(19) OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

(11) Número de publicación: **2 764 198**

(51) Int. CI.:

C09C 3/06 (2006.01)
C09C 1/00 (2006.01)
C08K 3/16 (2006.01)
C08K 3/34 (2006.01)

(12) TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA T3

(86) Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **21.05.2015 PCT/US2015/031882**

(87) Fecha y número de publicación internacional: **03.12.2015 WO15183674**

(96) Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **21.05.2015 E 15798867 (6)**

(97) Fecha y número de publicación de la concesión europea: **02.10.2019 EP 3149089**

(54) Título: **Pigmentos de efecto**

(30) Prioridad:

28.05.2014 US 201462004007 P
25.03.2015 US 201562137918 P

(45) Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
02.06.2020

(73) Titular/es:

BASF SE (100.0%)
Carl-Bosch-Strasse 38
67056 Ludwigshafen am Rhein, DE

(72) Inventor/es:

JONES, STEVEN;
MCGUIRE, MEAGHAN CLARK;
SIOSS, JAMES;
SICHMELLER, CHRISTOPHER y
SALTZMAN, MARTIN

(74) Agente/Representante:

CARPINTERO LÓPEZ, Mario

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

DESCRIPCIÓN

Pigmentos de efecto

Campo técnico

La presente divulgación se refiere a pigmentos de efecto revestidos con capas con alto índice de refracción y difusión de material de bajo índice desde las mismas para aumentar el croma del pigmento de efecto, a procedimientos de fabricación y a usos de los mismos en pintura, tinta para inyección de tinta, tintas de impresión, revestimientos, revestimientos industriales, revestimientos para uso en automotores, tinta de impresión, plásticos, cosméticos o formulaciones cosméticas, y esmaltes para cerámica o vidrio.

Antecedentes

Los pigmentos de efecto también se han denominado pigmentos brillantes, pigmentos lustrosos, pigmentos nacarados o pigmentos de interferencia. Son conocidos pigmentos tales que tienen un núcleo que consiste en un material transparente o no transparente, tal como, por ejemplo, mica natural o sintética, SiO_2, aluminio o vidrio. Estos núcleos están revestidos con un material con alto índice de refracción, generalmente un óxido metálico de índice de refracción mayor que aproximadamente 1,65.

Además, es posible obtener pigmentos que son de color más intenso (es decir, que tienen un mayor croma) mediante la aplicación de capas alternadas con alto y bajo índice de refracción sobre un sustrato.

Sin embargo, el aumento del croma de los pigmentos de efecto formados a partir de un diámetro de láminas (d_{50}) igual o menor que aproximadamente 15 micrómetros es difícil usando capas alternadas con índice de refracción alto/bajo diferentes. La deposición o codeposición de una capa diferente con bajo índice de refracción sobre la capa con alto índice de refracción a menudo produce aglomeración cuando el diámetro de las láminas es de 15 micrómetros o menor.

Por lo tanto, sería útil desarrollar nuevas formas para fabricar pigmentos con alto efecto cromático en lugar del procedimiento convencional de apilar capas alternadas independientes y separadas con alto/bajo índice de refracción sobre un sustrato.

El documento WO 03/006558 describe pigmentos con múltiples capas en base a escamas de vidrio y procedimientos para la producción de tales pigmentos.

El documento EP 1 469 745 se refiere al uso de pigmentos con múltiples capas en la industria alimenticia y farmacéutica.

El documento US 2007/0056470 desvela un pigmento de efecto con múltiples capas que incluye un sustrato transparente, una capa de material con alto índice de refracción sobre el sustrato y capas alternadas de materiales bajo índice de refracción y alto índice de refracción en la primera capa.

Sumario

Sorprendentemente, el croma de los pigmentos de efecto se puede mejorar mediante la presencia de un óxido de un tercer material difundido entre una primera y una segunda capa con alto índice de refracción, en el que el tercer material difundido tiene un intervalo de difusión entre el 100% a difusión parcial en una o ambas de la primera y la segunda capa con alto índice de refracción.

Además, se han descubierto ventajas secundarias cuando el tercer material difundido se difunde de este modo.

Los ejemplos de estas otras ventajas incluyen un uso más eficaz de las materias primas y/o un pigmento de efecto más eficaz durante el uso, es decir, se requiere un % en peso menor del material de revestimiento (es decir, un material de índice de refracción menos alto) para lograr el mismo aspecto que los pigmentos de efecto tradicionales con capas alternadas distintas de materiales con alto y bajo índice de refracción en una aplicación dada. El presente procedimiento también proporciona una ventaja en la formación de pigmentos de alto croma cuyo tamaño de láminas es de aproximadamente 15 micrómetros o menor dado que la deposición de un material con bajo índice de refracción tal como el SiO_2 no causa aglomeración.

Por consiguiente, se desvela en la presente memoria un pigmento de efecto que comprende una lámina revestida con un revestimiento óptico y el revestimiento óptico comprende:

una primera capa con alto índice de refracción;

una segunda capa con alto índice de refracción formada en la primera capa con alto índice de refracción;

y

un tercer material difundido

en el que:

la primera capa con alto índice de refracción es adyacente a y está en contacto con la segunda capa con alto índice de refracción;

el tercer material difundido se difunde al 100% en una o ambas de la primera y la segunda capa con alto índice de refracción

en el que

las primeras y segundas capas con alto índice de refracción se forman a partir de materiales que tienen un índice de refracción de aproximadamente >1,65;

el tercer material difundido es SiO_2 o un óxido metálico;

y el tercer material difundido es diferente de las primeras y segundas capas con alto índice de refracción.

Por ejemplo, las primeras y segundas capas con alto índice de refracción se seleccionan de modo independiente del grupo que consiste en SnO_2, TiO_2, Cr_2O_3, ZnO, ZrO_2, óxidos de hierro (tal como Fe_3O_4, Fe_2O_3), óxidos de cobre, óxidos de cobalto, óxidos de manganeso, alúmina, y sus mezclas.

El tercer material difundido es SiO_2 o un óxido metálico, por ejemplo, el tercer material difundido se selecciona del grupo que consiste en Al_2O_3, SnO_2, SiO_2, óxidos de cobalto, óxido de magnesio, óxido de manganeso, óxidos de cobre, óxidos de hierro (es decir, Fe_2O_3, Fe_3O_4), B_2O_3, TiO_2, Cr_2O_3, ZnO, ZrO_2, y sus mezclas.

Una realización especial abarca:

Un pigmento de efecto que comprende una lámina revestida con un revestimiento óptico y el revestimiento óptico comprende:

una primera capa de TiO_2;

una segunda capa de TiO_2 formada en la primera capa de TiO_2; y un tercer material difundido es SiO_2 entre la primera capa de TiO_2 y la segunda capa de TiO_2 y tiene un intervalo de difusión de 100% en una o ambas de las primeras y segundas capas de TiO_2. Las capas de TiO_2 pueden ser rutilo o anatasa.

Además, se divulgan varios procedimientos. Estos procedimientos incluyen la fabricación del pigmento de efecto anterior y un procedimiento para aumentar el croma de un pigmento de efecto como se describe anteriormente.

El procedimiento para fabricar el pigmento de efecto comprende: revestir una lámina con un revestimiento óptico que comprende las etapas de:

depositar una primera capa de material con alto índice de refracción sobre la lámina;

depositar una segunda capa con alto índice de refracción; y depositar un tercer material difundido después de depositar la primera capa con alto índice de refracción y antes de depositar la segunda capa con alto índice de refracción o codepositar el tercer material difundido durante la deposición o la primera capa con alto índice de refracción o segunda capa con alto índice de refracción y el tercer material difundido depositado se difunde al 100% en una cualquiera o ambas de la primera capa con alto índice de refracción y la segunda capa con alto índice de refracción a condición de que el tercer material difundido sea diferente de las primeras y segundas capas con alto índice de refracción.

El procedimiento para aumentar un croma en un tinte dado para el pigmento de efecto incluye revestir una lámina con un revestimiento óptico que comprende las etapas de:

depositar una primera capa con alto índice de refracción en la lámina;

depositar una segunda capa con alto índice de refracción; y

depositar un tercer material difundido después de depositar la primera capa con alto índice de refracción y antes de depositar la segunda capa con alto índice de refracción o codepositar el tercer material difundido durante la deposición de la primera o segunda capa con alto índice de refracción y el tercer material difundido depositado se difunde al 100% en una cualquiera o ambas de la primera capa con alto índice de refracción y la segunda capa con alto índice de refracción a condición de que el tercer material difundido sea diferente de las primeras y segundas capas con alto índice de refracción.

Breve descripción de los dibujos

La Figura 1A es una Microscopía Electrónica de Transmisión de Alta Resolución (TEM) de una sección transversal del pigmento de efecto del Ejemplo 2.

La Figura 1 B es una Espectroscopia de Rayos X de Dispersión de Energía (EDXS) en tándem con la TEM de una sección transversal del pigmento de efecto que se muestra en la Fig. 1A.

La Figura 2A es una Micrografía Electrónica de Transmisión de Alta Resolución (TEM) de una sección transversal del pigmento de efecto preparado en el Ejemplo 8, con un aumento de 200.000.

La Figura 2B es una imagen de Espectroscopia de Rayos X de Dispersión de Energía (EDXS) en tándem con la TEM de la sección transversal del pigmento de efecto que se muestra en la Fig. 2A.

La Figura 3A es una Micrografía Electrónica de Transmisión de Alta Resolución (TEM) de una sección transversal del pigmento de efecto preparado en el Ejemplo 9 con un aumento de 200.000.

La Figura 3B es una imagen de Espectroscopia de Rayos X de Dispersión de Energía (EDXS) en tándem con la TEM de una sección transversal del pigmento de efecto que se muestra en la Fig. 3A.

La Figura 4A es una Micrografía Electrónica de Transmisión de Alta Resolución (TEM) de una sección transversal del pigmento de efecto preparado en el Ejemplo 13 con un aumento de 200.000.

La Figura 4B son imágenes de Espectroscopia de Rayos X de Dispersión de Energía (EDXS) en tándem con la TEM de una sección transversal del pigmento de efecto que se muestra en la Fig. 4A.

La Figura 5A muestra una vista en sección transversal del pigmento de efecto de la presente invención que tiene una difusión parcial que incluye bolsas de un tercer material difundido.

La Figura 5B muestra una vista en sección transversal del pigmento de efecto de la presente invención que tiene una difusión completa del tercer material difundido en la primeras y segundas capas.

Descripción detallada

Las Figuras 1-5 muestran un pigmento de efecto que incluye un sustrato 4, que tiene un revestimiento óptico 11 sobre el mismo.

El sustrato 4 es un sustrato de lámina o laminar que tiene un diámetro que es mayor que el espesor del sustrato, tal como láminas (escamas). Un sustrato de láminas incluye sustratos laminados, tipo lámina y tipo escama.

La lámina es generalmente un sustrato de láminas, y no es esférica. En un ejemplo, la dimensión más grande del sustrato de láminas oscila de aproximadamente 1 µm (micrómetro) a aproximadamente 1 mm (milímetros).

El diámetro se define, por ejemplo, como la distribución del tamaño de partícula d_{50} determinada mediante dispersión de luz estática usando un Hydo2000S Malvern Mastersizer®.

Existen ventajas especiales en la formación de un pigmento de efecto que tiene un d_{50} de aproximadamente 15 micrómetros o menos con el presente procedimiento. El presente procedimiento para formar el revestimiento óptico de croma más alto es ventajoso para sustratos de aproximadamente 15 micrómetros o menos porque, a diferencia de la formación típica de capas con alto/bajo índice de refracción en dichos sustratos, el presente procedimiento minimiza la aglomeración.

Por lo tanto, el pigmento de efecto se puede formar usando un diámetro de láminas (d_{50}) de aproximadamente 15 micrómetros o menos, por ejemplo, de aproximadamente 15 micrómetros a 1 micrómetro.

El sustrato puede ser transparente o no transparente.

Los ejemplos de sustratos de láminas adecuados incluyen materiales laminados tal como óxido de aluminio, vidrio laminado, perlita, aluminio, mica natural, mica sintética, oxicloruro de bismuto, óxido de hierro laminado, grafito laminado, sílice laminado, bronce, acero inoxidable, perlas naturales, nitruro de boro, escamas de cobre, escamas de aleaciones de cobre, escamas de cinc, escamas de aleaciones de cinc, óxido de cinc, esmalte, arcilla china, porcelana, óxido de titanio, dióxido de titanio laminado, subóxido de titanio, zeolitas, talco, caolín, escamas de cerámica sintética y sus combinaciones.

En una realización, el sustrato se puede seleccionar del grupo que consiste en mica natural, mica sintética, perlita, vidrio laminado, oxicloruro de bismuto y aluminio. La mica (natural y sintética) es de especial importancia.

Como se definió anteriormente, el sustrato puede estar tratado o no tratado. Por ejemplo, el sustrato se puede tratar con óxido de estaño como un rutilo conductor para la primera capa con alto índice de refracción. Por ejemplo, el sustrato se puede tratar con prácticamente cualquier agente, tal como siliconas y agentes de acoplamiento. Alternativamente, el sustrato se puede tratar mecánicamente para alisar la superficie, o se puede tratar con plasma o

radiación para activar la superficie antes de la aplicación del revestimiento óptico.

Las Figuras 1-5 muestran el sustrato 4 revestido con un revestimiento óptico 11. El revestimiento óptico 11 incluye dos capas adyacentes, diferentes y separadas, con alto índice de refracción, 1 y 2, respectivamente, y un tercer material difundido 3 que tiene un intervalo de difusión entre el 100% y la difusión parcial en una o ambas de las primeras y segundas capas con alto índice de refracción 1 y 2, respectivamente. Cada una de las capas con alto índice de refracción es una capa diferente y separada que se extiende desde la superficie de interfaz respectiva a la superficie remota con material entre ellas.

El revestimiento óptico 11 tiene un espesor físico total después de la calcinación. Dicho espesor físico total incluye el espesor de la primera capa con alto índice de refracción 1, el espesor de la segunda capa con alto índice de refracción 2, y el tercer material difundido 5 en una o ambas de las primeras y segundas capas con alto índice de refracción que incluye cualquier bolsa discontinua 3 de tercer material difundido entre la primera y la segunda capa con alto índice. El espesor físico total se mide en un lado del sustrato de láminas. Como tal, el espesor físico total es equivalente a la distancia desde la superficie remota 8 de la primera capa con alto índice de refracción 1 más cercana a la superficie de la lámina 4 a una superficie remota 9 de la segunda capa con alto índice de refracción 2 más alejada de la superficie del sustrato de láminas 4. El espesor físico total después de la calcinación del revestimiento óptico oscila de aproximadamente 10 nm a aproximadamente 700 nm. En otros ejemplos, el espesor físico total después de la calcinación del revestimiento óptico oscila de aproximadamente 15 nm a aproximadamente 600 nm, o de aproximadamente 20 nm a aproximadamente 550 nm. El espesor de revestimiento óptico anterior después de la calcinación oscila de aproximadamente 15 nm a aproximadamente 600 nm o de aproximadamente 20 nm a aproximadamente 550 nm y no incluye, por ejemplo, una capa protectora externa formada sobre el pigmento de efecto, capas adicionales formadas antes o después de las deposiciones de las primeras y segundas capas con alto índice de refracción anteriores.

Cada capa con alto índice de refracción se forma a partir de un material o materiales con un índice de refracción mayor que aproximadamente 1,65. En una realización, las primeras y segundas capas con índice de refracción son del mismo material, y en otra realización, las primeras y segundas capas con índice de refracción son de materiales diferentes. Los ejemplos de las primeras y/o segundas capas con índice de refracción incluyen SnO_2, TiO_2, Cr_2O_3, ZnO, ZrO_2, óxidos de hierro (por ejemplo, Fe_3O_4, Fe_2O_3), óxidos de cobre, óxidos de cobalto, óxidos de manganeso, alúmina y sus mezclas.

En un ejemplo, el revestimiento óptico incluye Fe_2O_3 como la primera capa con alto índice de refracción, Fe_2O_3 como la segunda capa con alto índice de refracción, y Al_2O_3, SnO_2, SiO_2, o sus mezclas como el tercer material difundido que tiene una difusión al 100% en una o ambas de las primeras y segundas capas con alto índice de refracción. En otro ejemplo específico, el revestimiento óptico incluye TiO_2 rutilo o anatasa como la primera capa con alto índice de refracción, TiO_2 rutilo o anatasa como la segunda capa con alto índice de refracción, y SiO_2 o SnO_2 como el tercer material difundido. En cualquiera de estos ejemplos, se puede usar cualquiera de los materiales de lámina como el sustrato.

En otro ejemplo, la primera capa con alto índice de refracción y la segunda capa con alto índice de refracción se seleccionan del grupo que consiste en TiO_2 (rutilo o anatasa), Fe_2O_3, y sus mezclas con SiO_2, SnO_2 o Al_2O_3) como el tercer material difundido. De este modo, una realización prevé un pigmento de efecto que comprende una lámina revestida con un revestimiento óptico en el que el revestimiento óptico es al menos tal que:

las primeras o segundas capas con alto índice de refracción son Fe_2O_3;

las primeras o segundas capas con alto índice de refracción son TiO_2;

las primeras y segundas capas con alto índice de refracción son Fe_2O_3 o

las primeras y segundas capas con alto índice de refracción son TiO_2.

Cada una de las capas con alto índice de refracción (1 y 2) es una capa separada y diferente como se define que se extiende entre una superficie de interfaz (6 y 7, respectivamente) a una superficie remota (8 y 9, respectivamente).

Las superficies remotas son las superficies lejanas (superficies no adyacentes) de las primeras capas con alto índice de refracción 1 y las segundas capas con alto índice de refracción 2. Las Figuras 5A y 5B muestran la primera superficie remota 8 de la primera capa con índice de refracción 1 más cercana al sustrato 4 y la segunda superficie remota 9 de la segunda capa con índice de refracción 2 más alejada del sustrato.

Además, cada capa con alto índice de refracción también incluye una superficie de interfaz que es opuesta a y está separada de la superficie remota. La primera capa con alto índice de refracción 1 y la segunda capa con alto índice de refracción 2 son adyacentes entre sí en sus respectivas superficies de interfaz, 6 y 7, respectivamente. La segunda capa con alto índice de refracción 2 se forma sobre la superficie de interfaz 6 de la primera capa con alto índice de refracción 1 y no existe la capa distinta o separada entre las primeras y segundas capas con alto índice de refracción, 1 y 2, respectivamente.

Las Figuras 5A y 5B muestran la primera superficie de interfaz 6 de la primera capa con alto índice de refracción 1 adyacente a la segunda superficie de interfaz 7 de la segunda capa con alto índice de refracción 2. La primera superficie de interfaz 6 es adyacente a y está en contacto con la segunda superficie de interfaz 7 en un número de puntos. La Figura 5B muestra la dispersión completa del tercer material difundido 5 en la primera capa con alto índice de refracción 1 y la segunda capa con alto índice de refracción 2, y las superficies de interfaces, 6 y 7, respectivamente, están continuamente en contacto y son adyacentes entre sí en todos los puntos. La Figura 5A muestra bolsas discontinuas 3 del tercer material difundido 5 entre la primera superficie de interfaz 6 y la segunda superficie de interfaz 7. Las primeras y segundas superficies de interfaz, 6 y 7, respectivamente, se tocan en varios puntos y envuelven el tercer material difundido 5 entre sí, lo que forma burbujas o bolsas individuales 3 del tercer material difundido 5 entre las superficies de interfaz 6 y 7, como se muestra en las Figuras 5A y 3B.

Las Figuras muestran el tercer material difundido 5 que tiene un intervalo de difusión entre difundido al 100% (de acuerdo con la invención) a parcialmente difundido en una o ambas de las primeras y segundas capas con alto índice de refracción, 1 y 2, respectivamente.

El tercer material difundido 5 es un óxido y puede ser SiO_2 o un material de óxido metálico que es diferente de la primera capa con alto índice de refracción 1 y la segunda capa con alto índice de refracción 2.

Algunos ejemplos del óxido adecuado para usar como tercer material difundido incluyen Al_2O_3, SnO_2, SiO_2, óxidos de cobalto, óxido de magnesio, óxido de manganeso, óxidos de cobre, óxidos de hierro (es decir, Fe_2O_3, Fe_3O_4), B_2O_3, TiO_2, Cr_2O_3, ZnO, ZrO_2, y sus mezclas, por ejemplo, Al_2O_3, SnO_2, SiO_2, óxidos de cobalto, óxido de magnesio, óxido de manganeso, B_2O_3, TiO_2, ZnO y ZrO_2.

El tercer material difundido 5 está presente en el revestimiento óptico 11 en una cantidad que oscila de aproximadamente 0,5% en peso a aproximadamente 11% en peso, en el que el % en peso se basa en el peso total del revestimiento óptico sobre el sustrato de lámina. Por ejemplo, el tercer material difundido 5 está presente en el revestimiento óptico en una cantidad que oscila de aproximadamente 1% en peso a aproximadamente 9% en peso, que oscila de aproximadamente 1,5% en peso a aproximadamente 8% en peso en el que el % en peso se basa en el peso total del revestimiento óptico en el sustrato de lámina.

Como tal, este intervalo de % en peso es aplicable para Al_2O_3, SnO_2, SiO_2, B_2O_3, TiO_2, Fe_2O_3, Cr_2O_3, ZnO, ZrO_2, óxidos de cobalto, óxido de magnesio, óxido de manganeso, óxidos de cobre, óxidos de hierro, y sus mezclas, por ejemplo, SiO_2, SnO_2, Al_2O_3 o sus mezclas como el tercer material difundido.

El tercer material difundido 5 está presente en el revestimiento óptico 11 difundido en uno o en ambas capas con alto índice de refracción 1 y 2 con o sin bolsas 3 del tercer material difundido 5 en función de la cantidad de difusión. La difusión del tercer material difundido 5 es la migración del tercer material difundido 5 en una o ambas de las capas adyacentes de las primeras capas con alto índice de refracción 1 y/o segundas capas con alto índice de refracción 2 de modo que el tercer material difundido 3 se vuelve parte de la capa con alto índice de refracción entre la capa de interfaz y la capa remota de dicha capa con alto índice de refracción. El intervalo de difusión del tercer material difundido es difusión al 100% sin bolsas de tercer material difundido concentrado. El intervalo de difusión se determina mediante Micrografía Electrónica de Transmisión de Alta Resolución (TEM-aumento 200.000) y/o una Espectroscopia de Rayos X de Dispersión de Energía (EDXS) en sección transversal en tándem con TEM del pigmento de efecto calcinado. La dirección de difusión o desplazamiento del tercer material difundido es desde las superficies de interfaz, 6 y/o 7, de las capas adyacentes con alto índice de refracción 1 y/o 2 hacia las superficies remotas 8 y/o 9. Esto se muestra en las Figuras 1 B, 2B, 3B, y 4B que muestran las imágenes en sección transversal del pigmento de efecto calcinado usando EDXS en tándem con TEM. La Figura 1B muestra gráficamente la distribución de silicio en las superficies de interfaz de las primeras y segundas capas con alto índice de refracción hacia las superficies remotas. Cabe señalar la difusión de silicio en la segunda capa con alto índice de refracción de TiO_2 indicada por el elemento 10.

El intervalo de difusión del tercer material difundido 5 afecta la naturaleza de las capas con alto índice de refracción 1 y 2, y a su vez afecta las propiedades ópticas del pigmento de efecto resultante. Como ejemplos, el tercer material difundido 5 afecta la forma en que una o ambas de las capas con alto índice de refracción se depositan en una lámina o sustrato y/o la forma en que una o ambas de las capas con alto índice de refracción interactúan cuando se calcinan. En general, el tercer material difundido 5 afecta las propiedades ópticas, en particular el croma, del pigmento de efecto resultante.

La difusión parcial del tercer material difundido 5 puede producir bolsas discontinuas 3 del tercer material difundido 5 debido al hecho de que el tercer material difundido 5 no está difundido al 100% en una o ambas de las primeras y segundas capas con alto índice de refracción 1 y 2, respectivamente.

La Figura 3B muestra unas pocas bolsas aisladas e independientes o discontinuas 3 del tercer material difundido concentrado 5 entre las superficies de interfaz 6 y 7. Las bolsas discontinuas 3 no son una capa separada que se extiende continuamente entre la primera capa con alto índice de refracción 1 y la segunda capa con alto índice de refracción 2. En efecto, las bolsas discontinuas 3 del tercer material difundido concentrado no son una capa en absoluto, dado que una capa continua no puede proporcionar los beneficios que se describen en la presente

memoria.

También se contempla que el revestimiento óptico puede además incluir capas adicionales, tal como capas con alto índice de reflexión o con bajo índice de refracción, por encima o por debajo de la primera superficie remota 8 o la segunda superficie remota 9. Además, se puede añadir un revestimiento de tratamiento transparente o superficial como capa superior para proteger el pigmento de efecto contra la intemperie y similares. También es posible apilar múltiples capas de revestimiento óptico 11 una encima de la otra.

Todos los ejemplos de los pigmentos de efecto desvelados en la presente memoria se pueden incorporar en una variedad de productos y usarse en una variedad de aplicaciones. Como ejemplos, los pigmentos de efecto se pueden incluir en pinturas, tintas para inyección de tinta u otras tintas de impresión, revestimientos, revestimientos para uso en automotores, plásticos, formulaciones cosméticas y esmaltes para cerámicas o composiciones de vidrio.

Por lo tanto, el pigmento de efecto puede comprender el sustrato de lámina y un revestimiento óptico que tiene, por ejemplo, las siguientes estructuras.

Fe_2O_3/difusión al 100% de Al_2O_3/Fe_2O_3;

Fe_2O_3/difusión al 100% de SnO_2/Fe_2O_3;

Fe_2O_3/difusión al 100% de SiO_2/Fe_2O_3;

TiO_2 (rutilo o anatasa)/difusión al 100% de Al_2O_3/Fe_2O_3;

Fe_2O_3/difusión al 100% de Al_2O_3/TiO_2 (rutilo o anatasa);

Fe_2O_3/difusión al 100% de SnO_2/TiO_2 (rutilo o anatasa);

TiO_2 (rutilo o anatasa)/difusión al 100% de SnO_2/Fe_2O_3;

Fe_2O_3/difusión al 100% de SiO_2/TiO_2 (rutilo o anatasa);

TiO_2 (rutilo o anatasa)/ difusión al 100% de SiO_2/Fe_2O_3;

TiO_2 rutilo/difusión al 100% de SiO_2/TiO_2 rutilo;

TiO_2 (rutilo o anatasa)/difusión al 100% de SnO_2/TiO_2 (rutilo o anatasa);

y

TiO_2 (rutilo o anatasa)/difusión al 100% de Al_2O_3/TiO_2 (rutilo o anatasa).

La expresión "difusión entre el 100% a difusión parcial del tercer material difundido" no indica una capa como se explicó anteriormente, sino que es una forma abreviada de decir que el tercer material difundido tiene un intervalo de difusión entre el 100% a difusión parcial desde las interfaces 6 y/o 7 de las primeras o segundas capas con alto índice de refracción hacia las superficies remotas 8 y/o 9 de las capas con alto índice de refracción.

Procedimiento de fabricación de los pigmentos de efecto

Los pigmentos de efecto desvelados en la presente memoria se fabrican mediante el revestimiento de una lámina 4 con un revestimiento óptico 11. También se contempla que la lámina se pueda pretratar con un revestimiento y después revestir posteriormente con el revestimiento óptico de la invención 11. Por lo tanto, el revestimiento óptico de la invención 11 puede estar en contacto directo o no con la superficie de la lámina, pero en cambio puede estar en una lámina pretratada o lámina pre-revestida. El procedimiento para formar el revestimiento óptico de la invención puede implicar precipitación, coprecipitación o deposición química de vapor (CVD). Por lo tanto, el uso del término "deposición" abarca precipitación, coprecipitación y deposición química de vapor.

Se describe a continuación un ejemplo de una precipitación acuosa.

Se prepara una suspensión acuosa que incluye la lámina. En un ejemplo, la suspensión acuosa incluye agua y la lámina. Esta suspensión se puede calentar y agitar. El pH de la suspensión se puede ajustar a un pH predeterminado, dependiendo del material a precipitar sobre la lámina (es decir, diferentes precursores de las primeras o segundas capas con alto índice de refracción o tercer material difundido se pueden formar a diferentes pH). Este ajuste del pH se puede hacer mediante la adición de un ácido o base adecuado a la suspensión acuosa. Después del ajuste del pH, el pH de la suspensión puede oscilar de aproximadamente 1 a aproximadamente 12.

Al pH adecuado que depende del material a precipitar, la primera capa con alto índice de refracción se precipita sobre la lámina en la suspensión acuosa. Se puede añadir un precursor de la primera capa con alto índice de refracción a la suspensión acuosa, y se puede mantener el pH adecuado añadiendo una base/ácido adecuado. Como ejemplos, una solución acuosa de $TiCl_4$ (por ejemplo, 40%) puede ser un precursor adecuado para TiO_2, y

una solución acuosa de $FeCl_3$ (por ejemplo, 39%) puede ser un precursor adecuado para Fe_2O_3. El precursor se puede añadir a una tasa adecuada mientras se mantiene el pH. La primera capa con alto índice de refracción reviste la lámina del precipitado u óxido metálico formado.

Cuando se forma una cantidad deseable del precipitado, el pH se puede ajustar hacia arriba o hacia abajo al pH adecuado para introducir el precursor del tercer material difundido a la suspensión. Se puede usar un ácido adecuado (por ejemplo, HCl, H_2SO_4) para bajar el pH, y se puede usar una base adecuada (por ejemplo, NaOH) para elevar el pH. Al pH adecuado, se añade un precursor al tercer material difundido a la suspensión acuosa. La cantidad del precursor añadido y el tiempo de precipitación pueden depender, al menos en parte, de los materiales usados en el procedimiento y del intervalo de difusión deseado. En algunos ejemplos del procedimiento, puede ser deseable elevar el pH cuando se usa un precursor de un tercer material difundido de SiO_2 o un precursor de un tercer material difundido de Al_2O_3, y puede ser deseable bajar el pH cuando se usa un precursor del tercer material difundido de SnO_2.

Cuando se añade una cantidad deseable de tercer material difundido a la suspensión, el pH después se puede ajustar nuevamente al pH adecuado o a un valor cercano. A este pH, el tercer material difundido se puede precipitar sobre la primera capa con alto índice de refracción. El precipitado, un precursor de la segunda capa con alto índice de refracción, se puede añadir a la suspensión acuosa, y el pH se puede mantener mediante la adición de una base/ácido adecuado. El precursor se puede añadir a una tasa adecuada mientras se mantiene el pH. La segunda capa con alto índice de refracción se forma sobre la primera capa con alto índice de refracción.

Cuando se logra un matiz final deseable del pigmento de efecto, la suspensión se puede filtrar, y los sólidos resultantes se pueden lavar y calcinar. A lo largo del procedimiento, la suspensión acuosa se puede agitar.

Aunque el ejemplo anterior describe un procedimiento particular de precipitación acuosa y secuencias de adiciones, las realizaciones del pigmento de efecto se pueden lograr mediante un número de procedimientos bien conocidos en la técnica, tal como deposición química de vapor, precipitación acuosa (como se menciona anteriormente) y coprecipitación a condición de que se logre la estructura definida por el revestimiento óptico. Por ejemplo, la adición del tercer material difundido puede llevarse a cabo después de depositar la primera capa con alto índice de refracción y antes de precipitar la segunda capa con alto índice de refracción. Alternativamente, la adición del tercer material difundido puede llevarse a cabo durante la deposición de la primera o segunda capa con alto índice de refracción. El tercer material de óxido difundido tiene un intervalo de difusión de 100% a difusión parcial en la primera capa con alto índice de refracción y/o la segunda capa con alto índice de refracción después de la precipitación y/o después de la calcinación. El procedimiento desvelado en la presente memoria también se puede usar para aumentar el croma de un pigmento de efecto en un tinte determinado.

Por consiguiente, la presente memoria descriptiva describe un procedimiento para fabricar un pigmento de efecto que comprende:

revestir una lámina con un revestimiento óptico que comprende las etapas de:

depositar una primera capa con alto índice de refracción sobre la lámina;

depositar una segunda capa con alto índice de refracción; y

depositar un tercer material difundido después de depositar la primera capa con alto índice de refracción y antes de depositar la segunda capa con alto índice de refracción

o codepositar un tercer material difundido durante la deposición de la primera o segunda capa con alto índice de refracción el tercer material difundido depositado tiene un intervalo de difusión entre el 100% a difusión parcial en una cualquiera o ambas de la primera capa con alto índice de refracción y la segunda capa con alto índice de refracción,

a condición de que el tercer material difundido sea diferente de las primeras y segundas capas con alto índice de refracción.

En el procedimiento anterior para fabricar el pigmento de efecto de la invención, las primeras y segundas capas con alto índice de refracción se forman a partir de materiales con alto índice que tienen un índice de refracción de aproximadamente > 1,65, por ejemplo las primeras y segundas capas con alto índice de refracción se seleccionan de modo independiente del grupo que consiste en SnO_2, TiO_2, Cr_2O_3, ZnO, ZrO_2, óxidos de hierro (tal como Fe_3O_4, Fe_2O_3), óxidos de cobre, óxidos de cobalto, óxidos de manganeso, alúmina, y sus mezclas;

el tercer material difundido es SiO_2 o un óxido metálico, por ejemplo, el tercer material difundido se selecciona del grupo que consiste en Al_2O_3, SnO_2, SiO_2, óxidos de cobalto, óxido de magnesio, óxido de manganeso, óxidos de cobre, óxidos de hierro (es decir, Fe_2O_3, Fe_3O_4), B_2O_3, TiO_2, Cr_2O_3, ZnO, ZrO_2, y sus mezclas.

Una realización importante es cuando el tercer material es SnO_2, SiO_2 o Al_2O_3 y las primeras y las segundas capas con alto índice de refracción son Fe_2O_3 o TiO_2.

Además, como se explicó anteriormente, se desvela un procedimiento para aumentar un croma a un tinte determinado para un pigmento de efecto, que comprende:

revestir una lámina con un revestimiento óptico que comprende las etapas de:

depositar una primera capa con alto índice de refracción sobre el sustrato de lámina;

depositar una segunda capa con alto índice de refracción;

y

depositar un tercer material difundido después de depositar la primera capa con alto índice de refracción y antes de depositar la segunda capa con alto índice de refracción o codepositar el tercer material difundido durante la deposición de la primera o segunda capa con alto índice de refracción y el tercer material difundido depositado tiene difusión al 100% en una cualquiera o ambas de la primera capa con alto índice de refracción y la segunda capa con alto índice de refracción,

a condición de que el tercer material difundido sea diferente de las primeras y segundas capas con alto índice de refracción.

En el procedimiento anterior para aumentar un croma en un tinte determinado, las primeras y segundas capas con alto índice de refracción se forman a partir de materiales con alto índice que tienen un índice de refracción de aproximadamente > 1,65, por ejemplo, los primeros y segundos materiales con alto índice de refracción se seleccionan de modo independiente del grupo que consiste en SnO_2, TiO_2, Cr_2O_3, ZnO, ZrO_2, óxidos de hierro (tal como Fe_3O_4, Fe_2O_3), óxidos de cobre, óxidos de cobalto, óxidos de manganeso, alúmina, y sus mezclas;

el tercer material difundido es SiO_2 o un óxido metálico, por ejemplo, el tercer material difundido se selecciona del grupo que consiste en Al_2O_3, SnO_2, SiO_2, óxidos de cobalto, óxido de magnesio, óxido de manganeso, óxidos de cobre, óxidos de hierro (es decir, Fe_2O_3, Fe_3O_4), B_2O_3, TiO_2, Cr_2O_3, ZnO, ZrO_2, y sus mezclas. El tercer material difundido es especialmente SnO_2, SiO_2 o Al_2O_3 y las primeras y las segundas capas con alto índice de refracción son Fe_2O_3 o TiO_2.

En ambos procedimientos descritos anteriormente cuando se usa precipitación en lugar de CVD, las primeras y segundas capas con alto índice de refracción y el tercer material difundido se llevan a cabo en condiciones de pH propicias para la precipitación del material particular, que variarán de acuerdo con el material precipitado.

Cuando sea adecuado, se puede aplicar una capa protectora por encima del segundo material con alto índice de refracción. A modo de ejemplo, la capa (protectora) de SiO_2 se puede aplicar por encima de la capa de TiO_2 (segunda capa con alto índice de refracción). En este ejemplo, se puede usar el siguiente procedimiento. Una solución sódica de silicato de sodio se dosifica en una suspensión del material siendo revestido, tal suspensión se ha calentado a aproximadamente 50 °C-100 °C, especialmente 70 °C-80 °C. El pH se mantiene de 4 a 10, preferentemente de 6,5 a 8,5, mediante la adición simultánea de ácido clorhídrico al 10% (HCl). Después de la adición de la solución de silicato de sodio, se lleva a cabo agitación durante 30 minutos.

Para mejorar la estabilidad a la intemperie y a la luz, las escamas/pigmentos de efecto revestidos (con múltiples capas) se pueden someter, dependiendo del campo de aplicación, a un tratamiento de superficie. El tratamiento de superficie puede facilitar la manipulación del pigmento, especialmente su incorporación en diversas composiciones para diversas aplicaciones.

Dependiendo del procedimiento de acondicionamiento o la aplicación prevista, puede ser ventajoso añadir ciertas cantidades de agentes mejoradores de la textura al pigmento de efecto antes o después del procedimiento de acondicionamiento, a condición de que esto no tenga un efecto adverso sobre el uso de los pigmentos de efecto para colorear diversas composiciones para diversas aplicaciones. Los agentes adecuados incluyen ácidos grasos que contienen al menos 18 átomos de carbono, por ejemplo, ácido esteárico o behénico, o amidas o sales metálicas de los mismos, especialmente sales de magnesio, y también plastificantes, ceras, ácidos de resina, tal como ácido abiético, jabón de rosina, alquilfenoles o alcoholes alifáticos, tal como alcohol estearílico, o compuestos 1,2-dihidroxi alifáticos que contienen de 8 a 22 átomos de carbono, tal como 1,2-dodecanodiol, y también resinas de maleato de colofonia modificadas o resinas de colofonia de ácido fumárico. Los agentes mejoradores de la textura se añaden en cantidades que oscilan de 0,1 a 30% en peso, especialmente de 2 a 15% en peso, en base al producto final.

Para ilustrar adicionalmente la presente divulgación, se dan ejemplos en la presente memoria. Se debe comprender que estos ejemplos se proporcionan con fines ilustrativos y no se deben interpretar como limitantes del ámbito de la presente divulgación.

Ejemplos

Ejemplo 1

Una suspensión acuosa al 6,5% que contiene 130 g de escamas de mica (tamaño de partícula promedio de aproximadamente 20 µm) se calentó a 82 ºC y se agitó. El pH de la suspensión se ajustó a 1,6 con HCl al 28%. Después, se añadieron 15 g de $SnCl_4$•$5H_2O$ al 20% a una tasa de 2,0 g/min mientras que el pH se mantuvo a 1,60 mediante la adición de NaOH al 10%. La suspensión se dejó agitar durante 30 minutos. Después se añadió $TiCl_4$ al 40% a una tasa de 2,0 g/min mientras que el pH se mantuvo a 1,50 mediante la adición de NaOH al 35%. En el matiz perla deseado, el pH de la suspensión se elevó a 7,8 con NaOH al 35%. Después, se añadieron 150 g de Na_2SiO_3•$5H_2O$ al 20% a una tasa de 2,0 g/min mientras que el pH se mantuvo a 7,80 mediante la adición de HCl al 28%. Después de completar la adición de Na_2SiO_3•$5H_2O$ al 20%, el pH de la suspensión se ajustó a 1,7 con HCl al 28%. Después, se añadieron 28 g de $SnCl_4$•$5H_2O$ al 20% a una tasa de 2,0 g/min mientras que el pH se mantuvo a 1,70 mediante la adición de NaOH al 10%. La suspensión se dejó agitar durante 30 minutos. Después se añadió $TiCl_4$ al 40% a una tasa de 2,0 g/min mientras que el pH se mantuvo a 1,50 mediante la adición de NaOH al 35%.

En el matiz deseado, se filtraron 50 ml de la suspensión, y la torta de prensa se lavó con agua y se calcinó a 850 °C durante 20 minutos. La muestra se extrajo para la medición del color. El tinte resultante fue 322 y el croma fue 79. El % en peso de SiO_2 sobre la base del peso total del revestimiento óptico calcinado en los pigmentos de efecto del Ejemplo 1 fue de 7,4%.

Ejemplo 2

El Ejemplo 2 se llevó a cabo con el mismo procedimiento expuesto en el Ejemplo 1, con la excepción de que se añadieron 75 g de $Na_2SiO_3 \cdot 5H_2O$ al 20%. En el matiz deseado, se filtraron 50 ml de la suspensión, y la torta de prensa se lavó con agua y se calcinó a 850 °C durante 20 min. La muestra se extrajo para la medición del color. El tinte resultante fue 321 y el croma fue 79,5. El % en peso de SiO_2 sobre la base del peso total del revestimiento óptico calcinado en los pigmentos de efecto del Ejemplo 2 fue de 3,7%.

El pigmento de efecto preparado en el Ejemplo 2 se añadió a una laca de acetato al 5% en peso, se secó, y después se cortó transversalmente para obtener una muestra en sección transversal, que se examinó mediante Microscopía Electrónica de Transmisión de Alta Resolución (TEM). Esta imagen se muestra en la Fig. 1A. La misma muestra también se examinó mediante Espectroscopia de Rayos X de Dispersión de Energía (EDXS) para examinar la distribución de los diversos elementos revestidos sobre la mica. El gráfico de la porción elemental se muestra en la Fig. 1B y muestra claramente que el SiO_2 se difunde al menos parcialmente dentro de la capa con alto índice de refracción de TiO_2.

La micrografía TEM en la Figura 1A, muestra la estructura de grano de las primeras y segundas capas de material con alto índice de refracción (TiO_2) (1 y 2) en el sustrato de mica. La porción elemental de EDXS (Figura 1B) muestra que el tercer material difundido de SiO_2 no existe como una capa diferente entre el primer y el segundo material con alto índice de refracción, sino más bien como difundido en la segunda capa con alto índice de refracción. En consecuencia, el tercer material difundido se difunde al menos parcialmente en uno de los primeros y segundos materiales con alto índice de refracción.

Ejemplo 3

El Ejemplo 3 se llevó a cabo con el mismo procedimiento expuesto en el Ejemplo 1, con la excepción de que se añadieron 50 g de $Na_2SiO_3 \cdot 5H_2O$ al 20%. En el matiz deseado, se filtraron 50 ml de la suspensión, y la torta de prensa se lavó con agua y se calcinó a 850 °C durante 20 min. La muestra se extrajo para la medición del color. El tinte resultante fue 324 y el croma fue 75. El % en peso de SiO_2 sobre la base del peso total del revestimiento óptico calcinado en los pigmentos de efecto del Ejemplo 2 fue de 2,5%.

Ejemplo 4

El Ejemplo 4 se llevó a cabo con el mismo procedimiento expuesto en el Ejemplo 1, con la excepción de que se añadieron 25 g de $Na_2SiO_3 \cdot 5H_2O$ al 20%. En el matiz deseado, se filtraron 50 ml de la suspensión, y la torta de prensa se lavó con agua y se calcinó a 850 °C durante 20 min. La muestra se extrajo para la medición del color. El tinte resultante fue 322 y el croma fue 76. El % en peso de SiO_2 sobre la base del peso total del revestimiento óptico calcinado en los pigmentos de efecto del Ejemplo 3 fue de 1,2%.

Ejemplo Comparativo 4

El Ejemplo Comparativo 4 se llevó a cabo con el mismo procedimiento expuesto en el Ejemplo 1, con la excepción de que no se añadió $Na_2SiO_3 \cdot 5H_2O$ al 20%, y el pH no se elevó a 7,8. En el matiz deseado, se filtraron 50 ml de la suspensión, y la torta de prensa se lavó con agua y se calcinó a 850 °C durante 20 min. La muestra comparativa se extrajo para la medición del color. El tinte resultante fue 324 y el croma fue 72.

Los resultados de croma para los Ejemplos 1-4 y el Ejemplo Comparativo 4 ilustran que se puede obtener un croma más alto cuando el SiO_2 desvelado en la presente memoria está al menos parcialmente difundido en una o ambas de las capas con alto índice de refracción.

Ejemplo 5

El Ejemplo 5 se llevó a cabo con el mismo procedimiento expuesto en el Ejemplo 1, con la excepción de que se añadieron 125 g de $Na_2SiO_3 \cdot 5H_2O$ al 20%. En el matiz deseado, se filtraron 50 ml de la suspensión, y la torta de prensa se lavó con agua y se calcinó a 850 °C durante 20 min. La muestra se extrajo para la medición del color. El tinte resultante fue 325,2. El % en peso de SiO_2 sobre la base del peso total del revestimiento óptico calcinado en los pigmentos de efecto del Ejemplo 5 fue de 6,1 %.

Ejemplo 6

El Ejemplo 6 se llevó a cabo con el mismo procedimiento expuesto en el Ejemplo 1, con la excepción de que se añadieron 50 g de $Na_2SiO_3 \cdot 5H_2O$ al 20%. En el matiz deseado, se filtraron 50 ml de la suspensión, y la torta de prensa se lavó con agua y se calcinó a 850 °C durante 20 min. La muestra se extrajo para la medición del color. El tinte resultante fue 324,6. El % en peso de SiO_2 sobre la base del peso total del revestimiento óptico calcinado en los pigmentos de efecto del Ejemplo 6 fue de 2,4%.

Los pigmentos de los Ejemplos 5 y 6 y el Ejemplo Comparativo 4 se expusieron a experimentos de calcinación adicionales. Cada una de las tortas de prensa de los Ejemplos 5 y 6 y del Ejemplo Comparativo 4 también se calcinaron a 625 °C durante 20 min. La Tabla 1 ilustra el tinte medido después de la calcinación a 850 °C, el tinte medido después de la calcinación a 625 °C y el tinte delta entre las dos temperaturas de calcinación.

Tabla 1

Muestra	Tinte después de 850 °C	Tinte después de 625 °C	Tinte Delta
Ej. Comp. 4	324	291	33
Ej. 5	325,2	315	10,2
Ej. 6	324,6	321	3,6

El tinte delta es indicativo de la cantidad de densificación que experimenta la muestra en la calcinación posterior. Un tinte delta grande indica que la muestra experimentó más contracción/densificación durante el procedimiento de calcinación adicional. Para los Ejemplos 5 y 6, la calcinación adicional no causó significativamente contracción/densificación adicional, mientras que para el Ejemplo Comparativo 4, la calcinación adicional causó significativamente contracción/densificación adicional. Como tal, los resultados mostrados en la Tabla 1 indican que una pequeña cantidad de SiO_2 (tercer material difundido) de los Ejemplos 5 y 6 permitió una deposición de TiO_2 más eficaz. En el Ejemplo Comparativo 4, en el que no se usó SiO_2, se observó un tinte delta mayor de la capa de TiO_2, con 33 grados de tinte entre las calcinaciones a 625 °C y 850 °C. Como tal, para lograr el espesor óptico deseado del revestimiento y el tinte después de la calcinación para el Ejemplo Comparativo 4, se debe usar aproximadamente un 19% más de la solución de $TiCl_4$.

Sobre la base de estos resultados, se puede concluir en este ejemplo que la pequeña cantidad de SiO_2 difundido permite obtener el espesor deseado del revestimiento óptico (espesor total de los primeros y segundos materiales con índice de refracción y el tercer material difundido), y, por lo tanto, el tinte deseado, con menos solución de $TiCl_4$ (u otra solución precursora) de la que sería necesaria para obtener el mismo espesor óptico y tinte deseado sin la difusión del tercer material difundido de SiO_2.

Ejemplo 7

Una suspensión acuosa al 5% que contiene 100 g de escamas de mica (tamaño de partícula promedio de aproximadamente 10 µm) se calentó a 82 ºC y se agitó. El pH de la suspensión se ajustó a 1,6 con HCl al 28%. Después, se añadieron 27 g de $SnCl_4 \bullet 5H_2O$ al 20% a una tasa de 0,8 g/min mientras que el pH se mantuvo a 1,60 mediante la adición de NaOH al 35%. La suspensión se dejó agitar durante 90 minutos antes de añadir $TiCl_4$ al 40% a una tasa de 1,1 g/min mientras que el pH se mantuvo a 1,60 mediante la adición de NaOH al 35%.

En el matiz de perla deseado, el pH de la suspensión se elevó a 7,8 con NaOH al 35%. Después, se añadieron 40 g de $Na_2SiO_3 \cdot 5H_2O$ al 20% a una tasa de 0,5 g/min mientras que el pH se mantuvo a 7,80 mediante la adición de HCl al 28%. Después de completar la adición de $Na_2SiO_3 \cdot 5H_2O$ al 20%, el pH de la suspensión se ajustó a 1,6 con HCl al 28%. Después, se añadieron 40 g de $SnCl_4 \cdot 5H_2O$ al 20% a una tasa de 0,5 g/min mientras que el pH se mantuvo a 1,60 mediante la adición de NaOH al 35%. La suspensión se dejó agitar durante 30 minutos antes de añadir $TiCl_4$ al 40% a una tasa de 1,1 g/min mientras que el pH se mantuvo a 1,60 mediante la adición de NaOH al 35%.

En el matiz deseado, se filtraron 60 ml de la suspensión, y la torta de prensa se lavó con agua y se calcinó a 850 °C durante 20 minutos. La muestra se extrajo para la medición del color. El tinte resultante fue 277 y el croma fue 68. El nivel de SiO_2 en los óxidos revestidos es de 1,48%. Sobre la base de la difracción de rayos X en polvo, 100% del TiO_2 está en la fase de rutilo.

Ejemplo Comparativo 7

Este ejemplo comparativo se realizó como en el Ejemplo 7, con la excepción de que no se añadió $SnCl_4 \cdot 5H_2O$ al 20% para la segunda capa de TiO_2 después de la adición de la solución de $Na_2SiO_3 \cdot 5H_2O$ al 20%.

El tinte resultante fue 276 y el croma fue 58. El nivel de SiO_2 en los óxidos revestidos es de 2,30%. Sobre la base de la difracción de rayos X en polvo, 72% del TiO_2 está en la fase de rutilo, y 28% del TiO_2 está en la fase de anatasa. Por lo tanto, la segunda capa de TiO_2 está en la fase de anatasa.

Ejemplo 8

Una suspensión acuosa al 5% que contiene 100 g de escamas de mica (tamaño de partícula promedio de aproximadamente 20 µm) se calentó a 82 ºC y se agitó. El pH de la suspensión se ajustó a 3,2 con HCl al 28%. Después, se añadió $FeCl_3$ al 39% a una tasa de 1,3 g/min mientras que el pH se mantuvo a 3,2 mediante la adición de NaOH al 35%.

En el matiz bronce deseado, el pH de la suspensión se elevó a 6,0 con NaOH al 35%, y la suspensión se enfrió a 30 °C. Después, se añadieron 25 g de $Na_2Al_2O_4$ al 20% a una tasa de 0,5 g/min mientras que el pH se mantuvo a 6,0 mediante la adición de H_2SO_4 al 25%. Después de completar la adición, el pH de la suspensión se ajustó a 3,2 con HCl al 28%, y la suspensión se calentó a 82 °C. Se añadió $FeCl_3$ al 39% a una tasa de 1,3 g/min mientras que el pH se mantuvo a 3,2 mediante la adición de NaOH al 35%.

En el matiz deseado, se filtraron 55 ml de la suspensión, y la torta de prensa se lavó con agua y se calcinó a 850 °C durante 20 min. La muestra se extrajo para la medición del color. El tinte resultante fue 49,7 y el croma fue 87,8. El % en peso de Al_2O_3 sobre la base del peso total del revestimiento óptico calcinado en los pigmentos de efecto del Ejemplo 8 fue de 4%.

El pigmento de efecto preparado en el Ejemplo 8 se añadió a una laca de acetato al 5% en peso, se secó, y después se cortó transversalmente para obtener una muestra en sección transversal, que se examinó mediante Microscopía Electrónica de Transmisión de Alta Resolución (TEM). Esta imagen se muestra en la Fig. 2A. La misma muestra también se examinó mediante Espectroscopia de Rayos X de Dispersión de Energía (EDXS) para examinar la distribución de los diversos elementos revestidos sobre la mica. Esta imagen se muestra en la Fig. 2B.

En la Figura 2A, se forma claramente un revestimiento de hematita denso de 70 nm a 95 nm sobre el sustrato de mica. Adyacente a esta densa capa de hematita se observan 20 nm a 50 nm de partículas esféricas de óxido de hierro (hematita) dispuestas libremente. Como se evidencia mediante EDXS (Figura 2B), el óxido de aluminio 5 se difunde en las partículas esféricas de óxido de hierro de hematita 2. Además, también es evidente que la deposición de óxido de aluminio no deriva en una capa intermedia o revestimiento separado entre los dos primeros y segundos materiales con alto índice de refracción 1 y 2, sino que en cambio se muestra que el óxido de aluminio se difunde completamente en el segundo material con alto índice de refracción 2 y la difusión se produce entre la interfaz 7 y la superficie remota 9 de la segunda capa 2 con alto índice de refracción.

Ejemplo 9

Una suspensión acuosa al 5% que contiene 100 g de escamas de mica (tamaño de partícula promedio de aproximadamente 20 µm) se calentó a 82 ºC y se agitó. El pH de la suspensión se ajustó a 3,2 con HCl al 28%. Después, se añadió $FeCl_3$ al 39% a una tasa de 1,3 g/min mientras que el pH se mantuvo a 3,2 mediante la adición de NaOH al 35%.

En el matiz bronce deseado, el pH de la suspensión se redujo a 1,5 con HCl al 28%. Después, se añadieron 60 g de $SnCl_4 \cdot 5H_2O$ al 20% a una tasa de 1,0 g/min mientras que el pH se mantuvo a 1,5 mediante la adición de NaOH al 35%. Después de completar la adición, el pH de la suspensión se ajustó a 3,2 con NaOH al 35%. Se añadió $FeCl_3$ al 39% a una tasa de 1,3 g/min mientras que el pH se mantuvo a 3,2 mediante la adición de NaOH al 35%.

En el matiz deseado, se filtraron 55 ml de la suspensión, y la torta de prensa se lavó con agua y se calcinó a 850 °C durante 20 min. La muestra se extrajo para la medición del color. El tinte resultante fue 52,7 y el croma fue 96. El % en peso de SnO_2 sobre la base del peso total del revestimiento óptico calcinado en los pigmentos de efecto del Ejemplo 9 fue de 6%.

Véanse las Figuras 3A y 3B. La capa exterior de hematita es similar a la de las Figuras 2A y 2B. Es menos densa que la primera capa de Fe_2O_3. El SnO_2 se difunde parcialmente en la capa de Fe_2O_3. Véase el elemento 3 de la Figura 3B.

Ejemplo 10

Una suspensión acuosa al 5% que contiene 100 g de escamas de mica (tamaño de partícula promedio de aproximadamente 20 µm) se calentó a 82 °C y se agitó. El pH de la suspensión se ajustó a 1,5 con HCl al 28%. Después, se añadió $SnCl_4 \cdot 5H_2O$ al 20% a una tasa de 0,8 g/min mientras que el pH se mantuvo a 1,5 mediante la

adición de NaOH al 10%. La solución se agitó durante 30 minutos y después se añadió $TiCl_4$ al 40% a una tasa de 1,9 g/min. El pH se mantuvo a 1,5 mediante la adición de HCl al 35%.

En el matiz de perla deseado, el reactor se enfrió a 30 °C y el pH se elevó a 6,0 con NaOH al 35%. Después, se añadieron 25 g de $Na_2Al_2O_4$ al 20% a una tasa de 0,5 g/min mientras que el pH se mantuvo a 6,0 mediante la adición de H_2SO_4 al 25%. Después de completar la adición, la suspensión se calentó a 82 °C. El pH de la suspensión se ajustó a 3,2 con $FeCl_3$ al 39%, y el $FeCl_3$ se añadió a una tasa de 1,3 g/min. El pH se mantuvo a 3,2 mediante la adición de NaOH al 35%.

En el matiz deseado, se filtraron 55 ml de la suspensión, y la torta de prensa se lavó con agua y se calcinó a 850 °C durante 20 min. La muestra se extrajo para la medición del color. El tinte resultante fue 48 y el croma fue 79. El % en peso de Al_2O_3 sobre la base del peso total del revestimiento óptico calcinado en los pigmentos de efecto del Ejemplo 10 fue de 2%.

Ejemplo Comparativo 11

Mica revestida con Fe_2O_3

Una suspensión acuosa al 16% que contiene 160 g de escamas de mica (tamaño de partícula promedio de aproximadamente 20 µm) se calentó a 76 °C y se agitó. El pH de la suspensión se ajustó a 3,3 con HCl al 28%. Después, se añadió $FeCl_3$ al 39% a una tasa de 1,3 g/min mientras que el pH se mantuvo a 3,3 mediante la adición de NaOH al 35%. No se usó precursor de Al_2O_3 o SnO_2.

En el matiz deseado, se filtraron 55 ml de la suspensión, y la torta de prensa se lavó con agua y se calcinó a 850 °C durante 20 min. La muestra comparativa se extrajo para la medición del color. El tinte resultante fue 53,9 y el croma fue 66.

Ejemplo 12

Una suspensión acuosa al 10% que contiene 200 g de escamas de mica (tamaño de partícula promedio de aproximadamente 10 µm) se calentó a 82 ºC y se agitó. El pH de la suspensión se ajustó a 3,2 con HCl al 28%. Después, se añadió $FeCl_3$ al 39% a una tasa de 2,0 g/min mientras que el pH se mantuvo a 3,2 mediante la adición de NaOH al 35%.

En el matiz bronce deseado, el pH de la suspensión se elevó a 6,0 con NaOH al 35%, y la suspensión se enfrió a 30 °C. Después, se añadieron 60 g de $Na_2Al_2O_4$ al 20% a una tasa de 1,5 g/min mientras que el pH se mantuvo a 6,0 mediante la adición de H_2SO_4 al 25%. Después de completar la adición, el pH de la suspensión se ajustó a 3,2 con HCl al 28%, y la suspensión se calentó a 82 °C. Se añadió $FeCl_3$ al 39% a una tasa de 2,0 g/min mientras que el pH se mantuvo a 3,2 mediante la adición de NaOH al 35%.

En el matiz deseado, se filtraron 55 ml de la suspensión, y la torta de prensa se lavó con agua y se calcinó a 850 °C durante 20 min. La muestra se extrajo para la medición del color. El tinte resultante fue 59,3 y el croma fue 78,2. El % en peso de Al_2O_3 sobre la base del peso total del revestimiento óptico calcinado en los pigmentos de efecto del Ejemplo 11 fue de 3%.

Ejemplo Comparativo 13

Una suspensión acuosa al 20% que contiene 400 g de escamas de mica (tamaño de partícula promedio de aproximadamente 10 µm) se calentó a 76 °C y se agitó. El pH de la suspensión se ajustó a 3,3 con HCl al 28%. Después, se añadió $FeCl_3$ al 39% a una tasa de 2,0 g/min mientras que el pH se mantuvo a 3,3 mediante la adición de NaOH al 35%. No se usó precursor de Al_2O_3 o SnO_2.

En el matiz deseado, se filtraron 55 ml de la suspensión, la torta de prensa se lavó con agua y se calcinó a 850 °C durante 20 min. La muestra comparativa se extrajo para la medición del color. El tinte resultante fue 59,9 y el croma fue 53,4.

Cada uno de los ejemplos 8, 9 y 10-12 incluye Fe_2O_3 como las capas con alto índice de refracción en el revestimiento óptico. El Ejemplo 10 incluye TiO_2 y Fe_2O_3 rutilo como materiales con alto índice de refracción en el revestimiento óptico. La Tabla 2 ilustra el tercer material difundido usado (de haberlo), el porcentaje en peso del tercer material difundido, el tamaño de partícula del sustrato, el tinte y el croma para cada uno de los Ejemplos 8, 9, 10 y 11, y los Ejemplos Comparativos 10 y 12 después de la calcinación a 850 °C.

Ejemplo 14

Una suspensión acuosa al 10% que contiene 200 g de escamas de mica (tamaño de partícula promedio de aproximadamente 10 µm) se calentó a 82 °C y se agitó. El pH de la suspensión se ajustó a 3,2 con HCl al 28%. Después, se añadió $FeCl_3$ al 39% a una tasa de 2,0 g/min mientras que el pH se mantuvo a 3,2 mediante la adición de NaOH al 35%.

En el matiz bronce deseado, el pH de la suspensión se elevó a 7,8 con NaOH al 35%. Después, 60 g de 20% Na_2SiO_3 se añadieron a una tasa de 0,5 g/min mientras que el pH se mantuvo a 7,8 mediante la adición de HCl al 28%. Después de completar la adición, el pH de la suspensión se ajustó a 3,2 con HCl al 28%. se añadió $FeCl_3$ al 39% a una tasa de 2,0 g/min mientras que el pH se mantuvo a 3,2 mediante la adición de NaOH al 35%.

En el matiz deseado, se filtraron 55 ml de la suspensión, y la torta de prensa se lavó con agua y se calcinó a 850 °C durante 20 min. La muestra se extrajo para la medición del color. El tinte resultante fue 60,23 y el croma fue 76,82. El % en peso de SiO_2 sobre la base del peso total del revestimiento óptico calcinado en los pigmentos de efecto fue de 2,2%.

Tabla 2

Muestra	Tercer material difundido	% en peso del revestimiento óptico total	Tamaño de partícula del sustrato (µm)	Tinte después de 850 °C	Croma después de 850 °C
Ej. 8	Al_2O_3	4	20	49,7	87,8
Ej. 9	SnO_2	6	20	52,7	96
Ej. 10	Al_2O_3	2	20	48	79
Ej. Comp. 11	Ninguno	0	20	53,9	66
Ej. 12	Al_2O_3	3	10	59,3	78,2
Ej. Comp. 13	Ninguno	0	10	59,9	53,4
Ej. 14	SiO_2	2,2	10	60,23	76,82

Mediante la comparación de los Ejemplos 8, 9, 10, 12 y 14 con los Ejemplos Comparativos 11 y 13, se puede concluir con que la hematita (Fe_2O_3) o la hematita y el dióxido de titanio rutilo (TiO_2) con Al_2O_3, SnO_2 o SiO_2 como terceros materiales difundidos mejora significativamente el croma del pigmento resultante. Como tal, el procedimiento desvelado en la presente memoria se puede usar para aumentar el croma en un tinte dado para un pigmento de efecto. A partir de estos resultados, también se puede concluir con que el tamaño del sustrato subyacente no afecta negativamente la mejora en el croma.

Ejemplo 15

Una suspensión acuosa al 11,5% que contiene 230 g de escamas de vidrio (tamaño de partícula promedio de aproximadamente 45 micrómetros) se calentó a 80 °C y se agitó. El pH de la suspensión se ajustó a 1,4 con HCl al 28%, y se añadió $SnCl_4 \cdot 5H_2O$ al 20% a una tasa de 2,2 g/min. El pH se mantuvo a 2,2 mediante la adición de NaOH al 35%. La solución se agitó durante 30 minutos y después se añadió $TiCl_4$ al 40% a un pH de 1,4. El pH se mantuvo a 2,2 mediante la adición de HCl al 35%.

En el matiz de perla deseado, el pH se elevó a 3,2 con NaOH al 35%. se añadió $FeCl_3$ al 39% a 1,1 g/min, y el pH se mantuvo a 3,2 con NaOH al 35%. En el matiz bronce deseado, el pH se redujo a 1,4 con HCl al 28%, y se añadieron 80 g de $SnCl_4 \cdot 5H_2O$ al 20% a 2,2 g/min mientras que se mantiene el pH a 1,4 con NaOH al 35%. Después de completar la adición, el pH de la suspensión se ajustó a 3,2 con NaOH al 35%. Se añadió $FeCl_3$ al 39% a una tasa de 1,1 g/min mientras que se mantiene el pH a 3,2 mediante la adición de NaOH al 35%.

En el matiz deseado, se filtraron 55 ml de la suspensión, la torta de prensa se lavó con agua y se calcinó a 625 °C durante 20 min. La muestra se extrajo para la medición del color. El tinte resultante fue 65 y el croma fue 67.

El % en peso de SnO_2 del tercer material difundido sobre la base del peso total del revestimiento óptico calcinado en los pigmentos de efecto del Ejemplo 14 fue de 7%. El peso total del revestimiento óptico calcinado en este Ejemplo incluye 77% de Fe_2O_3, 14% de SnO_2 (7% de SnO_2 como rutilo conductor y 7% como tercer material difundido), y 9% de TiO_2.

Ejemplo 16

Una suspensión acuosa al 10% que contiene 200 g de escamas de mica (tamaño de partícula promedio de aproximadamente 10 µm) se calentó a 76 °C y se agitó. El pH de la suspensión se ajustó a 3,2 con HCl al 28%. Después, se añadió $FeCl_3$ al 39% a una tasa de 2,0 g/min mientras que el pH se mantuvo a 3,2 mediante la adición

de NaOH al 35%.

En el matiz bronce deseado, el pH de la suspensión se elevó a 7,8 con NaOH al 35%. Después, se añadieron 60 g de Na_2SiO_3 al 20% a una tasa de 0,5 g/min mientras que el pH se mantuvo a 7,8 mediante la adición de HCl al 28%. Después de completar la adición, el pH de la suspensión se ajustó a 3,2 con HCl al 28%. Se añadieron 100 g de $FeCl_3$ al 39% a una tasa de 2,0 g/min mientras que el pH se mantuvo a 3,2 mediante la adición de NaOH al 35%.

En el matiz deseado, se filtraron 55 ml de la suspensión, y la torta de prensa se lavó con agua y se calcinó a 850 °C durante 20 min. La muestra se extrajo para la medición del color. El tinte resultante fue 68,34 y el croma fue 48. El % en peso de SiO_2 sobre la base del peso total del revestimiento óptico calcinado en los pigmentos de efecto fue de 6,5%.

Ejemplo Comparativo 17

Una suspensión acuosa al 5% que contiene 100 g de escamas de mica (tamaño de partícula promedio de aproximadamente 10 µm) se calentó a 82 °C y se agitó. El pH de la suspensión se ajustó a 3,2 con HCl al 28%. Después, se añadió $FeCl_3$ al 39% a una tasa de 1,0 g/min mientras que el pH se mantuvo a 3,2 mediante la adición de NaOH al 35%.

En el matiz bronce deseado, el pH de la suspensión se elevó a 7,8 con NaOH al 35%. Después, se añadieron 702 g de Na_2SiO_3 al 20% a una tasa de 0,5 g/min mientras que el pH se mantuvo a 7,8 mediante la adición de HCl al 28%. Se añadieron 300 g de $FeCl_3$ al 39% a una tasa de 1,0 g/min mientras que el pH se mantuvo a 3,2 mediante la adición de NaOH al 35%.

En el matiz deseado, se filtraron 55 ml de la suspensión, y la torta de prensa se lavó con agua y se calcinó a 850 °C durante 20 min. La muestra se extrajo para la medición del color. El tinte resultante fue 68,95 y el croma fue 47,45. El % en peso de SiO_2 sobre la base del peso total del revestimiento óptico calcinado en los pigmentos de efecto fue de 25,4%.

La comparación del Ejemplo 16 con el Ejemplo Comparativo 17 muestra que hay una progresión de color más rápida usando el presente procedimiento. Cabe señalar que el Ejemplo 16 muestra que se requieren 60 g de SiO_2 y 100 g de cloruro férrico para alcanzar un tinte de 68 en 200 g de mica, mientras que en una pila de múltiples capas típica se requieren 700 g de SiO_2 y 300 g de cloruro férrico en 100 g de mica para alcanzar el mismo tinte.

La referencia a lo largo de la memoria descriptiva a "un ejemplo", "otro ejemplo", "una realización", y similares, significa que un elemento particular (por ejemplo, rasgo, estructura y/o característica) descrito en relación con el ejemplo/realización se incluye en al menos un ejemplo/realización descrito en la presente memoria, y que puede o no estar presente en otros ejemplos/realizaciones. Además, se debe comprender que los elementos descritos para cualquier ejemplo/realización se pueden combinar de cualquier manera adecuada en los diversos ejemplos/realizaciones, a menos que el contexto indique claramente lo contrario.

Se debe comprender que los intervalos proporcionados en la presente memoria incluyen el intervalo indicado y cualquier valor o subintervalo dentro del intervalo indicado. Por ejemplo, un intervalo de aproximadamente 10 nm a aproximadamente 700 nm se debe interpretar como incluyendo no solo los límites explícitamente mencionados de aproximadamente 10 nm a aproximadamente 700 nm sino también incluyendo valores individuales, tal como 11 nm, 125 nm, 404,5 nm, etc., y subintervalos, tal como de aproximadamente 15 nm a aproximadamente 400 nm, de aproximadamente 30 nm a aproximadamente 375 nm, etc. Además, cuando se utiliza "aproximadamente" para describir un valor, significa que abarca variaciones menores (hasta +/- 10%) del valor indicado.

REIVINDICACIONES

1. Un pigmento de efecto, que comprende:

una lámina revestida con un revestimiento óptico y el revestimiento óptico comprende:

una primera capa con alto índice de refracción;

una segunda capa con alto índice de refracción formada en la primera capa con alto índice de refracción; y

un tercer material difundido,

en el que:

la primera capa con alto índice de refracción es adyacente a y está en contacto con la segunda capa con alto índice de refracción; el tercer material difundido se difunde a 100% en una o ambas de la primeras y segundas capas con alto índice de refracción en las que

las primeras y segundas capas con alto índice de refracción se forman a partir de materiales que tienen un índice de refracción de aproximadamente > 1,65;

el tercer material difundido es SiO_2 o un óxido metálico;

y el tercer material difundido es diferente de las primeras y segundas capas con alto índice de refracción.

2. El pigmento de efecto de acuerdo con la reivindicación 1, en el que las primeras y segundas capas con alto índice de refracción se seleccionan del grupo que consiste en SnO_2, TiO_2, Cr_2O_3, ZnO, ZrO_2, Fe_2O_3, Fe_3O_4, óxidos de cobre, óxidos de cobalto, óxidos de manganeso, alúmina, y sus mezclas.

3. El pigmento de efecto de acuerdo con cualquier reivindicación 1 o 2, en el que el tercer material difundido se selecciona del grupo que consiste en Al_2O_3, SnO_2, SiO_2, óxidos de cobalto, óxido de magnesio, óxido de manganeso, óxidos de cobre, Fe_2O_3, Fe_3O_4, B_2O_3, TiO_2, Cr_2O_3, ZnO, ZrO_2, y sus mezclas.

4. El pigmento de efecto de acuerdo con la reivindicación 3, en el que el tercer material difundido se selecciona del grupo que consiste en Al_2O_3, SnO_2, SiO_2 y sus mezclas.

5. El pigmento de efecto de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 2 a 4, en el que las primeras y segundas capas con alto índice de refracción se seleccionan del grupo que consiste en TiO_2, Fe_2O_3 y sus mezclas.

6. El pigmento de efecto de acuerdo con la reivindicación 1, en el que si las primeras y segundas capas con alto índice de refracción son TiO_2 y el tercer material difundido es SiO_2, entonces las primeras y segundas capas con alto índice de refracción de TiO_2 son TiO_2 rutilo.

7. El pigmento de efecto de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el material del revestimiento óptico se selecciona de las siguientes combinaciones:

Material del que está formada la primera capa	Tercer material difundido	Material del que está formada la segunda capa
Fe_2O_3	Al_2O_3	Fe_2O_3
Fe_2O_3	SnO_2	Fe_2O_3
Fe_2O_3	SnO_2	Fe_2O_3
TiO_2 (rutilo o anatasa)	Al_2O_3	Fe_2O_3
Fe_2O_3	Al_2O_3	TiO_2 (rutilo o anatasa)
Fe_2O_3	SnO_2	TiO_2 (rutilo o anatasa)
TiO_2 (rutilo o anatasa)	SnO_2	Fe_2O_3
Fe_2O_3	SnO_2	TiO_2 (rutilo o anatasa)
TiO_2 (rutilo o anatasa)	SnO_2	Fe_2O_3

Material del que está formada la primera capa	Tercer material difundido	Material del que está formada la segunda capa
TiO_2 rutilo	SnO_2	Rutilo TiO_2
TiO_2 (rutilo o anatasa)	SnO_2	TiO_2 (rutilo o anatasa)
TiO_2 (rutilo o anatasa)	Al_2O_3	TiO_2 (rutilo o anatasa)

8. El pigmento de efecto de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, en el que la lámina se selecciona del grupo que consiste en micas naturales y sintéticas, talco, caolín, óxidos de hierro, oxicloruro de bismuto, escamas de vidrio, SiO_2, Al_2O_3, escamas de cerámica sintética, perlita, aluminio y grafito.

9. El pigmento de efecto de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8 en el que el tercer material difundido está presente en el revestimiento óptico en una cantidad que oscila de aproximadamente 0,5% en peso a aproximadamente 11% en peso y el % en peso se basa en el peso total del revestimiento óptico después de la calcinación.

10. Una pintura, tinta para inyección de tinta, revestimiento, revestimiento para uso en automotores, tinta de impresión, plásticos, cosméticos, esmaltes para cerámicas o composiciones de vidrio que contienen los pigmentos de efecto de acuerdo con las reivindicaciones anteriores.

11. Un procedimiento para fabricar un pigmento de efecto de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1-9 que comprende:

revestir una lámina con un revestimiento óptico que comprende las etapas de:

depositar una primera capa de material con alto índice de refracción en la lámina;

depositar una segunda capa con alto índice de refracción; y

depositar un tercer material difundido después de depositar la primera capa con alto índice de refracción y antes de depositar la segunda capa con alto índice de refracción o

codepositar el tercer material difundido durante la deposición de la primera capa con alto índice de refracción o segunda capa con alto índice de refracción y el tercer material difundido depositado se difunde al 100% en una cualquiera o ambas de la primera capa con alto índice de refracción y la segunda capa con alto índice de refracción a condición de que el tercer material difundido sea diferente de las primeras y segundas capas con alto índice de refracción.

12. Un procedimiento para aumentar un croma en un tinte dado para un pigmento de efecto de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1-9, revestir una lámina con un revestimiento óptico que comprende las etapas de:

depositar una primera capa con alto índice de refracción en la lámina;

depositar una segunda capa con alto índice de refracción; y

depositar un tercer material difundido después de depositar la primera capa con alto índice de refracción y antes de depositar la segunda capa con alto índice de refracción o

codepositar el tercer material difundido durante la deposición de la primera o segunda capa con alto índice de refracción y el tercer material difundido depositado se difunde al 100% en una cualquiera o ambas de la primera capa con alto índice de refracción y la segunda capa con alto índice de refracción a condición de que el tercer material difundido sea diferente de las primeras y segundas capas con alto índice de refracción.

13. El pigmento de efecto de acuerdo con la reivindicación 1, en el que:

una lámina está revestida con un revestimiento óptico y el revestimiento óptico comprende:

la primera capa con alto índice de refracción es TiO_2;

la segunda capa con alto índice de refracción es una capa de TiO_2; y

el tercer material difundido es SiO_2.

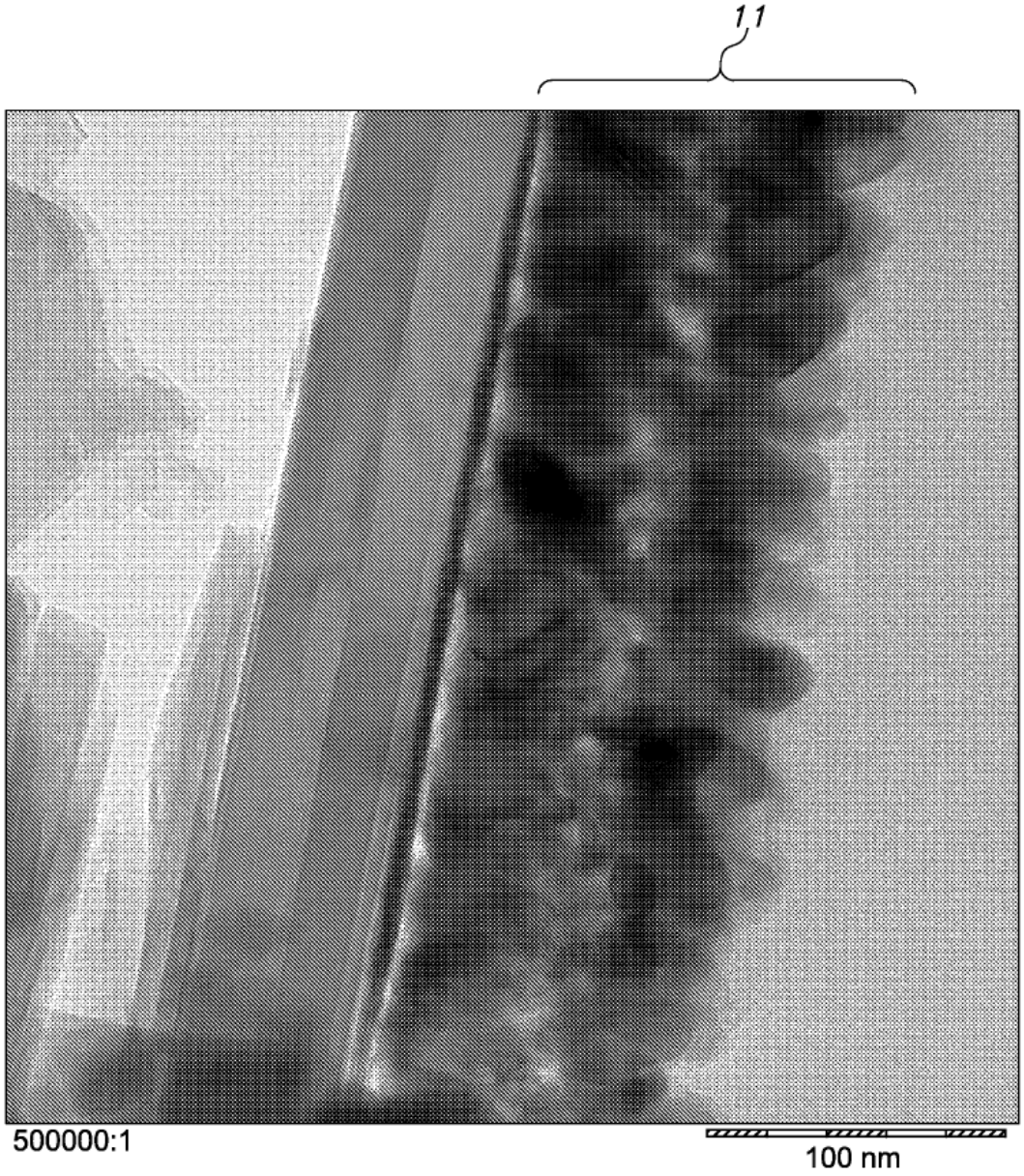

FIG. 1A

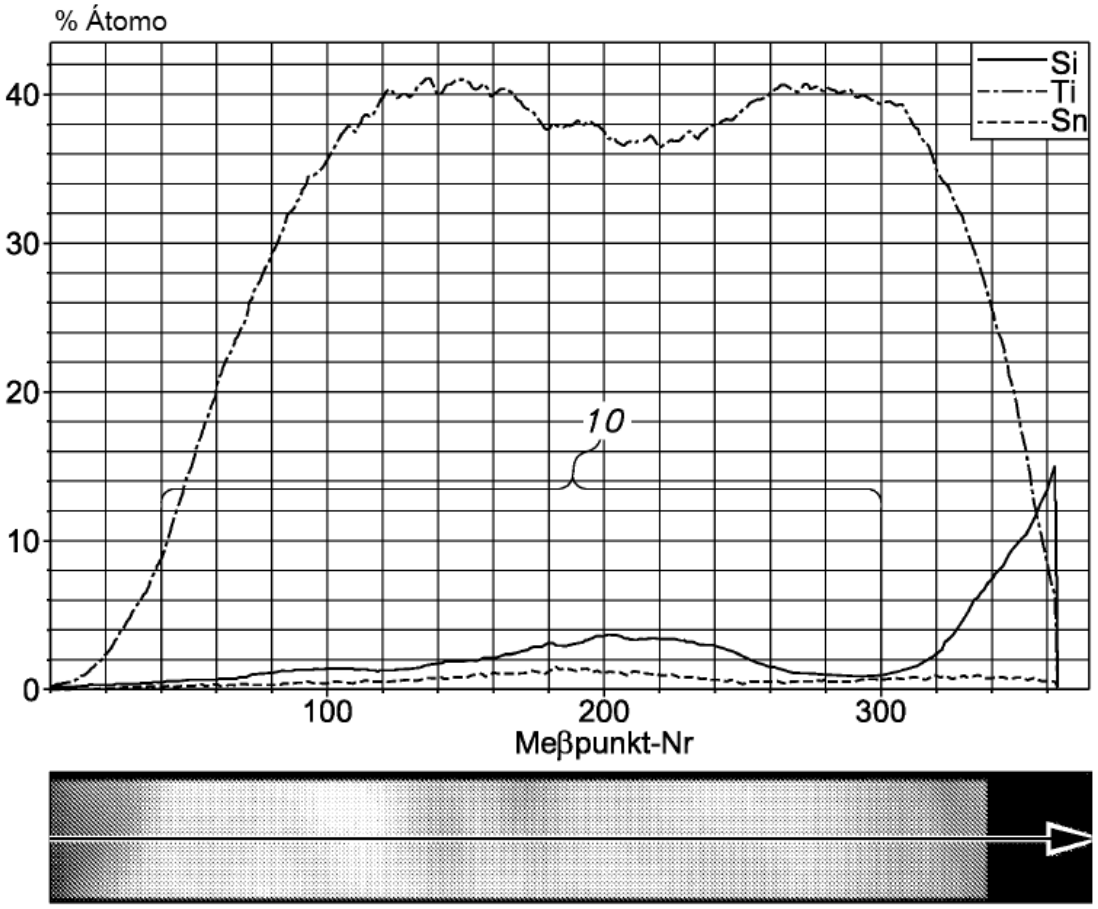

FIG. 1B

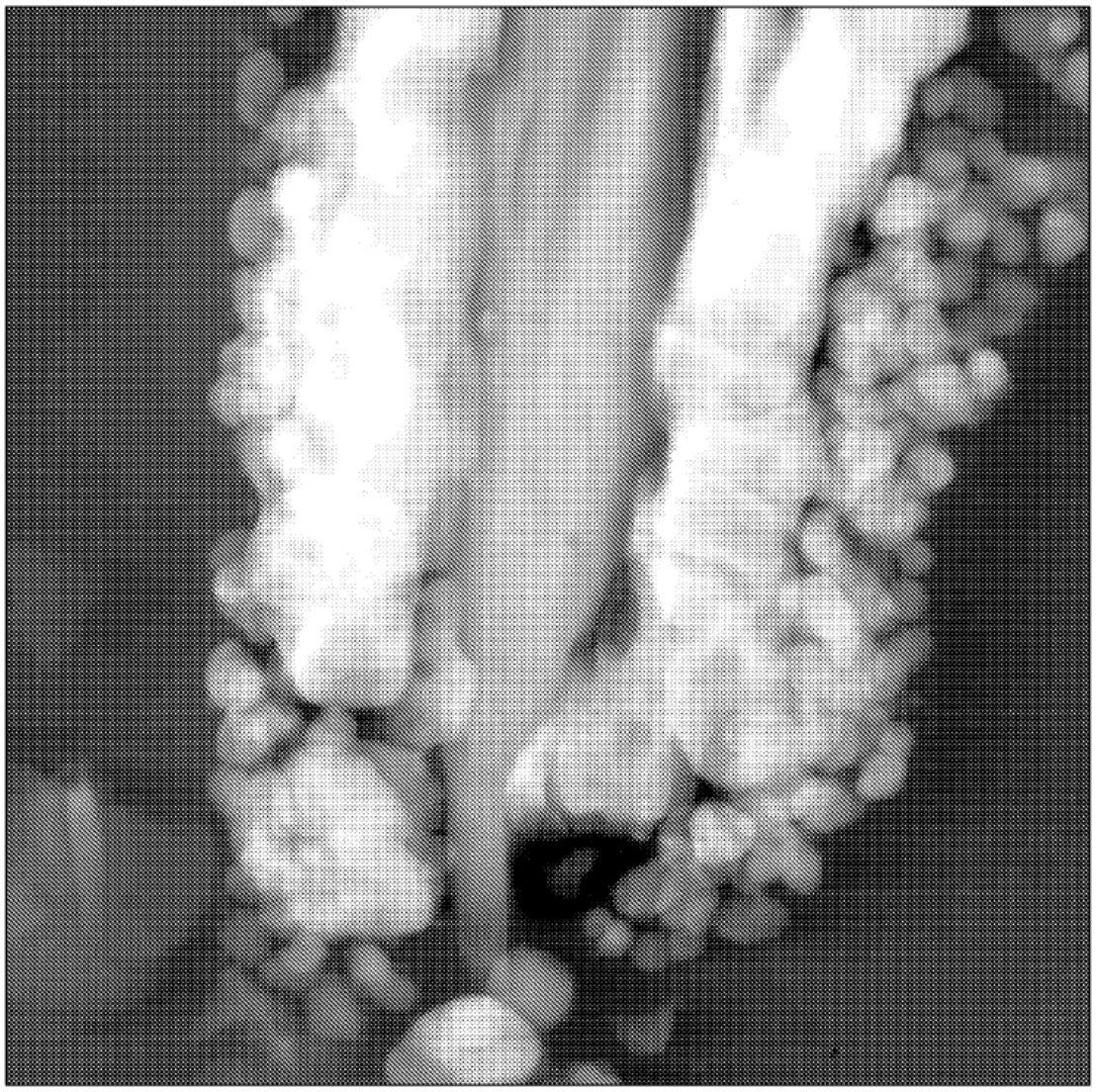

FIG. 2A

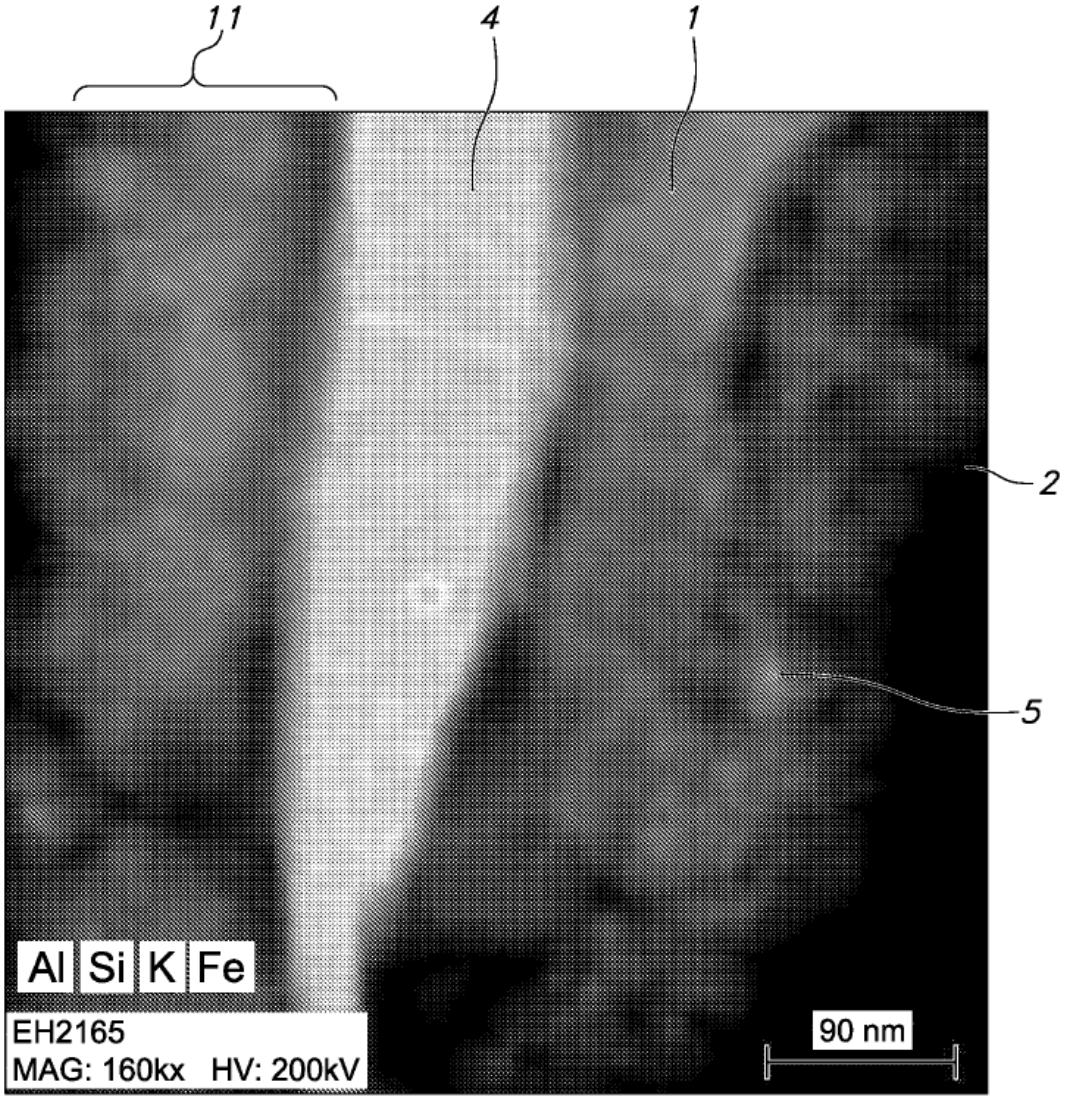

FIG. 2B

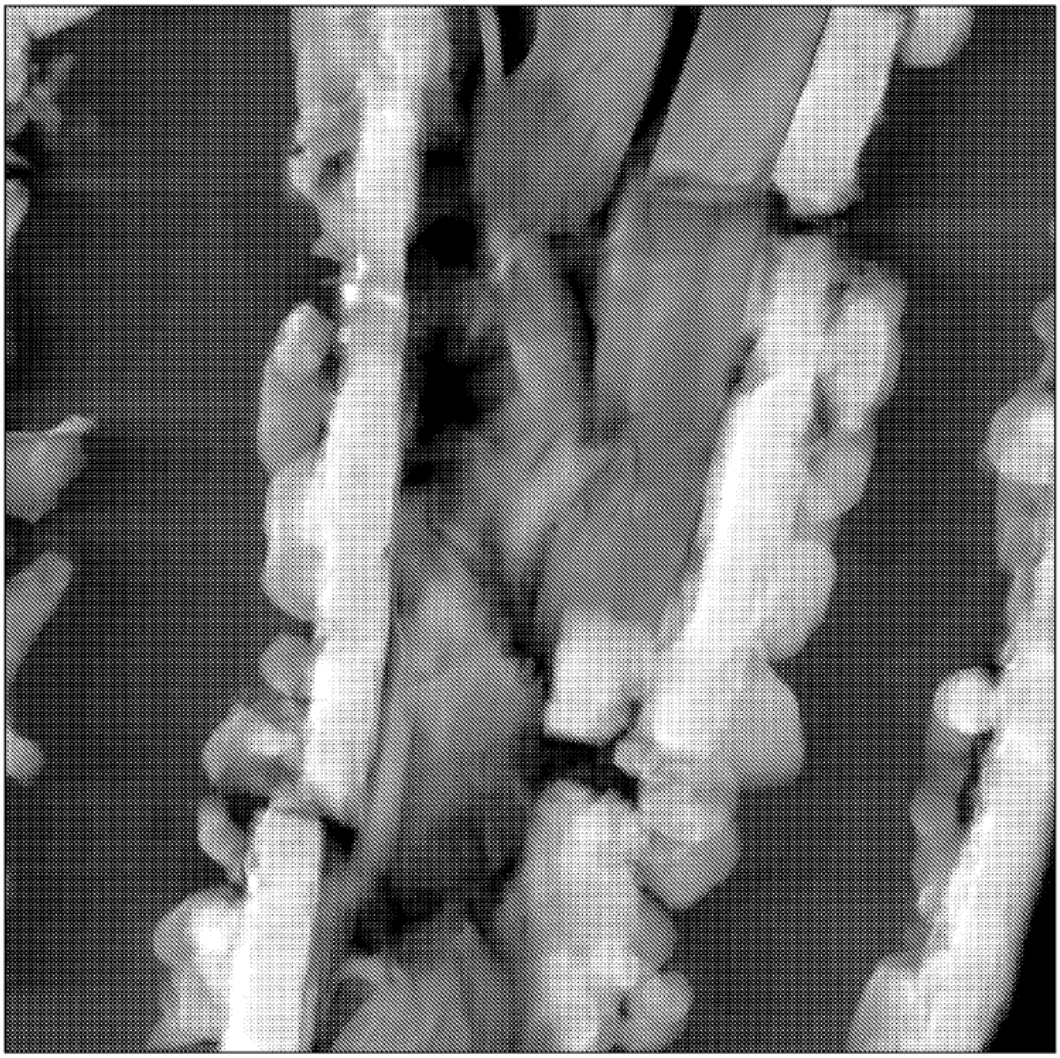

FIG. 3A

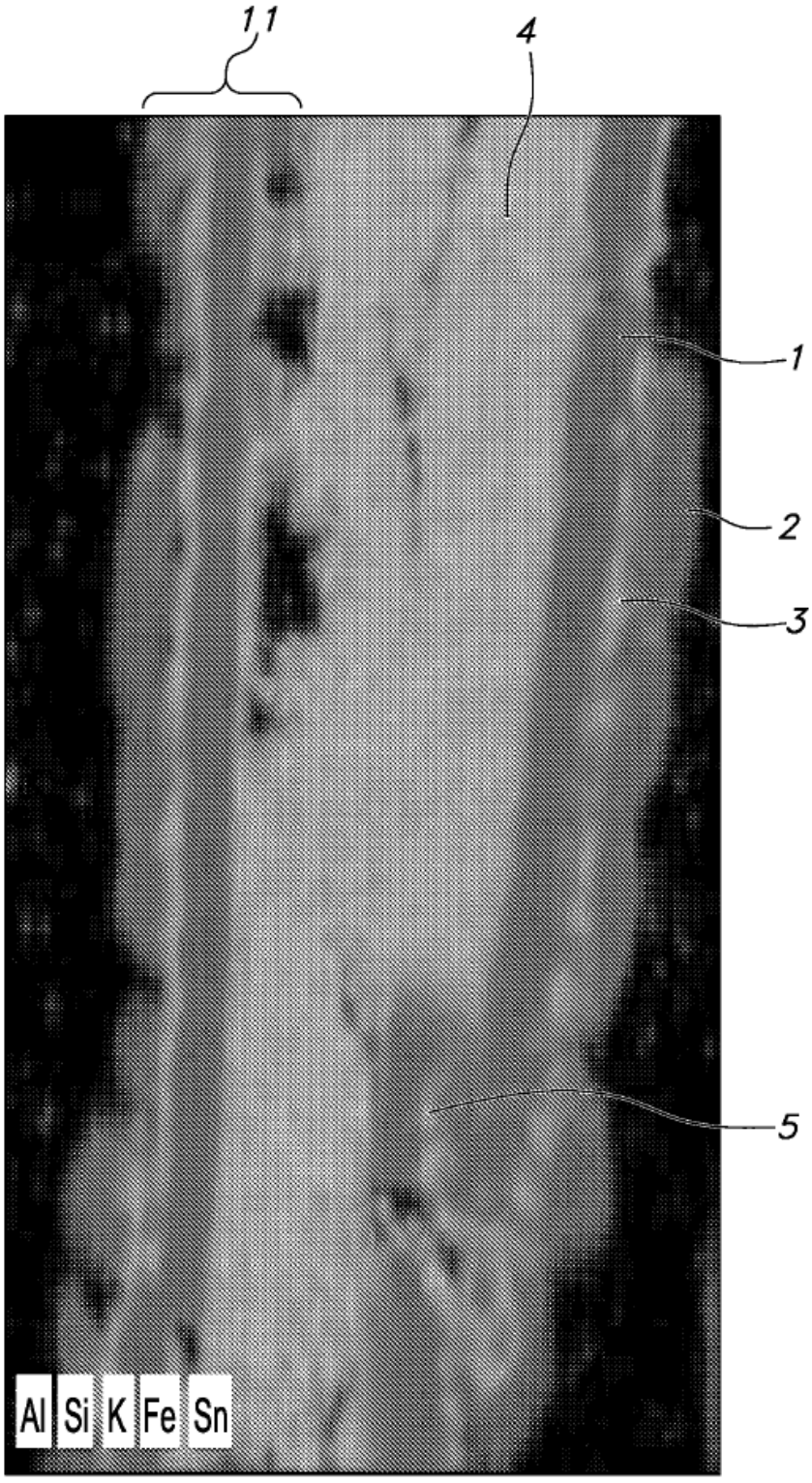

FIG. 3B

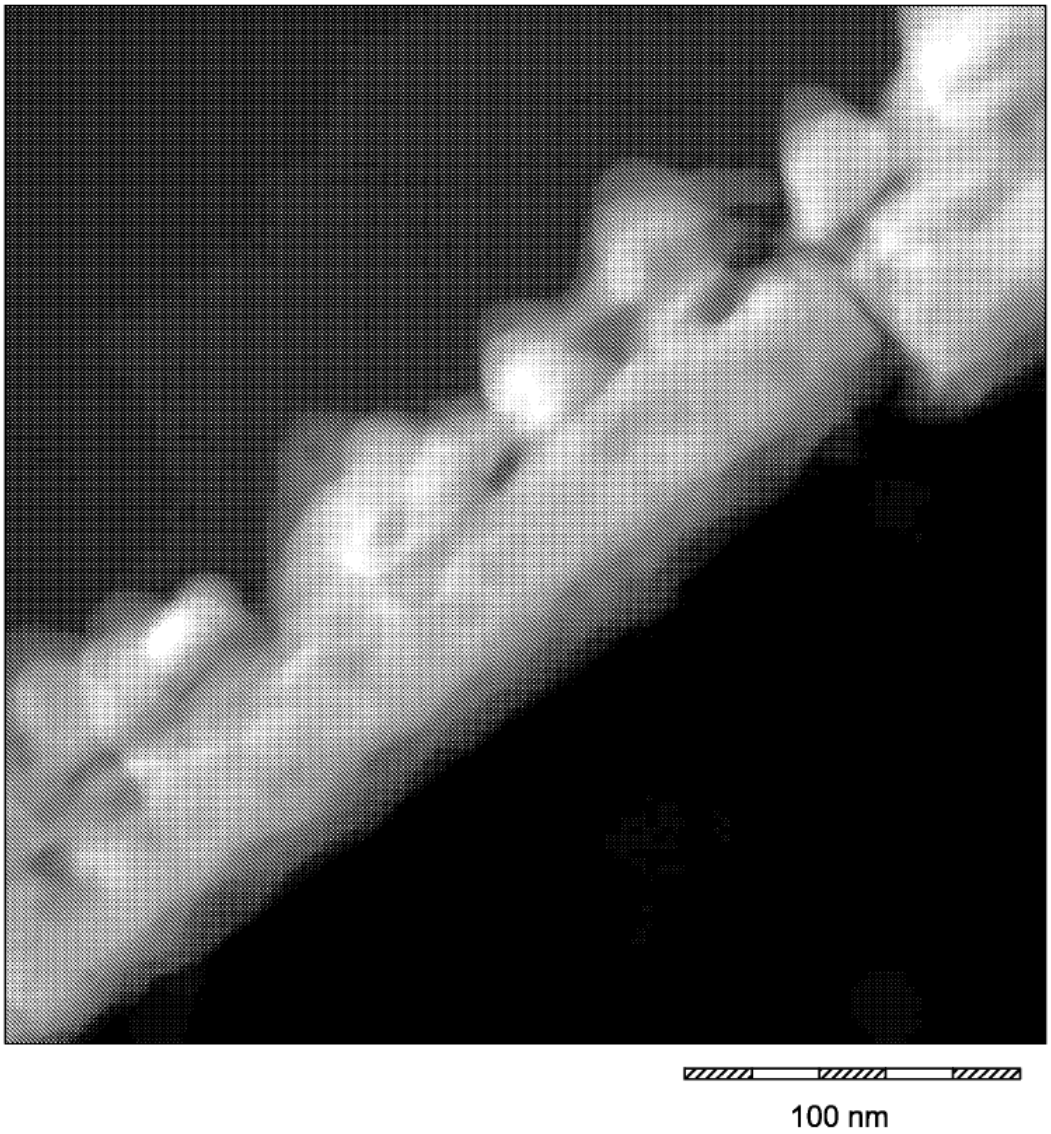

FIG. 4A

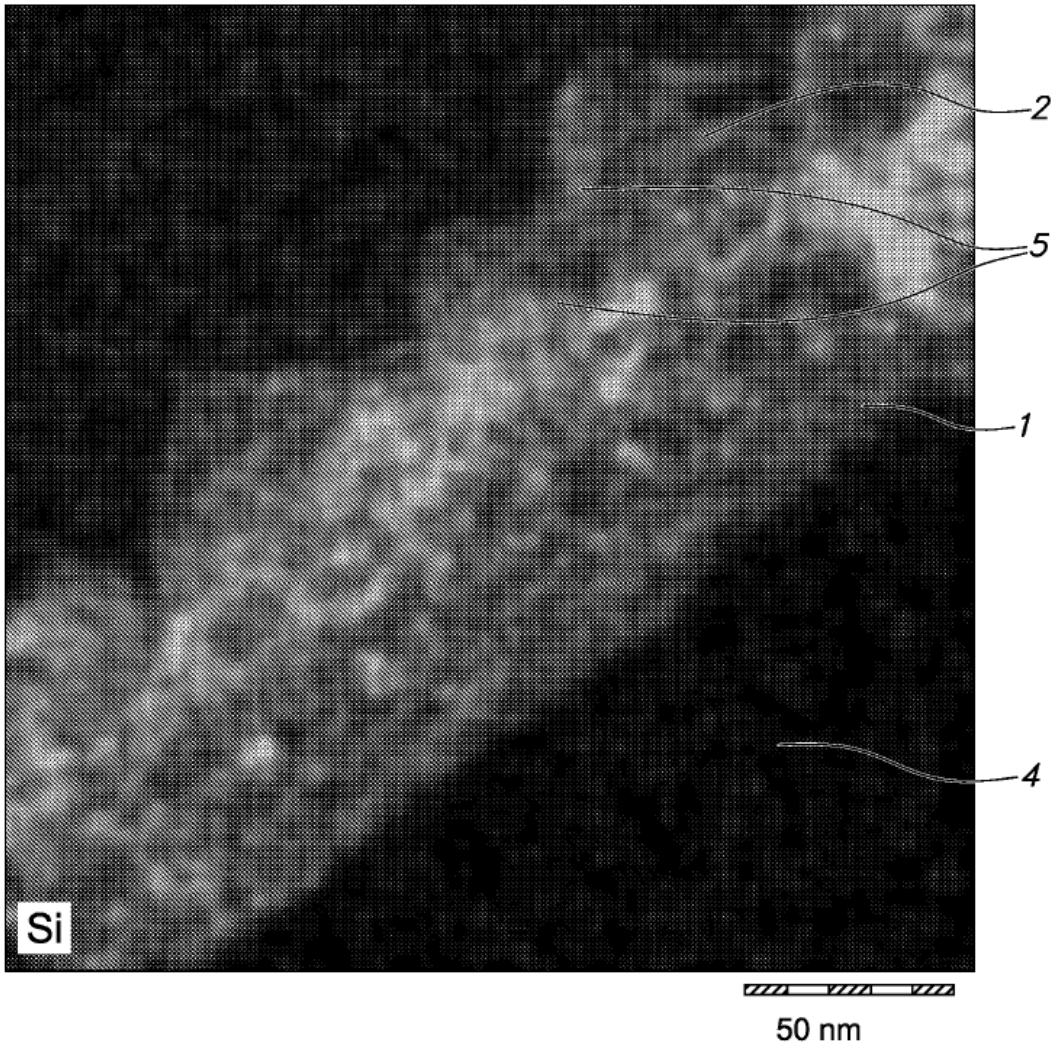

FIG. 4B

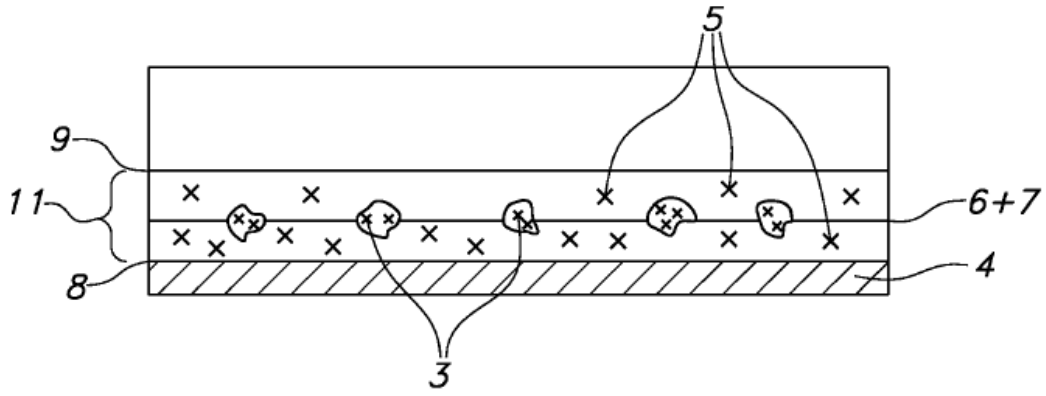

FIG. 5A

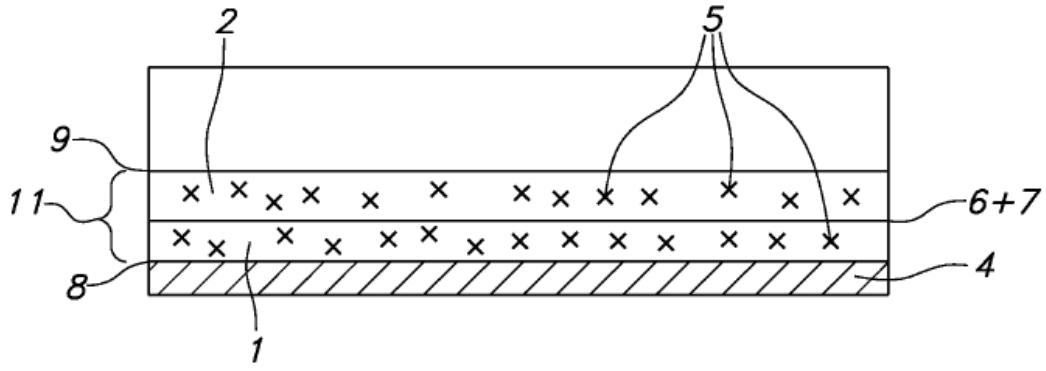

FIG. 5B