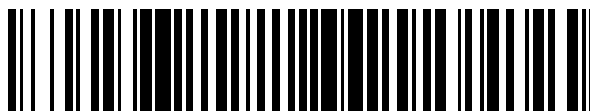


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 702 896**

51 Int. Cl.:

G01N 33/32 (2006.01)

G01N 15/00 (2006.01)

G01N 21/25 (2006.01)

G01N 33/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **05.02.2015** **E 15400005 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **28.11.2018** **EP 2908126**

54 Título: **Procedimiento para determinar la estabilidad de dispersiones**

30 Prioridad:

15.02.2014 DE 102014002186

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

06.03.2019

73 Titular/es:

ORONTEC GMBH & CO. KG (100.0%)
Carlo-Schmid-Allee 3
44263 Dortmund, DE

72 Inventor/es:

HUSTERT, HENDRIK y
WÖRHEIDE, RALPH JAN

74 Agente/Representante:

LEHMANN NOVO, María Isabel

ES 2 702 896 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

Procedimiento para determinar la estabilidad de dispersiones

5 Campo de la invención

La invención se refiere a un procedimiento y un dispositivo para determinar la estabilidad de dispersiones, en particular de dispersiones pigmentadas. El procedimiento puede utilizarse ventajosamente para el control de calidad durante la producción y el procesamiento de dispersiones. La invención se refiere además a un uso del dispositivo.

10

Descripción del estado de la técnica

Se conoce que en las dispersiones se producen interacciones entre las partículas dispersadas distribuidas en el agente dispersante, cuyo equilibrio garantiza una dispersión homogénea y estable. Si estas interacciones varían, una dispersión originariamente estable puede volverse inestable, lo que puede manifestarse, por ejemplo, en floculación, aglomeración, flotación o deposición. Si aparecen tales fenómenos en el transcurso del proceso de producción o de procesamiento de dispersiones, entonces esto puede tener efectos negativos sobre la calidad del producto final. Por ejemplo, pueden empeorarse propiedades tecnológicas de pinturas de dispersión, tal como su capacidad de recubrimiento o seguridad de aplicación, o las pinturas de dispersión pueden volverse completamente inservibles. Por tanto, durante la producción de dispersiones, en particular de dispersiones pigmentadas, es necesario que la estabilidad de una dispersión esencialmente no varíe durante el proceso de producción y los procesos de procesamiento posteriores. Sin embargo, en la práctica, durante la producción y también el procesamiento adicional o el almacenamiento de las dispersiones se observan fluctuaciones de estabilidad o una disminución de la estabilidad. Por tanto, es deseable obtener durante la producción y el procesamiento de dispersiones en los diferentes estadios del proceso de producción o de procesamiento afirmaciones fiables sobre la estabilidad de una dispersión, para poder intervenir dado el caso de manera correctiva en el respectivo proceso.

Se conocen diferentes procedimientos, para realizar mediciones colorimétricas en barnices húmedos. Por ejemplo, en el documento US 6.292.264 B1 se describe un procedimiento para la medición sin contacto de parámetros ópticos de una capa de un agente de recubrimiento líquido, que se aplicó sobre una cinta circulante. Los parámetros ópticos se determinan en el barniz húmedo, para poder establecer si el agente de recubrimiento líquido presenta la intensidad de color requerida. Además, en el documento US 2013/0141727 A1 se describe un procedimiento para la medición del cambio de tono (*flop*) de una capa de recubrimiento en función del tiempo. A partir de los valores de medición del cambio de tono se determina entonces el "grado de moteado". En el procedimiento se trata de predecir el "grado de moteado" de una capa de recubrimiento mediante valores de cambio de tono medidos, concretamente basándose en una relación funcional determinada previamente entre los valores de cambio de tono de una capa de recubrimiento en el estado húmedo y el "grado de moteado" de la misma capa de recubrimiento en el estado endurecido.

El documento DE-OS 2525701 da a conocer un procedimiento para la determinación de parámetros colorimétricos de agentes de recubrimiento líquidos, midiéndose del agente de recubrimiento, por ejemplo, sobre un disco rotatorio, una película continua y midiéndose esta espectrofotométricamente de manera continua. Por lo demás, el documento US 4.936.685 da a conocer un procedimiento para la medición colorimétrica del barniz húmedo, midiéndose los parámetros de color mientras el barniz está expuesto a fuerzas de cizalladura o turbulencias. Los valores cromáticos medidos de esta manera deben correlacionarse bien con los valores cromáticos, que se miden en el recubrimiento secado del mismo barniz.

No pueden extraerse afirmaciones con respecto a la estabilidad o para determinar la estabilidad de una dispersión líquida de los documentos mencionados anteriormente.

50

Sumario de la invención

El objetivo de la presente invención era poner a disposición un procedimiento, que permita de manera efectiva obtener afirmaciones con respecto a la estabilidad de dispersiones, por ejemplo, en cualquier estadio de su proceso de producción y de procesamiento o durante su almacenamiento y transporte.

55

Según la invención, el objetivo se alcanzó con un procedimiento para determinar la estabilidad de dispersiones, detectándose la variación de parámetros ópticos, por ejemplo, colorimétricos, en función del tiempo como medida de la variación de la estabilidad de una dispersión, así como con un dispositivo configurado al respecto y el uso de un dispositivo para la realización del procedimiento.

60

Por consiguiente, la presente invención se refiere a un procedimiento para determinar la estabilidad de dispersiones por medio de métodos de medición ópticos, por ejemplo, colorimétricos, que comprende las siguientes etapas:

65 A) proporcionar una dispersión que debe estudiarse,

B) determinar al menos un parámetro óptico, por ejemplo, colorimétrico, de la dispersión en estado líquido en función del tiempo, y

C) evaluar la estabilidad de la dispersión mediante los parámetros ópticos, por ejemplo, colorimétricos, determinados,

teniendo lugar la determinación del al menos un parámetro óptico de la dispersión líquida en estado líquido en la etapa B) sobre la superficie de un soporte que se encuentra en movimiento continuo.

Preferiblemente, la estabilidad de la dispersión se evalúa basándose en una tolerancia definida previamente y en particular preferiblemente basándose en una tolerancia definida previamente con respecto a la variación de los parámetros ópticos, por ejemplo, colorimétricos, en función del tiempo.

Sorprendentemente se han encontrado que puede recurrirse a la correlación entre la estabilidad de dispersión de dispersiones pigmentadas y la variación de parámetros ópticos, por ejemplo, colorimétricos, en función del tiempo para una afirmación efectiva y fiable sobre la estabilidad de la dispersión que debe estudiarse en cada caso. Se parte de la base de que la variación del comportamiento de reflexión de uno o varios pigmentos se obtiene como resultado de la variación local de la concentración de uno o varios de estos pigmentos en la dispersión.

Descripción detallada de la invención

Según una forma de realización preferida, la invención se refiere a un procedimiento para determinar la estabilidad de dispersiones por medio de métodos de medición ópticos, por ejemplo, colorimétricos, que comprende las siguientes etapas:

A) proporcionar una dispersión que debe estudiarse,

B) determinar al menos un parámetro óptico, por ejemplo, colorimétrico, de la dispersión en estado líquido en función del tiempo, aplicándose la dispersión sobre la superficie de un soporte que se encuentra en movimiento continuo y midiéndose ópticamente, por ejemplo, colorimétricamente, sobre el soporte que se encuentra en movimiento continuo, y

C) evaluar la estabilidad de la dispersión mediante los parámetros ópticos, por ejemplo, colorimétricos, determinados.

Según una forma de realización preferida adicional, la invención se refiere a un procedimiento para determinar la estabilidad de dispersiones por medio de métodos de medición ópticos, por ejemplo, colorimétricos, que comprende las siguientes etapas:

A) proporcionar una dispersión que debe estudiarse,

B) determinar al menos un parámetro óptico, por ejemplo, colorimétrico, de la dispersión en estado líquido en función del tiempo, aplicándose la dispersión sobre la superficie de un soporte que se encuentra en movimiento continuo y midiéndose ópticamente, por ejemplo, colorimétricamente, sobre el soporte que se encuentra en movimiento continuo, y

C) evaluar la estabilidad de la dispersión mediante los parámetros ópticos, por ejemplo, colorimétricos, determinados,

tratándose en el caso del soporte que se encuentra en movimiento continuo de un soporte en forma de disco que se encuentra en movimiento continuo, preferiblemente de un soporte en forma de disco sujeto a un eje horizontal rotatorio o de uno que rota alrededor de un eje horizontal.

de un soporte en forma de disco sujeto a un eje horizontal rotatorio o de uno que rota alrededor de un eje horizontal.

Según una forma de realización preferida adicional, la invención se refiere a un procedimiento para determinar la estabilidad de dispersiones por medio de métodos de medición ópticos, por ejemplo, colorimétricos, que comprende las siguientes etapas:

A) proporcionar una dispersión que debe estudiarse,

B) determinar al menos un parámetro óptico, por ejemplo, colorimétrico, de la dispersión en estado líquido en función del tiempo, aplicándose la dispersión sobre la superficie de un soporte que se encuentra en movimiento continuo y midiéndose ópticamente, por ejemplo, colorimétricamente, sobre el soporte que se encuentra en movimiento continuo, y

- C) evaluar la estabilidad de la dispersión mediante los parámetros ópticos, por ejemplo, colorimétricos, determinados,

utilizándose para la realización del procedimiento un dispositivo, que comprende:

- a) un aparato de medición para la medición de parámetros ópticos, por ejemplo, colorimétricos,
 - b) una cubeta para alojar la dispersión con al menos una abertura de llenado y una abertura de salida en forma de intersticio, y
 - c) un soporte en forma de disco montado sobre un eje horizontal, que puede hacerse girar con el eje o alrededor del eje y dispuesto verticalmente con respecto al eje,
- estando dispuesta la cubeta con respecto al soporte en forma de disco de tal manera que desde la abertura de salida en forma de intersticio en el modo de trabajo del dispositivo puede salir material de dispersión sobre la superficie del soporte en forma de disco.

Las formas de realización preferidas mencionadas anteriormente pueden combinarse también entre sí.

A este respecto, la cubeta puede descansar en los lados sobre el disco y dejar abierto un intersticio en el centro.

Preferiblemente, el dispositivo contiene también un dispositivo de accionamiento para el soporte en forma de disco o para el eje horizontal. Además, el dispositivo contiene preferiblemente una carcasa, que cubre los componentes de dispositivo individuales. Preferiblemente se trata de una carcasa cerrada, que está equipada con una trampilla. De manera igualmente preferible, el aparato de medición para la medición de parámetros ópticos, por ejemplo, colorimétricos, está dispuesto sobre un eje de posicionamiento, que puede accionarse, por ejemplo, eléctricamente. Esto último permite situar el aparato de medición en un punto de medición definido a lo largo de un recorrido horizontal por la película de dispersión sobre el soporte en forma de disco. El dispositivo permite la medición sin contacto de la película de dispersión.

A continuación, se pretende explicar más detalladamente las etapas individuales del procedimiento de la presente invención.

En la etapa A del procedimiento según la invención se proporciona una dispersión. Una dispersión es un sistema de varias fases, de las que una está distribuida de manera continua (agente dispersante) y al menos otra de manera fina (fase dispersada). En el sentido de la invención se trata de denominadas dispersiones líquidas, es decir de dispersiones en las que el agente dispersante es un líquido y la fase dispersa es un líquido y/o un sólido. Las dispersiones en las que una fase líquida está dispersa en una fase líquida se denominan también emulsiones, las dispersiones en las que una fase sólida está dispersa en una fase líquida se denominan también suspensiones. Por motivos de simplicidad, las dispersiones líquidas utilizadas en la presente invención se denominan en este caso y en lo sucesivo dispersiones.

En el caso de las dispersiones puede tratarse de dispersiones pigmentadas o no pigmentadas. Las dispersiones pigmentadas están pigmentadas preferiblemente con pigmentos colorantes y/o de efecto. Puede tratarse de dispersiones a base de agua, de dispersiones a base de disolventes orgánicos o de dispersiones, que están libres de agua y disolventes orgánicos. Ejemplos de dispersiones pigmentadas son pinturas de dispersión, pastas de pigmento y barnices pigmentados. Ejemplos de dispersiones no pigmentadas son preparaciones de aglutinante líquidas o barnices no pigmentados. Sin embargo, en el procedimiento también puede utilizarse cualquier otra dispersión pigmentada o no pigmentada. Las dispersiones no pigmentadas pueden prepararse, por ejemplo, mediante la adición de pigmentos y/o tintes colorantes y/o de efecto para el procedimiento.

La dispersión que debe estudiarse, por ejemplo, se extrae en cualquier punto deseado de su proceso de producción o de procesamiento o se proporciona de otro modo, por ejemplo, también puede tratarse de una dispersión recibida de un fabricante. El procedimiento según la invención puede emplearse para dispersiones de cualquier pigmentación. Las dispersiones pueden contener pigmentos colorantes y/o de efecto. Ejemplos de pigmentos colorantes son pigmentos de absorción (por ejemplo, Irgazin[®] naranja L 2990 HD, Irgazin[®] rojo L 3660HD, Heliogen azul L 7080 y BAYFERROX[®] 3920).

Ejemplos de pigmentos de efecto son pigmentos de reflexión (por ejemplo, STAPA[®] HYDROLAN 2156, STAPA[®] HYDROLAN S 2100, Aquasilber LPW/980 o Aquamet NPW/2900) o pigmentos de interferencia (por ejemplo, Iriodin[®] 9225 Rutile Blue Pearl SW, Colorstream[®] T20-03 WNT, Tropic Sunrise y SunGEM[®] 288-7222).

Los pigmentos pueden estar presentes individualmente o en combinación entre sí. La dispersión también puede contener tintes.

Etapa B

En la etapa B del procedimiento según la invención se determinan los parámetros ópticos, por ejemplo, colorimétricos, de la dispersión en estado líquido en función del tiempo. Si en el caso de la dispersión que debe estudiarse se trata de una dispersión no pigmentada, es decir de una dispersión no pigmentada con pigmentos colorantes y/o de efecto, esta dispersión tiene que prepararse en primer lugar mediante la adición de pigmentos y/o tintes colorantes y/o de efecto. Esto puede tener lugar, por ejemplo, mediante la adición de una pasta de prueba pigmentada especial (por ejemplo, Pehafix disolución de pigmento rojo, Peter-Lacke GmbH) o una disolución de tinte (por ejemplo, Pehazell disolución de tinte roja, Peter-Lacke GmbH) a la dispersión.

Para determinar los parámetros ópticos, por ejemplo, colorimétricos, de la dispersión en estado líquido se aplica la dispersión sobre un soporte adecuado y se mide en estado líquido por medio de un aparato de medición adecuado, por ejemplo, por medio de un espectrofotómetro. Para la medición se aplica la dispersión preferiblemente sobre la superficie de un soporte que se encuentra en movimiento continuo, en particular sobre la superficie de un soporte en forma de disco que se encuentra en movimiento continuo y se mide sobre el soporte que se encuentra en movimiento continuo. Se conocen diferentes Métodos para la caracterización óptica, por ejemplo, colorimétrica, de medios líquidos, por ejemplo, de Barnices líquidos, sobre soportes móviles. Por ejemplo, la aplicación puede tener lugar sobre una cinta que se encuentra en movimiento continuo, sobre un cuerpo cilíndrico que se encuentra en movimiento continuo, por ejemplo, un rodillo rotatorio, o sobre un soporte en forma de disco que se encuentra en movimiento continuo, por ejemplo, un disco de medición rotatorio. Un procedimiento para la caracterización colorimétrica de medios líquidos con ayuda de una cinta que se encuentra en movimiento continuo se describe, por ejemplo, en el documento DE 30 29 257 A1. En este documento, el medio líquido se aplica por medio de un rodillo de aplicación y diferentes rodillos de distribución. Un procedimiento para la caracterización colorimétrica con ayuda de un rodillo rotatorio se describe, por ejemplo, en el documento DE 199 60 919 A1. En este documento, el medio líquido se aplica por medio de una cubeta con abertura en forma de intersticio para la regulación del grosor de capa de la película sobre un soporte en forma de rodillo que rota de manera continua. El documento DE 25 25 701 A1 describe un procedimiento para la caracterización colorimétrica de medios líquidos con ayuda de una película de barniz que se desplaza con un sustrato, tal como, por ejemplo, un disco de medición que rota alrededor de un eje horizontal.

Según una forma de realización preferida, la dispersión se aplica sobre un soporte en forma de disco que se encuentra en movimiento continuo, de manera especialmente preferible sobre un soporte en forma de disco que rota alrededor de un eje horizontal o sobre un soporte en forma de disco sujeto a un eje horizontal rotatorio.

El soporte en forma de disco puede ser un disco de medición, por ejemplo, de acero templado.

En general, la aplicación de la dispersión sobre la superficie de un soporte que se encuentra en movimiento continuo puede tener lugar con medios adecuados, por ejemplo, por medio de un recipiente, tal como, por ejemplo, una cubeta, presentado este o esta aberturas de llenado o de salida correspondientes. Preferiblemente, en la forma de realización preferida mencionada anteriormente, la dispersión se aplica por medio de una cubeta con abertura en forma de intersticio para la regulación del grosor de capa de la película aplicada sobre el soporte en forma de disco que se encuentra en movimiento continuo. A este respecto, el grosor de capa puede ascender, por ejemplo, a de 100 µm a 1500 µm.

Tras la aplicación se miden o se detectan, por ejemplo, espectrofotométricamente, los parámetros ópticos, por ejemplo, colorimétricos, deseados de la película de dispersión aplicada. A este respecto, la medición tiene lugar en la película de dispersión, que se encuentra sobre un soporte que se encuentra en movimiento continuo, siendo el soporte preferiblemente un soporte en forma de disco que rota alrededor de un eje horizontal, por ejemplo, un disco de medición. Parámetros ópticos, que deben determinarse, adecuados, son, por ejemplo, parámetros colorimétricos, el índice de refracción, la distribución de píxeles de imagen y la densidad de centelleo. Parámetros colorimétricos adecuados son los valores de reflexión o valores de remisión. Igualmente, como parámetros colorimétricos pueden usarse también parámetros derivados de los valores de reflexión o valores de remisión.

Los parámetros ópticos, por ejemplo, colorimétricos, por ejemplo, los valores de reflexión o parámetros derivados de los mismos, se detectan por medio de aparatos de medición espectrofotométricos convencionales. El experto en la técnica conoce suficientemente tales aparatos de medición y pueden obtenerse en el mercado.

Los parámetros ópticos, por ejemplo, colorimétricos, se detectan según la invención en función del tiempo. Esto incluye, en particular, una medición de los parámetros ópticos, por ejemplo, colorimétricos, de la dispersión aplicada en función del tiempo, encontrándose la dispersión durante la duración del tiempo de medición total sobre el soporte que se encuentra en movimiento continuo. Es decir, las mediciones tienen lugar en función del tiempo, mientras que el soporte se encuentra en movimiento continuo. Según una forma de realización, este puede tener lugar midiendo o determinado los parámetros ópticos, por ejemplo, colorimétricos, de la dispersión aplicada sobre el soporte que se encuentra en movimiento continuo en intervalos de tiempo definidos. Las mediciones pueden tener lugar, por ejemplo, hasta una duración total de 30 segundos hasta 20 minutos. Las mediciones pueden tener lugar en el plazo de la duración de medición total seleccionada a intervalos de, por ejemplo, 10 segundos a 3 minutos. Para la medición se sitúa el aparato de medición, por ejemplo, un espectrofotómetro, de tal manera delante del soporte que

se encuentra en movimiento continuo, por ejemplo, de un disco que rota alrededor de un eje horizontal, que puede tener lugar una medición sin contacto en la posición de medición seleccionada. Siempre que se usen varios ángulos de observación, la medición se realiza para cada ángulo de observación.

- 5 Como parámetros colorimétricos pueden detectarse, por ejemplo, los valores de remisión, los valores de reflexión, las coordenadas de cromaticidad (valores CIEL*a*b*), la diferencia de color E* en el ángulo de observación y de iluminación seleccionado, el croma C*, el ángulo de tono cromático h* o la variación de estos parámetros a lo largo del tiempo. A este respecto, la variación de un parámetro colorimétrico incluye la diferencia del valor del parámetro colorimétrico entre el valor cero (valor del parámetro colorimétrico en el momento cero) y el valor en el momento x de la medición. Los parámetros colorimétricos medidos o detectados pueden almacenarse en una base de datos y valorarse mediante un software. Lo análogo es aplicable también en general para parámetros ópticos.

15 Ventajosamente, el aparato de medición, por ejemplo, el espectrofotómetro, puede estar diseñado o programado de tal manera que para cada punto de medición se emita directamente la diferencia del valor del parámetro óptico, por ejemplo, colorimétrico, entre el valor cero y el valor en el momento x de la medición. Es muy adecuada, por ejemplo, la variación de la diferencia de color Delta E*.

20 El experto en la técnica conoce mediciones de remisión y de reflexión así como el cálculo o la derivación de valores cromáticos a partir de los valores medidos. Esto puede tener lugar según aquellas normas que se usan para la medición de barniz seco. Ejemplos de tales normas son:

25 DIN 5033-1 (1979-03-00) Colorimetría; Términos básicos de la colorimetría; DIN 5033-2 (1992-05-00) Colorimetría; Sistemas de valencia normativa; DIN 5033-3 (1992-07-00) Colorimetría; Índices colorimétricos; DIN 5033-4 (1992-07-00) Colorimetría; Procedimientos espectrales; DIN 5033-5 (1981-01-00) Colorimetría; Procedimientos de equivalencia; ISO 7724-1 Pinturas y barnices; Colorimetría; Parte 1: Principios; ISO 7724-2 (1984-10-00) Pinturas y barnices; Colorimetría; Parte 2: Determinación de índices colorimétricos; ISO 7724-3 (1984-10-00) Pinturas y barnices; Colorimetría; Parte 3: Cálculos de diferencias de color.

Etapa C

30 En la etapa C del procedimiento según la invención se evalúa la estabilidad de la dispersión mediante los parámetros ópticos, por ejemplo, colorimétricos, medidos o determinados, preferiblemente basándose en la diferencia del parámetro óptico, por ejemplo, colorimétrico, entre el valor cero (valor del parámetro óptico, por ejemplo, colorimétrico, en el momento cero) y el valor en el momento x de la medición.

35 La valoración tiene lugar mediante la determinación de una regresión, preferiblemente una recta de regresión lineal, que representa el parámetro óptico, por ejemplo, colorimétrico, seleccionado (por ejemplo, la diferencia de color E*) o su variación en función del tiempo.

40 La evaluación de los datos obtenidos puede tener lugar mediante la comparación de los parámetros de la función de regresión, por ejemplo, en el caso de una recta de regresión mediante la pendiente m_1 y la intersección axial de las ordenadas m_0 (es decir el punto de corte de las rectas de regresión con las ordenadas) así como de los parámetros para la calidad de la adaptación de la curva, por ejemplo, el coeficiente de determinación r^2 . A este respecto, para los parámetros m_0 (intersección axial de las ordenadas) y m_1 (pendiente de las rectas de regresión), es aplicable que debe ser lo más próximos a cero posible, es decir, valores más pequeños indican una dispersión estable, valores más grandes una dispersión menos estable. Para los parámetros de la calidad de la adaptación de la curva es aplicable que una peor calidad de la adaptación se manifiesta mediante valores más pequeños y apunta a una dispersión inestable. Para una dispersión estable, el coeficiente de determinación r^2 debe ascender al menos a 0,97 (de manera correspondiente al 97%). A este respecto, los datos pueden compararse tanto basándose en la representación gráfica como en los factores numéricos del cálculo de las rectas de regresión y de la calidad de la adaptación de la curva.

55 $d(L^*, a^*, b^*, C, h, E^*)_{(\text{ángulo de observación, ángulo de iluminación})} = m_0 + (m_1 \times \text{tiempo})$, es decir $m_0 + (m_1 \text{ multiplicado por el tiempo (en horas, minutos, segundos)})$.

A este respecto, m_0 debe ser preferiblemente cero. Cuanto menor sea m_0 , más estable será la dispersión. Preferiblemente, m_0 es como máximo $\pm 0,05$.

60 Preferiblemente, m_1 también debe ser cero. Cuanto menor sea m_1 , más estable será la dispersión. Preferiblemente, m_1 es, por ejemplo, como máximo $0,1 \text{ min}^{-1}$ para la diferencia de color total dE^* . Para la determinación de la calidad de la adaptación de la curva puede usarse, por ejemplo, la siguiente relación:

$$r^2 = 1 - \frac{\sum \text{error}^2}{\sum \text{total}^2} = 1 - \frac{\sum (y_i - \hat{y}_i)^2}{\sum (y_i - \bar{y}_i)^2}$$

r^2 = coeficiente de determinación

$$\sum error^2 = \sum (y_i - \hat{y}_i)^2$$

$$\sum total^2 = \sum (y_i - \bar{y}_i)^2$$

y_i = valor de respuesta observado de orden i

$\hat{y}_i$ = valor de respuesta adaptado de orden i

$\bar{y}_i$ = valor medio de respuesta

La relación mencionada anteriormente también puede usarse como función ponderada:

$$r^2 = 1 - \frac{\sum (y_i - \hat{y}_i)^2}{\sum (y_i - \bar{y}_i)^2} * \left(\frac{(n-1)}{(n-p-1)} \right)$$

n = número de los puntos de datos

p = número de los términos del modelo de regresión

$$r^2 = 1 - \frac{\sum (y_i - \hat{y}_i)^2}{\sum (y_i - \bar{y}_i)^2} * f(z)$$

$f(z)$ = cualquier forma de una función de ponderación

Preferiblemente, la evaluación de la estabilidad de la dispersión tiene lugar basándose en una tolerancia definida previamente, por ejemplo, una tolerancia definida previamente con respecto a la variación de los parámetros ópticos, por ejemplo, colorimétricos, en función del tiempo o de la pendiente de las rectas de regresión. La tolerancia todavía aceptable puede establecerse individualmente y adaptarse a las circunstancias y requisitos específicos.

En general es deseable una dependencia lineal de la variación de los parámetros ópticos, por ejemplo, colorimétricos, (por ejemplo, de la variación de la diferencia de color Delta E*) así como una recta de regresión con pendiente aproximadamente cero. Una dependencia lineal o una pendiente reducida de las rectas de regresión indican una dispersión con una estabilidad suficiente o aceptable.

Si la variación de los parámetros ópticos, por ejemplo, colorimétricos, supera, por ejemplo, la variación de la diferencia de color con el tiempo, una determinada tolerancia definida previamente, esto da como resultado una indicación de una dispersión inestable o al menos una dispersión de estabilidad escasa. Mediante tales resultados pueden tomarse entonces medidas adecuadas, para aumentar o volver a establecer la estabilidad de la dispersión. Esto puede tener lugar, por ejemplo, mediante la adición, la retirada y/o el cambio de determinados pigmentos, aditivos y/o sustancias contenidas adicionales de la dispersión. Naturalmente, también puede comprobarse la inservibilidad de una dispersión con respecto a la estabilidad.

La invención también se refiere, tal como ya se ha descrito anteriormente, a un dispositivo para la realización del procedimiento según la invención. Un dispositivo preferido para la realización del procedimiento según la invención se describe en el documento DE 20 2013 009 407 U1. Tales dispositivos pueden obtenerse también comercialmente, por ejemplo, como dispositivo compacto con el nombre Q-Chain® LCM.

El procedimiento según la invención y el dispositivo pueden utilizarse durante la producción y el procesamiento de dispersiones pigmentadas y no pigmentadas, por ejemplo, en la industria del barniz y de la pintura. Con ayuda del procedimiento pueden obtenerse información valiosa sobre la estabilidad de dispersiones. Por ejemplo, puede emplearse tanto en el desarrollo como en el control de calidad de preparaciones de pigmento. Para ello se mezclan, por ejemplo, pastas con un barniz de prueba blanco en una proporción definida y se mide la variación de los parámetros ópticos, por ejemplo, colorimétricos, en función del tiempo.

El procedimiento según la invención se expondrá mediante el siguiente ejemplo.

Ejemplo

Como dispersión que debe estudiarse se usó una mezcla de un barniz de prueba blanco y una pasta de color, pigmentada con pigmento rojo 254. Para la aplicación y medición se utilizó un aparato compacto Q-Chain[®] LCM. La dispersión se llenó en la cubeta del dispositivo de medición y se aplicó sobre el disco rotatorio (revolución: 1 Hz). Se obtuvo como resultado un grosor de capa de aproximadamente 900 μm . Entonces se aproximó el aparato de medición con la abertura de medición a un punto de medición en la mitad inferior del disco y se midió la variación de la diferencia de color Delta E* (geometría 45/0) a intervalos de aproximadamente de un minuto en el plazo de una duración de medición total de aproximadamente 14 minutos. Los valores de medición determinados se exponen en la tabla 1.

10 Tabla 1:

Tiempo [hh:mm:ss]	dE* _{45/0}
00:00:00	0,00
00:01:11	0,08
00:02:14	0,20
00:03:16	0,27
00:04:18	0,30
00:05:25	0,37
00:06:32	0,41
00:07:43	0,48
00:08:50	0,57
00:09:58	0,66
00:11:05	0,68
00:12:11	0,76
00:13:32	0,84

dE=Delta E; 45/0 = geometría de medición 45°/0°

La valoración de los valores de medición tuvo lugar mediante una recta de regresión. En la Figura 1 se representa la recta de adaptación. A partir de la representación resulta evidente que la pendiente asciende a $m_{1, dE} = 0,07 \text{ min}^{-1}$ y la intersección en ordenadas a $m_{0, dE} = 0,03$. Esto significa que en el caso de la dispersión estudiada se trata de una dispersión estable.

REIVINDICACIONES

1.- Procedimiento para determinar la estabilidad de dispersiones líquidas por medio de métodos de medición ópticos, que comprende las siguientes etapas:

- A) proporcionar una dispersión que debe estudiarse líquida,
 - B) determinar al menos un parámetro óptico de la dispersión líquida en estado líquido en función del tiempo, y
 - C) evaluar la estabilidad de la dispersión líquida mediante el al menos un parámetro óptico determinado,
- teniendo lugar la determinación del al menos un parámetro óptico de la dispersión líquida en estado líquido en la etapa B) sobre la superficie de un soporte que se encuentra en movimiento continuo.

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, tratándose de una dispersión líquida pigmentada.

3.- Procedimiento según la reivindicación 1 o 2, tratándose en el caso del al menos un parámetro óptico de un parámetro colorimétrico.

4.- Procedimiento según la reivindicación 3, tratándose en el caso del parámetro colorimétrico de un valor de reflexión, un valor de remisión o un parámetro colorimétrico derivado de un valor de reflexión o valor de remisión.

5.- Procedimiento según la reivindicación 4, tratándose en el caso del parámetro colorimétrico derivado de un valor de reflexión o valor de remisión de las coordenadas de cromaticidad (valores CIEL *a*b*), la diferencia de color E*, el croma C* y/o el ángulo de tono cromático h*.

6.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 5, tratándose en el caso del soporte que se encuentra en movimiento continuo de un soporte en forma de disco.

7.- Procedimiento según la reivindicación 6, tratándose de un soporte en forma de disco que rota alrededor de un eje horizontal o de un soporte en forma de disco sujeto a un eje horizontal rotatorio.

8.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 7, aplicándose la dispersión líquida por medio de una cubeta con abertura en forma de intersticio para la regulación del grosor de capa de la película aplicada sobre el soporte que se encuentra en movimiento continuo.

9.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 8, utilizándose para la realización del procedimiento un dispositivo, que comprende:

- a) un aparato de medición para la medición de parámetros ópticos,
- b) una cubeta para alojar la dispersión líquida con al menos una abertura de llenado y una abertura de salida en forma de intersticio, y

c) un soporte en forma de disco montado sobre un eje horizontal, que puede hacerse girar con el eje o alrededor del eje y dispuesto verticalmente con respecto al eje,

estando dispuesta la cubeta con respecto al soporte en forma de disco de tal manera que desde la abertura de salida en forma de intersticio en el modo de trabajo del dispositivo puede salir material de dispersión sobre la superficie del soporte en forma de disco.

10.- Dispositivo, que comprende:

- a) un aparato de medición para la medición de parámetros ópticos;
- b) una cubeta para alojar la dispersión líquida con al menos una abertura de llenado y una abertura de salida en forma de intersticio, y

c) un soporte en forma de disco montado sobre un eje horizontal, que puede hacerse girar con el eje o alrededor del eje y dispuesto verticalmente con respecto al eje,

estando dispuesta la cubeta con respecto al soporte en forma de disco de tal manera que desde la abertura de salida en forma de intersticio en el modo de trabajo del dispositivo puede salir material de dispersión sobre la superficie del soporte en forma de disco,

donde forma una película de dispersión,

caracterizado

5 porque el aparato de medición puede situarse, accionado eléctricamente, en un punto de medición definido a lo largo de un recorrido horizontal por la película de dispersión sobre el soporte en forma de disco, para medir los parámetros ópticos en intervalos de tiempo definidos sobre la película de dispersión que se encuentra en movimiento continuo, estando programado el aparato de medición de tal manera que para cada punto de medición se emite la diferencia del parámetro óptico con respecto a un valor cero.

10 11.- Uso de un dispositivo que comprende:

- a) un aparato de medición para la medición de parámetros ópticos;
- 15 b) una cubeta para alojar la dispersión líquida con al menos una abertura de llenado y una abertura de salida en forma de intersticio, y
- c) un soporte en forma de disco montado sobre un eje horizontal, que puede hacerse girar con el eje o alrededor del eje y dispuesto verticalmente con respecto al eje,

20 estando dispuesta la cubeta con respecto al soporte en forma de disco de tal manera que desde la abertura de salida en forma de intersticio en el modo de trabajo del dispositivo pueda salir material de dispersión sobre la superficie del soporte en forma de disco,

25 para la realización de un procedimiento para determinar la estabilidad de dispersiones líquidas por medio de métodos de medición ópticos, que comprende las siguientes etapas:

- A) proporcionar una dispersión que debe estudiarse líquida,
- B) determinar al menos un parámetro óptico de la dispersión líquida en estado líquido en función del tiempo, y
- 30 C) evaluar la estabilidad de la dispersión líquida mediante el al menos un parámetro óptico determinado,

35 teniendo lugar la determinación del al menos un parámetro óptico de la dispersión líquida en estado líquido en la etapa B) sobre la superficie de un soporte que se encuentra en movimiento continuo.

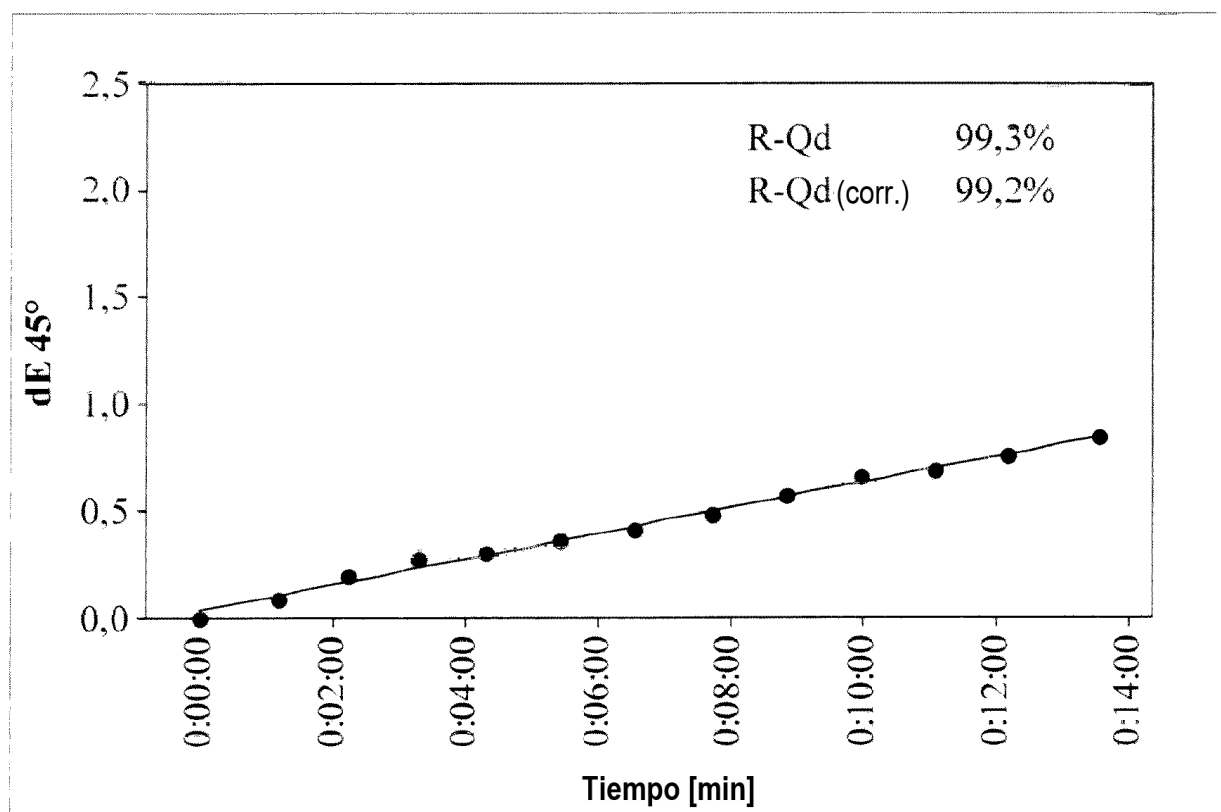


Figura 1/1