del tamaño de partícula.

Por lo tanto, la presente invención se refiere a escamas de alúmina transparentes que se distinguen por el hecho de que tienen un espesor de $550\text{-}1000\ \text{nm}$ y un valor D_{90} de $30\text{-}45\ \mu\text{m}$ y un valor D_{50} de $15\text{-}30\ \mu\text{m}$ y un valor D_{10} de $<9.5\ \mu\text{m}$.

50 En comparación con la técnica anterior, las escamas de Al_2O_3 de acuerdo con la presente invención muestran propiedades ópticas mejoradas, en particular por su efecto de resplandecencia o destello combinado con un aumento de croma y lustre y al mismo tiempo muestran una alta estabilidad química en todas las aplicaciones.

Como las escamas de Al_2O_3 recubiertas y no recubiertas de acuerdo con la invención combinan alto brillo con intensos colores de interferencia y efectos de brillo altamente pronunciados, se pueden conseguir efectos particularmente efectivos con ellos en diversos medios de aplicación.

Las escamas de alúmina de acuerdo con la invención se usan, en particular, como sustrato para pigmentos de efecto, especialmente para el uso en aplicaciones industriales. Sin embargo, también se pueden emplear en todas las formulaciones en las que habitualmente se emplean escamas de alúmina, tales como, por ejemplo, en tintas, recubrimientos, preferiblemente recubrimientos para automóviles, plásticos, formulaciones cosméticas y como sustrato para pigmentos de efecto.

Las escamas de Al_2O_3 de esta invención tienen una distribución de tamaño de partícula caracterizada por una distribución gaussiana en la que las fracciones de tamaño de volumen se distribuyen de la siguiente manera:

- D_{10} es $<9.5 \mu\text{m}$
- D_{50} está en el rango de $15\text{-}30 \mu\text{m}$, preferiblemente $15\text{-}25 \mu\text{m}$
- D_{90} está en el rango de $30\text{-}45 \mu\text{m}$, preferiblemente $30\text{-}40 \mu\text{m}$.

En esta solicitud de patente D_{10} , D_{50} y D_{90} de las escamas de alúmina se evalúan usando un Malvern MS 2000.

La distribución del tamaño de partícula D_{50} también se conoce como el diámetro medio o el valor medio de la distribución del tamaño de partícula, es el valor del diámetro de partícula al 50% en la distribución acumulativa y es uno de los parámetros importantes que caracterizan al tamaño de partícula de pigmentos.

En consecuencia, el valor D_{90} indica las dimensiones longitudinales máximas de las escamas de Al_2O_3 , como se determina de nuevo mediante granulometría láser, en forma de equivalentes esféricos, que el 90% de las partículas alcanzan al máximo, o caen por debajo, de la totalidad de todas las partículas de Al_2O_3 .

En una realización preferida, las escamas de Al_2O_3 de acuerdo con la presente invención tienen una desviación estándar de distribución de espesor de menos de 80, preferiblemente de $5\text{-}60$ y en particular de $10\text{-}50$.

El valor D_{10} de las escamas de alúmina de acuerdo con la presente invención es <9.5 , preferiblemente ≤ 9.0 .

El valor D_{10} indica el valor de la dimensión longitudinal de las escamas de Al_2O_3 , determinado mediante granulometría láser en la forma de la esfera equivalente, que el 10% de las escamas alcanza como máximo, o cae por debajo, de la totalidad de todas las escamas de Al_2O_3 .

El espesor medio se determina sobre la base de una película de pintura curada en la que las escamas de Al_2O_3 están orientadas de forma sustancialmente plana y paralela al sustrato. Para este propósito, se examina una sección transversal de la película de pintura curada bajo un microscopio electrónico de barrido (SEM), se determina el espesor de 100 escamas de Al_2O_3 y se promedia estadísticamente.

La distribución de tamaño y espesor deseada se puede obtener mediante la clasificación adecuada de las escamas, por ejemplo por clasificación a través de cribas seleccionadas y similares.

Las escamas de Al_2O_3 según la invención tienen un espesor de $550\text{-}1000 \text{ nm}$, en particular $600\text{-}900 \text{ nm}$.

Las escamas de Al_2O_3 según la invención tienen preferiblemente una relación de aspecto (relación de diámetro/espesor) de $15\text{-}60$, en particular de $20\text{-}45$.

En una realización preferida, las escamas de Al_2O_3 de la presente invención son escamas de $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$.

Las escamas de Al_2O_3 de acuerdo con la invención se pueden preparar por métodos conocidos per se, como se describe en la literatura.

En una realización preferida, las escamas de Al_2O_3 se preparan partiendo de una solución acuosa de sal de aluminio por precipitación con una solución acuosa de carbonato alcalino. Se añaden a la solución de partida una sal de metal alcalino como sulfato de sodio o potasio y ácido fosfórico o fosfato, así como un dopante tal como un compuesto de titanio. El paso de precipitación es seguido por el secado (evaporación, deshidratación por calentamiento) y el tratamiento con sal fundida que incluye los siguientes pasos:

Las escamas de Al_2O_3 pueden prepararse por métodos conocidos per se, como se describe en la literatura.

En una realización preferida, las escamas de Al_2O_3 se preparan partiendo de una solución acuosa de sal de aluminio por precipitación con una solución acuosa de carbonato alcalino. Se añaden a la solución de partida una sal de metal alcalino como sulfato de sodio o potasio y ácido fosfórico o fosfato y opcionalmente al menos un dopante, por ejemplo un compuesto de titanio, zirconio, sílice, indio, estaño, zinc o indio. La etapa de precipitación es seguida por el secado (evaporación, deshidratación por calentamiento) y el tratamiento con sal fundida, incluidos los siguientes pasos:

(1) Preparación de una solución acuosa o una suspensión de al menos una sal de aluminio soluble y/o insoluble en agua,

- (2) Agregar una solución alcalina a la solución de sal de aluminio para precipitar partículas de hidróxido de aluminio, y agregar un compuesto de fósforo y opcionalmente al menos un dopante a la solución acuosa antes, durante o después de la precipitación,
- 5 (3) Evaporación del agua, seguida de secado del producto precipitado de la etapa (2) para formar la forma seca de alúmina que contiene partículas y sal alcalina,
- (4) Calcinación, preferiblemente a temperaturas de 900-1400°C, durante 0.5-10 h, preferiblemente 1-6 h, de la forma seca obtenida en la etapa (3) para obtener escamas de Al_2O_3 en la sal fundida,
- (5) Eliminar la parte soluble en agua del material calcinado obtenido en la etapa (4),
- (6) Ajuste el tamaño y el espesor de la partícula, por ejemplo, mediante tamizado, molienda y/o sedimentación.
- 10 Ejemplos de sales de aluminio adecuadas son sulfato de aluminio, cloruro de aluminio, nitrato de aluminio, cloruro de polialuminio, hidróxido de aluminio, bohemita, sulfato de aluminio básico y combinaciones de los mismos.
- Ejemplos de sales de metales alcalinos adecuadas que actúan como mineralizadores incluyen sulfato de sodio, sulfato de potasio, sulfato de litio, sulfato de magnesio, cloruro de sodio y cloruro de potasio.
- 15 El compuesto fosfórico se selecciona preferiblemente de ácido fosfórico, fosfatos, ácido difosfórico, fosfato de sodio, fosfato dibásico de amonio y fosfato de potasio. La cantidad de uno o más compuestos de fósforo es preferiblemente de 0.05 a 2% en peso con base en las escamas de alúmina.
- El ejemplo preferido del agente de control del pH para la precipitación es amoníaco, hidróxido de sodio, hidróxido de potasio, carbonato de sodio, carbonato de potasio y combinaciones de los mismos.
- 20 Para controlar el tamaño, el espesor, las propiedades ópticas y/o la morfología de la superficie de partícula, podría ser útil añadir uno o más dopantes en cantidades de 0.01-5% en peso con base en las escamas de Al_2O_3 .
- El dopante se selecciona preferiblemente del siguiente grupo de compuestos: TiO_2 , ZrO_2 , SiO_2 , In_2O_3 , SnO_2 , ZnO y combinaciones de los mismos.
- En una realización preferida, el dopante es TiO_2 , preferiblemente usado en cantidades de 0.05-3% en peso con base en las escamas de Al_2O_3 .
- 25 Las escamas de Al_2O_3 según la presente invención son muy adecuadas como sustrato en la preparación de pigmentos de efecto. Para este fin, son preferiblemente recubiertos con al menos una capa de alto índice de refracción, como al menos una capa de un óxido metálico, tal como, por ejemplo, TiO_2 , ZrO_2 , SnO_2 , ZnO , Ce_2O_3 , Fe_2O_3 , Fe_3O_4 , $FeTiO_5$, Cr_2O_3 , CoO , Co_3O_4 , VO_2 , V_2O_3 , NiO , además de subóxidos de titanio (TiO_2 reducido parcialmente con estados de oxidación de <4 a 2, como los óxidos inferiores Ti_3O_5 , Ti_2O_3 , TiO), oxinitruros de titanio, $FeO(OH)$, capa de metal semitransparente delgada, por ejemplo que comprende Al, Fe, Cr, Ag, Au, Pt o Pd, o combinaciones de los mismos.
- 30 La capa de TiO_2 puede estar en la modificación de rutilo o anatasa. En general, se obtienen los pigmentos de efecto más estable y de mayor calidad y brillo al mismo tiempo cuando el TiO_2 está en la modificación de rutilo. Para obtener la modificación de rutilo, se puede usar un aditivo que sea capaz de dirigir el TiO_2 hacia la modificación de rutilo. Los direccionadores de rutilo útiles tales como dióxido de estaño se describen en los documentos US 4,038,099 y US 5,433,779 y EP 0 271 767. Los pigmentos de efecto preferidos basados en escamas de Al_2O_3 están recubiertos con una o más capas de óxidos metálicos, preferiblemente con una única capa de óxido de metal, en particular con TiO_2 , Fe_2O_3 , Fe_3O_4 , SnO_2 , ZrO_2 o Cr_2O_3 . Especialmente preferidos son las escamas de Al_2O_3 recubiertos con TiO_2 o Fe_2O_3 .
- 35 El espesor de cada capa de alto índice de refracción depende del color de interferencia deseado. El espesor de cada capa en la superficie de las escamas de Al_2O_3 es preferiblemente de 20-400 nm, preferiblemente de 30-300 nm, en particular de 30-200 nm.
- 40 El número de capas en la superficie de las escamas de Al_2O_3 es preferiblemente una o dos, además tres, cuatro, cinco, seis o siete capas.
- En particular, los paquetes de interferencia que consisten en capas de índice de refracción alto y bajo en la superficie de las escamas de Al_2O_3 dan como resultado pigmentos de efecto que tienen brillo aumentado y un color de interferencia o visos de color incrementados adicionalmente.
- 45 Materiales incoloros adecuados de índice de refracción bajo para recubrimiento son preferiblemente óxidos metálicos o los correspondientes hidratos de óxido, tales como, por ejemplo, SiO_2 , Al_2O_3 , $AlO(OH)$, B_2O_3 , compuestos tales como MgF_2 o una mezcla de dichos óxidos metálicos.
- En el caso de las multicapas aplicadas sobre la superficie de las escamas de Al_2O_3 , el sistema de interferencia es, en particular, una secuencia de capas de TiO_2 - SiO_2 - TiO_2 .
- 50

Además, los pigmentos de efecto de acuerdo con la invención también pueden tener una capa de metal semitransparente como capa externa. Los recubrimientos de este tipo son conocidos, por ejemplo, por el documento DE 38 25 702 A1. Las capas metálicas son preferiblemente capas de cromo o aluminio que tienen espesores de capa de 5-25 nm.

- 5 Las escamas de Al_2O_3 también se pueden recubrir con una o más capas de metal o una aleación de metal seleccionado, por ejemplo de cromo, níquel, plata, bismuto, cobre, estaño o Hastalloy. Las escamas de Al_2O_3 recubiertas con un sulfuro metálico son recubiertas con sulfuros, por ejemplo de tungsteno, molibdeno, cerio, lantano o elementos de tierras raras.

- 10 Además, los pigmentos de efecto basados en escamas de Al_2O_3 pueden recubrirse finalmente con un colorante orgánico como una capa superior, preferiblemente con azul de Prusia o rojo carmín.

Los pigmentos de efecto particularmente preferidos basados en las escamas de Al_2O_3 de acuerdo con la invención tienen la siguiente secuencia o secuencias de capas:

Escamas de $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{TiO}_2$

Escamas de $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{TiO}_2/\text{Fe}_2\text{O}_3$

- 15 Escamas de $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3$

Escamas de $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{TiO}_2 + \text{Fe}_2\text{O}_3$

Escamas de $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{TiO}_2 + \text{Fe}_3\text{O}_4$

Escamas de $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{TiO}_2 + \text{SiO}_2 + \text{TiO}_2$

Escamas de $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{SiO}_2 + \text{TiO}_2$

- 20 Escamas de $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{TiO}_2/\text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{SiO}_2 + \text{TiO}_2$

Escamas de $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{TiO}_2 + \text{SiO}_2 + \text{TiO}_2/\text{Fe}_2\text{O}_3$

Escamas de $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{TiO}_2 + \text{SiO}_2$

Escamas de $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{TiO}_2 + \text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$

Escamas de $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{TiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3$

- 25 Escamas de $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{SnO}_2$

Escamas de $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{SnO}_2 + \text{TiO}_2$

Escamas de $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{SnO}_2 + \text{Fe}_2\text{O}_3$

Escamas de $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{SiO}_2$

Escamas de $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{SiO}_2 + \text{TiO}_2$

- 30 Escamas de $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{SiO}_2 + \text{TiO}_2/\text{Fe}_2\text{O}_3$

Escamas de $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{SiO}_2 + \text{Fe}_2\text{O}_3$

Escamas de $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{SiO}_2 + \text{TiO}_2 + \text{Fe}_2\text{O}_3$

Escamas de $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{SiO}_2 + \text{TiO}_2 + \text{Fe}_3\text{O}_4$

Escamas de $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{SiO}_2 + \text{TiO}_2 + \text{SiO}_2 + \text{TiO}_2$

- 35 Escamas de $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{SiO}_2 + \text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{SiO}_2 + \text{TiO}_2$

Escamas de $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{SiO}_2 + \text{TiO}_2/\text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{SiO}_2 + \text{TiO}_2$

Escamas de $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{SiO}_2 + \text{TiO}_2 + \text{SiO}_2 + \text{TiO}_2/\text{Fe}_2\text{O}_3$

Escamas de $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{SiO}_2 + \text{TiO}_2 + \text{SiO}_2$

Escamas de $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{SiO}_2 + \text{TiO}_2 + \text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$

- 40 Escamas de $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{SiO}_2 + \text{TiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3$

Escamas de $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{TiO}_2 +$ azul de Prusia

Escamas de $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{TiO}_2 +$ rojo carmín

5 Las capas de TiO_2 en las realizaciones preferidas mencionadas anteriormente pueden estar en la modificación de rutilo o anatasa. Las escamas de Al_2O_3 mencionadas anteriormente en las realizaciones preferidas pueden ser dopadas o no dopadas.

En esta solicitud, el término "recubrimiento" o "capa" se refiere a la envoltura completa de las escamas de Al_2O_3 de acuerdo con la invención.

Los pigmentos de efecto basados en escamas de Al_2O_3 dopado o no dopado consisten preferiblemente en 40-90% en peso de escamas de Al_2O_3 y 10-60% en peso del recubrimiento con base en el pigmento total.

10 Las escamas de Al_2O_3 se pueden recubrir mediante recubrimiento químico húmedo, mediante procesos de CVD o PVD.

15 El recubrimiento de las escamas de $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ con una o más capas, preferiblemente una o más capas de óxido de metal, se lleva a cabo preferiblemente por métodos químicos húmedos, siendo posible utilizar los métodos de recubrimiento químico húmedo desarrollados para la preparación de pigmentos perlescentes. Los métodos de este tipo se describen, por ejemplo, en DE 14 67 468, DE 19 59 988, DE 20 09 566, DE 22 14 545, DE 22 15 191, DE 22 44 298, DE 23 13 331, DE 15 22 572, DE 31 37 808, DE 31 37 809, DE 31 51 343, DE 31 51 354, DE 31 51 355, DE 32 11 602, DE 32 35 017 o también en otros documentos de patente y otras publicaciones conocidos por el experto en la materia.

20 En el caso del recubrimiento húmedo, las escamas de Al_2O_3 se suspenden en agua, y se añaden una o más sales de metal hidrolizables a un pH que es adecuado para la hidrólisis, que se selecciona de tal manera que los óxidos metálicos o los hidratos de óxido de metal se precipitan directamente sobre las escamas sin que se produzcan precipitaciones secundarias. El pH generalmente se mantiene constante mediante la adición medida simultánea de una base y/o un ácido. Los pigmentos se separan a continuación, se lavan y se secan a 50-150°C durante 6-18 h y se calcinan durante 0.5-3 h, donde la temperatura de calcinación se puede optimizar con respecto al recubrimiento respectivo presente. En general, las temperaturas de calcinación son 500-1000°C, preferiblemente 600-900°C. Si se desea, los pigmentos se pueden separar después de la aplicación de recubrimientos individuales, secar y opcionalmente calcinar y luego volver a suspender nuevamente para la aplicación de las capas adicionales.

25 La aplicación de una capa de SiO_2 a la escama de Al_2O_3 y/o a la escama de Al_2O_3 ya recubierta se lleva a cabo generalmente mediante la adición de una solución de vidrio soluble de potasio o sodio a un pH adecuado.

30 Además, el recubrimiento también se puede llevar a cabo en un reactor de lecho fluidizado mediante recubrimiento en fase gaseosa, siendo posible utilizar, por ejemplo, los métodos propuestos en los documentos EP 0 045 851 y EP 0 106 235 para la preparación de pigmentos perlescentes correspondientemente.

35 El tono y la croma del pigmento de efecto con base en escamas de Al_2O_3 según la invención se pueden variar en límites muy amplios a través de la diferente elección de las cantidades de recubrimiento o los espesores de capa resultantes. Se puede lograr un ajuste fino para cierto tono y croma más allá de la elección pura de la cantidad al acercarse al color deseado bajo control de tecnología visual o de medición.

40 Para aumentar la estabilidad a la luz, el agua y la intemperie, con frecuencia es aconsejable, dependiendo del área de aplicación, someter el pigmento terminado a un posrecubrimiento o postratamiento. Los postrecubrimientos o postratamientos adecuados son, por ejemplo, los procesos descritos en los documentos DE 22 15 191 C2, DE-A 31 51 354, DE-A 32 35 017 o DE-A 33 34 598. Este posrecubrimiento aumenta aún más la estabilidad química y fotoquímica o simplifica la manipulación del pigmento, en particular la incorporación a diversos medios. Con el fin de mejorar la resistencia a la intemperie, la dispersabilidad y/o la compatibilidad con los medios del usuario, es posible, por ejemplo, aplicar recubrimientos funcionales de Al_2O_3 o ZrO_2 o mezclas de los mismos a la superficie del pigmento. Además, son posibles posrecubrimientos orgánicos, por ejemplo con silanos, como se describe, por ejemplo, en EP 0090259, EP 0 634 459, WO 99/57204, WO 96/32446, WO 99/57204, US 5,759,255, US 5,571,851, WO 01/92425 o en J.J. Ponjeé, Philips Technical Review, vol. 44, No. 3, 81 ff. y P.H. Harding J.C. Berg, J. Adhesion Sci. Technol. Vol. 11 No. 4, pp. 471-493.

50 De acuerdo con la presente invención, se ha descubierto que un pigmento de efecto con base en escamas de Al_2O_3 que tienen la distribución de tamaño deseada es útil en todos los tipos de composiciones, incluidos plásticos, cosméticos y, en particular, en pinturas para automóviles.

55 Las escamas de Al_2O_3 y los pigmentos de efecto basados en escamas de Al_2O_3 de acuerdo con la invención son compatibles con una multiplicidad de sistemas de color, preferiblemente del área de pinturas, recubrimientos de automóviles, recubrimientos industriales y tintas de impresión y formulaciones cosméticas. Para la preparación de tintas de impresión para, por ejemplo, impresión de huecograbado, impresión flexográfica, impresión por transferencia y sobre barnizado por transferencia, es adecuada una multiplicidad de aglutinantes, en particular calidades solubles en

agua, vendidas, por ejemplo, por BASF, Marabu, Pröll, Sericol, Hartmann, Gebr. Schmidt, Sicpa, Aarberg, Sieberg, GSB-Wahl, Follmann, Ruco o Coates Screen INKS GmbH. Las tintas de impresión pueden estar basadas en agua o en solventes. Las escamas de Al_2O_3 y los pigmentos de efecto según la invención además son adecuados también para el marcado con láser de papel y plástico y para aplicaciones en el sector agrícola, por ejemplo para láminas de invernadero y, por ejemplo, para la coloración de toldos de carpa.

Sobra decir que, para las diversas aplicaciones, las escamas de Al_2O_3 recubiertas y no recubiertas de acuerdo con la presente invención también se pueden usar ventajosamente en mezclas con colorantes orgánicos, pigmentos orgánicos u otros pigmentos, tales como, por ejemplo, pigmentos transparentes y blancos opacos, coloreados y negros, y con óxidos de hierro en forma de escama, pigmentos orgánicos, pigmentos holográficos, LCP (polímeros de cristal líquido) y pigmentos de lustre transparentes, coloreados y negros convencionales basados en mica recubierta de óxido de metal y escamas de SiO_2 , etc. Los pigmentos de acuerdo con la invención se pueden mezclar en cualquier relación con pigmentos y rellenos disponibles comercialmente.

Los rellenos que se pueden mencionar son, por ejemplo, mica natural y sintética, polvo de nylon, resinas de melamina puras o rellenas, talco, SiO_2 , vidrios, caolín, óxidos o hidróxidos de aluminio, magnesio, calcio o zinc, BiOCl , sulfato de bario, sulfato de calcio, carbonato de calcio, carbonato de magnesio, carbono y combinaciones físicas o químicas de estas sustancias. No hay restricciones con respecto a la forma de la partícula del relleno. Puede ser, por ejemplo, en forma de escamas, esférica o en forma de aguja de acuerdo con los requerimientos.

Las escamas de Al_2O_3 y los pigmentos de efecto basados en escamas de Al_2O_3 de acuerdo con la invención son simples y fáciles de manejar. Las escamas de Al_2O_3 y los pigmentos de efecto basados en escamas de Al_2O_3 pueden incorporarse en el sistema en el que se utilizan, con una simple agitación. No es necesario realizar trabajos de molienda y dispersión de escamas de Al_2O_3 y los pigmentos de efecto.

Las escamas de Al_2O_3 y los pigmentos de efecto basados en escamas de Al_2O_3 según la invención se pueden usar para pigmentar materiales de recubrimiento, tintas de impresión, plásticos, películas agrícolas, pastas de botones, para el recubrimiento de semillas, para colorear alimentos, recubrimientos de medicamentos o formulaciones cosméticas. La concentración de las escamas de Al_2O_3 y los pigmentos de efecto en el sistema en el que se usarán para la pigmentación está generalmente entre 0.01 y 50% en peso, preferiblemente entre 0.1 y 5% en peso, con base en el contenido total de sólidos del sistema. Esta concentración en general depende de la aplicación específica.

Los plásticos que contienen las escamas de Al_2O_3 y los pigmentos de efecto basados en escamas de Al_2O_3 según la invención en cantidades de 0.1 a 50% en peso, en particular de 0.5 a 7% en peso, son frecuentemente notables por un brillo particular y un efecto resplandeciente.

En el sector de recubrimientos, especialmente en el recubrimiento de automóviles y el acabado de automóviles, los pigmentos de efecto basados en escamas de Al_2O_3 según la invención se emplean en cantidades de 0.5-10% en peso.

En el material de recubrimiento, las escamas de Al_2O_3 y los pigmentos de efecto basados en escamas de Al_2O_3 según la invención tienen la ventaja de que el color y el brillo deseados se obtienen mediante un recubrimiento de una sola capa (sistemas de una sola capa o como capa base en un sistema de dos capas).

En la pigmentación de sistemas aglutinantes, por ejemplo para pinturas y tintas de impresión para huecograbado, transferencia o serigrafía, los pigmentos de efecto basados en escamas de Al_2O_3 con Stapa[®]-aluminio y pastas de bronce dorado de Eckart GmbH han demostrado ser particularmente adecuados. El pigmento de efecto se incorpora a la tinta de impresión en cantidades de 2-50% en peso, preferiblemente 5-30% en peso y, en particular, 8-15% en peso. Las tintas de impresión que contienen el pigmento de efecto según la invención en combinación con un pigmento de efecto metálico exhiben tonalidades más puras y tienen capacidad de impresión mejorada debido a los buenos valores de viscosidad.

La invención también proporciona preparaciones de pigmentos que contienen escamas de Al_2O_3 recubiertas o no recubiertas de acuerdo con la presente invención y pigmentos de efecto, aglutinantes y, si se desea, aditivos adicionales, estando dichas preparaciones en forma de gránulos que fluyen libremente, sustancialmente exentos de disolvente. Dichos gránulos contienen hasta 95% en peso de las escamas de Al_2O_3 o los pigmentos de efecto según la invención. Una preparación de pigmento en la que el pigmento de efecto con base en escamas de Al_2O_3 de la invención se empasta con un aglutinante y con agua y/o un disolvente orgánico, con o sin aditivos, y la pasta se seca y se coloca posteriormente en forma de partículas compactas, por ejemplo gránulos, pellas, briquetas, una mezcla madre o tabletas, es particularmente adecuado como precursor para tintas de impresión.

La invención por lo tanto también se refiere al uso de las escamas de Al_2O_3 (=pigmentos de efecto) recubiertas o no recubiertas en las formulaciones de las áreas de pinturas, recubrimientos, recubrimientos de automóviles, el lacado de automóviles, recubrimientos industriales, pinturas, recubrimientos en polvo, tintas de impresión, tintas de impresión de seguridad, plásticos, materiales cerámicos, cosméticos. Las escamas de Al_2O_3 recubiertas y no recubiertas se pueden emplear además en los vidrios, en papel, en el recubrimiento de papel, en tóner para procesos de impresión electrofotográficos, en semillas, en láminas y lonas de invernadero, en láminas flexibles térmicamente conductoras, autoportantes, eléctricamente aislantes para el aislamiento de máquinas o dispositivos, como absorbentes en el marcado por láser de papel y plástico, como absorbente en la soldadura por láser de plásticos, en pastas de pigmentos

con agua, disolventes orgánicos y/o acuosos, en preparaciones de pigmentos y en preparaciones secas, tales como, por ejemplo, gránulos, por ejemplo, en capas transparentes en los sectores industrial y del automóvil, en protectores solares, como relleno, en particular en recubrimientos para automóviles y acabados para automóviles.

Todos los datos porcentuales en esta solicitud son en porcentaje en peso, a menos que se indique lo contrario.

- 5 Los siguientes ejemplos están destinados a explicar la invención con mayor detalle, pero sin restringirla. Hacia arriba y hacia abajo, todos los porcentajes son por ciento en peso.

Ejemplos

Ejemplo comparativo 1 (Ejemplo 2 de U.S. 5,702,519)

- 10 En 300 ml de agua desionizada se disuelven 111.9 g de sulfato de aluminio 18-hidrato, 57.3 g de sulfato de sodio anhidro y 46.9 g de sulfato de potasio calentando a más de 60°C. A la solución resultante se añade 1.0 g de una solución al 34.4% de sulfato de titanilo. La solución resultante se designa como la solución acuosa (a).

En 150 ml de agua desionizada hay 0.45 g de fosfato terciario de sodio 12-hidrato y 54.0 g de carbonato de sodio. La solución resultante se designa como la solución acuosa (b).

- 15 La solución acuosa (b) se agrega con agitación a la solución acuosa (a) mantenida a aproximadamente 60°C. La agitación se continúa durante 15 minutos. La mezcla resultante de las dos soluciones es un gel. Este gel se evapora a sequedad, y el producto seco se calienta a 1200°C durante 5 horas. Se agrega agua al producto calentado para disolver el sulfato libre. Los sólidos insolubles se filtran, se lavan con agua y finalmente se secan. La escama de alúmina obtenida se examina mediante difracción de rayos X. El patrón de difracción solo tiene picos atribuidos a la estructura de corindón (estructura de α -alúmina).

- 20 D_{50} es 13.0 μm y D_{90} es 22.0 μm y el espesor es 200 nm.

Ejemplo 1: Preparación de escamas de Al_2O_3

- 25 Se disuelven 74.6 g de sulfato de aluminio 18-hidrato, 5.7 g de alúmina de transición (C10W: Nippon Light Metal Co., Ltd.), 57.3 g de sulfato de sodio anhidro y 46.9 g de sulfato de potasio en 450 ml de agua desionizada calentando por encima de 60°C. A la solución resultante se añaden 1.2 g de una solución al 34.4% de sulfato de titanilo. La solución resultante se designa como la solución acuosa (a).

En 300 ml de agua desionizada se encuentran 0.010 g de fosfato terciario de sodio 12-hidrato y 55.0 g de carbonato de sodio. La solución resultante se designa como la solución acuosa (b).

- 30 La solución acuosa (b) se agrega con agitación a la solución acuosa (a) mantenida a aproximadamente 60°C. La agitación se continúa durante 30 minutos. La mezcla resultante de las dos soluciones es una suspensión. Esta suspensión se evapora a sequedad, y el producto seco se calienta a 1230°C durante 4.5 horas. Se agrega agua al producto calentado para disolver el sulfato libre. Los sólidos insolubles se filtran, se lavan con agua y se filtran por tamiz con una abertura de 25 micras. Y finalmente se secó. La escama de alúmina obtenida se examina mediante difracción de rayos X. El patrón de difracción tiene solo picos atribuidos a la estructura de corindón (estructura de α -alúmina).

- 35 D_{50} es 19.6 μm , D_{90} es 38.8 μm y el espesor promedio es 700 nm.

Ejemplo Comparativo 1.1: Recubrimiento de escamas de Al_2O_3

- 40 Se suspenden 20 g de escamas de alúmina del Ejemplo Comparativo 1 en 400 ml de agua desionizada. A la suspensión resultante (mantenida a aproximadamente 65°C) se agrega una solución que contiene 125 g de TiCl_4 por litro. Simultáneamente, se añadió una solución al 10% de NaOH para mantener el pH a 2.1. La adición de la solución de TiCl_4 se detiene cuando el producto resultante adquiere un color plateado.

Los sólidos en suspensión se separan por filtración, se lavan con agua y se secan. Finalmente, los sólidos secos se calcinan a 850°C durante 30 minutos para dar un pigmento perlescente blanquecino y poco brillante.

Ejemplo 1.1: Recubrimiento de escamas de Al_2O_3

- 45 Se suspenden 20 g de escamas de alúmina del Ejemplo 1 en 400 ml de agua desionizada. A la suspensión resultante (mantenida a aproximadamente 65°C) se agrega una solución que contiene 125 g de TiCl_4 por litro. Simultáneamente, se añadió una solución al 10% de NaOH para mantener el pH a 2.1. La adición de la solución de TiCl_4 se detiene cuando el producto resultante adquiere un color plateado. Los sólidos en suspensión se separan por filtración, se lavan con agua y se secan. Finalmente, los sólidos secos se calcinan a 850°C durante 30 minutos para dar un pigmento perlescente muy blanquecino y brillante con un fuerte efecto de brillo.

- 50 **Ejemplo Comparativo 1.2: Recubrimiento de escamas de Al_2O_3**

5 Se suspenden 20 g de escamas de alúmina del Ejemplo Comparativo 1 en 400 ml de agua desionizada. A la suspensión resultante (mantenida a aproximadamente 75°C) se agrega una solución que contiene 300 g de FeCl₃ por litro. Simultáneamente, se añadió una solución al 10% de NaOH para mantener el pH a 3.0. La adición de la solución de FeCl₃ se detuvo cuando el producto resultante adquiere el color más rojizo. Los sólidos en suspensión se separan por filtración, se lavan con agua y se secan. Finalmente, los sólidos secos se calcinan a 800°C durante 30 minutos para dar un lustre moderado y un pigmento perlescente de color rojo pardusco.

Ejemplo 1.2: Recubrimiento de escamas de Al₂O₃

10 Se suspenden 20 g de escamas de alúmina del Ejemplo 1 en 400 ml de agua desionizada. A la suspensión resultante (mantenida a aproximadamente 75°C) se agrega una solución que contiene 300 g de FeCl₃ por litro. Simultáneamente, se añadió una solución al 10% de NaOH para mantener el pH a 3.0. La adición de la solución de FeCl₃ se detuvo cuando el producto resultante adquiere el color más rojizo. Los sólidos en suspensión se separan por filtración, se lavan con agua y se secan. Finalmente, los sólidos secos se calcinan a 800°C durante 30 minutos para dar un alto lustre y un pigmento perlescente de color rojo puro con un fuerte efecto de brillo.

Ejemplo Comparativo 1.3: Recubrimiento de escamas de Al₂O₃

15 Se suspenden 20 g de escamas de alúmina del Ejemplo Comparativo 1 en 400 ml de agua desionizada. A la suspensión resultante (mantenida a aproximadamente 65°C) se agrega una solución que contiene 50 g de SnCl₄ por litro. Simultáneamente, se agrega una solución al 10% de NaOH para mantener el pH a 2.1 hasta que el volumen total de adición de la solución de SnCl₄ se llegue a ser de 17 ml. A continuación, se añadió la solución que contenía 125 g de TiCl₄ por litro a la suspensión resultante. Simultáneamente, se agrega una solución al 10% de NaOH para mantener el pH a 2.1. La adición de la solución de TiCl₄ se detiene cuando el producto resultante adquiere un color plateado. Los sólidos en suspensión se separan por filtración, se lavan con agua y se secan. Finalmente, los sólidos secos se calcinan a 850°C durante 30 minutos para dar un pigmento perlescente blanquecino y poco brillante.

Ejemplo 1.3: Recubrimiento de escamas de Al₂O₃

25 Se suspenden 20 g de escamas de alúmina del Ejemplo 1 en 400 ml de agua desionizada. A la suspensión resultante (mantenida a aproximadamente 65°C) se agrega una solución que contiene 50 g de SnCl₄ por litro. Simultáneamente, se agrega una solución al 10% de NaOH para mantener el pH a 2.1 hasta que el volumen total de adición de la solución de SnCl₄ llegue a ser de 17 ml. A continuación, se añadió la solución que contenía 125 g de TiCl₄ por litro a la suspensión resultante. Simultáneamente, se agrega una solución al 10% de NaOH para mantener el pH a 2.1. La adición de la solución de TiCl₄ se detiene cuando el producto resultante adquiere un color plateado. Los sólidos en suspensión se separan por filtración, se lavan con agua y se secan. Finalmente, los sólidos secos se calcinan a 850°C durante 30 minutos para dar un pigmento perlescente altamente blanquecino y altamente brillante con un fuerte efecto de brillo. En el ángulo de lustre, la apariencia brillante se puede ver en un ángulo más amplio en comparación con el Ejemplo Comparativo 1.3.

Ejemplo Comparativo 1.4: Recubrimiento de escamas de Al₂O₃

35 Se suspenden 20 g de escamas de alúmina del Ejemplo Comparativo 1 en 400 ml de agua desionizada. A la suspensión resultante (mantenida a aproximadamente 65°C) se agrega una solución que contiene 125 g de TiCl₄ por litro. Simultáneamente, se agrega una solución al 10% de NaOH para mantener el pH a 2.1. La adición de la solución de TiCl₄ se detiene cuando el producto resultante adquiere un color amarillento. Luego se agrega una solución que contiene 50 g de Na₂SiO₃ por litro a la suspensión resultante. Simultáneamente, se agrega una solución al 10% de HCl para mantener el pH a 7. A continuación se agrega una solución que contiene 125 g de TiCl₄ por litro a la suspensión resultante. Simultáneamente, se agrega una solución al 10% de NaOH para mantener el pH a 2.1. La adición de la solución de TiCl₄ se detiene cuando el producto resultante adquiere un color azulado. Los sólidos en suspensión se separan por filtración, se lavan con agua y se secan. Finalmente, los sólidos secos se calcinan a 850°C durante 30 minutos para dar un pigmento perlescente azul-blanquecino y poco brillante.

Ejemplo 1.4: Recubrimiento de escamas de Al₂O₃

45 Se suspenden 20 g de escamas de alúmina del Ejemplo 1 en 400 ml de agua desionizada. A la suspensión resultante (mantenida a aproximadamente 65°C) se agrega una solución que contiene 125 g de TiCl₄ por litro. Simultáneamente, se agrega una solución al 10% de NaOH para mantener el pH a 2.1. La adición de la solución de TiCl₄ se detiene cuando el producto resultante adquiere un color amarillento. Luego se agrega una solución que contiene 50 g de Na₂SiO₃ por litro a la suspensión resultante. Simultáneamente, se agrega una solución al 10% de HCl para mantener el pH a 7. A continuación se agrega una solución que contiene 125 g de TiCl₄ por litro a la suspensión resultante. Simultáneamente, se agrega una solución al 10% de NaOH para mantener el pH a 2.1. La adición de la solución de TiCl₄ se detiene cuando el producto resultante adquiere un color azulado. Los sólidos en suspensión se separan por filtración, se lavan con agua y se secan. Finalmente, los sólidos secos se calcinan a 850°C durante 30 minutos para dar un pigmento perlescente altamente azulado y altamente brillante con un fuerte efecto de brillo. En el ángulo de lustre, se puede ver un color azulado más fuerte y una apariencia más brillante a un ángulo más amplio en comparación con el Ejemplo Comparativo 1.4.

ES 2 688 388 T3

Mediciones

Evaluación del tamaño de partícula D₁₀, D₅₀ y D₉₀

Se evaluaron D₁₀, D₅₀ y D₉₀ de escamas de alúmina usando un Malvern MS2000.

Determinación del espesor y tamaño de partícula y distribución del espesor

- 5 Se preparan 0.01 g/l de la suspensión de escamas de alúmina y se dejan caer 0.1 ml de esta suspensión sobre un sustrato plano como una oblea de silicio. El sustrato es secado y cortado a un tamaño adecuado. El sustrato se fija con un ángulo inclinado casi verticalmente en la base de un SEM (microscopio electrónico de barrido) y se determina el espesor de la escama de alúmina.

- 10 El espesor de más de 100 escamas de alúmina se mide para el cálculo de la distribución del espesor. La desviación estándar del espesor se calcula con la ecuación de distribución gaussiana.

Preparación para un panel asperjado

Se prepara una pintura de recubrimiento base para automóviles de acuerdo con la siguiente formulación.

<Sistema de recubrimiento de base> Sistema de resina de melamina acrílica	
"Acrylic® 47-712"	70 pbw
"Superbakkamine® G821-60"	30 pbw
Tolueno	30 pbw
Acetato de etilo	50 pbw
* Resina acrílica de Dainippon Ink & Chemicals, Inc. ** Resina de melamina de Dainippon Ink & Chemicals, Inc.	
<Sistema de recubrimiento de base> Sistema de resina de melamina acrílica	
n-Butanol	110 pbw
Solvesso® #150	40 pbw

- 15 El anterior sistema de resina de melamina acrílica (100 pbw) se incorpora con 20 pbw del pigmento perlescente de acuerdo con uno de los ejemplos dados anteriormente. El compuesto resultante se diluye con un diluyente para que la pintura resultante tenga una consistencia adecuada para la pulverización (12-15 segundos, para la taza #4). Esta pintura se aplica a un sustrato mediante pulverización para formar una capa de recubrimiento base.

La capa recubierta de base se recubre adicionalmente con una pintura de recubrimiento transparente superior incolora, que se prepara de acuerdo con la siguiente formulación.

- 20 <Sistema de recubrimiento transparente superior>

<Sistema de recubrimiento transparente>	
"Acrylic® 47-712"	14 pbw
"Superbakkamine® L117-60"	6 pbw
Tolueno	4 pbw

<Sistema de recubrimiento transparente>	
MIBK	4 pbw
Butil cellosolve	3 pbw

El recubrimiento superior transparente se expone al aire a 40°C durante 30 minutos y luego se cura a 135°C durante 30 minutos.

5 El Haze-gloss (BYK) es el equipo de análisis para evaluar el lustre y la turbidez. En esta solicitud de patente, el valor del brillo de espejo en 60° se mide mediante el Haze-gloss y representa el valor del lustre. Comparadas con la técnica anterior, las escamas de Al₂O₃ recubiertas muestran valores muy altos para el lustre. Los altos valores de lustre son necesarios para lograr una buena apariencia en las aplicaciones. Los valores de turbidez medidos por este equipo se ven afectados por la extensión del ángulo de reflexión. En esta solicitud de patente, el ángulo de extensión más ancho es importante para la apariencia perlescente. Las escamas de Al₂O₃ recubiertas de acuerdo con la presente invención muestran valores muy altos de brillo enturbiado.

Para diferenciar el resultado de la evaluación, se utilizan paneles que se asperjan con una capa de base antes de recubrirlos con una capa transparente superior para la medición del brillo enturbiado.

15 Se usa Wave-scan dual (BYK) como el equipo de análisis para medir la planitud superficial de las muestras. El valor de Wa representa la planitud cíclica en el rango de 0.1-0.3 mm. Un valor más pequeño en esta solicitud de patente representa una superficie más plana que muestra las ventajas de los pigmentos de acuerdo con la presente invención.

Se mide Wa para los paneles asperjados con una capa transparente superior. Las superficies más planas tienen una mejor apariencia de acabado.

BYK-mac se usa para evaluar el efecto de brillo. El valor SG representa el brillo.

El Wave-scan dual (BYK) se utiliza para evaluar la calidad de acabado de la pintura.

20 Las propiedades ópticas de los pigmentos perlescentes de acuerdo con los ejemplos dados anteriormente se resumen en la siguiente tabla:

Tabla 1:

Escamas de Al ₂ O ₃	Escamas de Al ₂ O ₃ recubiertas de TiO ₂	Distribución del tamaño de partícula de las escamas de Al ₂ O ₃ (µm)			Espesor promedio de las escamas de Al ₂ O ₃ (nm)	Propiedades ópticas de escamas de Al ₂ O ₃ recubiertas de TiO ₂	
		D ₁₀	D ₅₀	D ₉₀		SG	Wa
E1	E1.1	9.0	19.6	38.8	700	8.5	13
CE1	CE1.1	4.8	13.0	22.0	200	2	21

REIVINDICACIONES

1. Escamas de Al_2O_3 con un espesor de 550-1000 nm y un valor D_{50} de 15-30 μm y un valor D_{90} de 30-45 μm y un valor D_{10} de $<9.5 \mu\text{m}$.
- 5 2. Escamas de Al_2O_3 de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizadas porque las escamas de Al_2O_3 son escamas de α -alúmina.
3. Escamas de Al_2O_3 de acuerdo con la reivindicación 1 o 2, caracterizadas porque el valor D_{90} es 30-40 μm .
4. Escamas de Al_2O_3 de acuerdo con una o más de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizadas porque están dopadas con TiO_2 , ZrO_2 , SiO_2 , SnO_2 , In_2O_3 , ZnO y combinaciones de los mismos.
- 10 5. Escamas de Al_2O_3 de acuerdo con la reivindicación 4, caracterizadas porque la cantidad de dopaje es de 0.01 a 5% en peso con base en la escama de Al_2O_3 .
6. Escamas de Al_2O_3 de acuerdo con una o más de las reivindicaciones 4 a 5, caracterizadas porque están dopadas con TiO_2 .
- 15 7. Escamas de Al_2O_3 de acuerdo con una o más de las reivindicaciones 1 a 6, caracterizadas porque las escamas de Al_2O_3 están recubiertas con al menos una capa de óxido de metal, mezclas de al menos dos óxidos metálicos, metal, sulfuro de metal, subóxido de titanio, oxinitruro de titanio, $\text{FeO}(\text{OH})$, aleaciones de metales o compuestos de tierras raras.
8. Escamas de Al_2O_3 de acuerdo con la reivindicación 7, caracterizadas porque las escamas de Al_2O_3 están recubiertas con al menos una capa de un óxido metálico o una mezcla de al menos dos óxidos metálicos.
- 20 9. Escamas de Al_2O_3 de acuerdo con una o más de las reivindicaciones 7 a 8, caracterizadas porque las escamas de Al_2O_3 están recubiertas con la siguiente secuencia de capas:
 Escamas de $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{TiO}_2$
 Escamas de $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{TiO}_2/\text{Fe}_2\text{O}_3$
 Escamas de $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3$
 Escamas de $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{TiO}_2 + \text{Fe}_2\text{O}_3$
 25 Escamas de $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{TiO}_2 + \text{Fe}_3\text{O}_4$
 Escamas de $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{TiO}_2 + \text{SiO}_2 + \text{TiO}_2$
 Escamas de $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{SiO}_2 + \text{TiO}_2$
 Escamas de $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{TiO}_2/\text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{SiO}_2 + \text{TiO}_2$
 Escamas de $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{TiO}_2 + \text{SiO}_2 + \text{TiO}_2/\text{Fe}_2\text{O}_3$
 30 Escamas de $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{TiO}_2 + \text{SiO}_2$
 Escamas de $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{TiO}_2 + \text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$
 Escamas de $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{TiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3$
 Escamas de $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{SnO}_2$
 Escamas de $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{SnO}_2 + \text{TiO}_2$
 35 Escamas de $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{SnO}_2 + \text{Fe}_2\text{O}_3$
 Escamas de $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{SiO}_2$
 Escamas de $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{SiO}_2 + \text{TiO}_2$
 Escamas de $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{SiO}_2 + \text{TiO}_2/\text{Fe}_2\text{O}_3$
 Escamas de $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{SiO}_2 + \text{Fe}_2\text{O}_3$
 40 Escamas de $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{SiO}_2 + \text{TiO}_2 + \text{Fe}_2\text{O}_3$
 Escamas de $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{SiO}_2 + \text{TiO}_2 + \text{Fe}_3\text{O}_4$

Escamas de $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{SiO}_2 + \text{TiO}_2 + \text{SiO}_2 + \text{TiO}_2$

Escamas de $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{SiO}_2 + \text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{SiO}_2 + \text{TiO}_2$

Escamas de $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{SiO}_2 + \text{TiO}_2/\text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{SiO}_2 + \text{TiO}_2$

Escamas de $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{SiO}_2 + \text{TiO}_2 + \text{SiO}_2 + \text{TiO}_2/\text{Fe}_2\text{O}_3$

5 Escamas de $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{SiO}_2 + \text{TiO}_2 + \text{SiO}_2$

Escamas de $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{SiO}_2 + \text{TiO}_2 + \text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$

Escamas de $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{SiO}_2 + \text{TiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3$

Escamas de $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{TiO}_2 + \text{azul de Prusia}$

Escamas de $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{TiO}_2 + \text{rojo carmín}$

10 10. Escamas de Al_2O_3 de acuerdo con una o más de las reivindicaciones 7 a 9, caracterizadas porque las escamas de Al_2O_3 están recubiertas con TiO_2 en la modificación de rutilo o anatasa.

11. Escamas de Al_2O_3 de acuerdo con una o más de las reivindicaciones 7 a 10, caracterizadas porque las escamas de Al_2O_3 están recubiertas con TiO_2 en la modificación de rutilo.

15 12. Escamas de Al_2O_3 de acuerdo con una o más de las reivindicaciones 7 a 11, caracterizadas porque consisten en 40-90% en peso de escamas de Al_2O_3 y 10-60% en peso del recubrimiento con base en el pigmento total.

13. Proceso para la preparación de escamas de Al_2O_3 de acuerdo con una o más de las reivindicaciones 1 a 12, caracterizado por los siguientes pasos:

(1) Preparación de una solución o una suspensión acuosa de al menos una sal de aluminio soluble y/o insoluble en agua,

20 (2) Agregar una solución alcalina a la solución de sal de aluminio para precipitar partículas de hidróxido de aluminio, y agregar un compuesto de fósforo y opcionalmente al menos un dopante a la solución acuosa antes, durante o después de la precipitación,

(3) Evaporación del agua, seguida de secado del producto precipitado de la etapa (2) para formar la forma seca de alúmina que contiene partículas y sal alcalina,

25 (4) Calcinación de la forma seca obtenida en el paso (3) para obtener escamas de Al_2O_3 en la sal fundida,

(5) Eliminar la parte soluble en agua del material calcinado obtenido en la etapa (4),

(6) Ajustar el tamaño y el espesor de la partícula y

las escamas de Al_2O_3 pueden ser recubiertas con un recubrimiento químico húmedo, mediante procesos de CVD o PVD.

30 14. Uso de las escamas de Al_2O_3 de acuerdo con una o más de las reivindicaciones 1 a 12 como sustrato para pigmentos de efecto, en formulaciones de las áreas de pinturas, recubrimientos, recubrimientos de automóviles, acabados para automóviles, recubrimientos industriales, pinturas, recubrimientos en polvo, tintas de impresión, tintas de impresión de seguridad, plásticos, materiales cerámicos, cosméticos, vidrios, papel, recubrimiento de papel, tóner para procesos de impresión electrofotográfica, semillas, láminas y lonas para invernaderos, láminas flexibles térmicamente conductoras, autoportantes, eléctricamente aislantes, para el aislamiento de máquinas o dispositivos, como absorbente en el mercado con láser de papel y plástico, absorbente en la soldadura con láser de plásticos, pastas de pigmentos con agua, disolventes orgánicos y/o acuosos, en preparaciones de pigmentos y preparaciones secas.

40 15. Formulación que contiene escamas de Al_2O_3 de acuerdo con una o más de las reivindicaciones 1 a 12 en cantidades de 0.01 a 95% en peso, con base en la formulación como un todo.

45 16. Formulación que contiene escamas de Al_2O_3 de acuerdo con una o más de las reivindicaciones 1 a 12, caracterizada porque contiene al menos un componente seleccionado del grupo de agua, polioles, aceites polares y no polares, grasas, ceras, formadores de películas, polímeros, copolímeros, surfactantes, eliminadores de radicales libres, antioxidantes, estabilizantes, potenciadores de olores, aceites de silicona, emulsionantes, solventes, conservantes, espesantes, aditivos reológicos, fragancias, colorantes, pigmentos de efecto, absorbentes de UV, auxiliares tensioactivos y/o compuestos activos cosméticos, rellenos, aglutinantes, pigmentos perlescentes, pigmentos de color y colorantes orgánicos.