(19) OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

(11) Número de publicación: **2 313 454**

(51) Int. Cl.:
C09C 1/62 (2006.01)
C09C 1/66 (2006.01)
C09C 3/08 (2006.01)
C09C 3/00 (2006.01)

(12) TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA T3

(96) Número de solicitud europea: **05850569 .4**
(96) Fecha de presentación : **21.12.2005**
(97) Número de publicación de la solicitud: **1828318**
(97) Fecha de publicación de la solicitud: **05.09.2007**

(54) Título: **Composición de pigmentos metálicos.**

(30) Prioridad: **22.12.2004 FR 04 13727**

(45) Fecha de publicación de la mención BOPI:
01.03.2009

(45) Fecha de la publicación del folleto de la patente:
01.03.2009

(73) Titular/es: **Toyal Europe**
Usine du Pont du Roy - route de Lescun
64490 Accous, FR

(72) Inventor/es: **Morvan, Fabrice**

(74) Agente: **Morgades Manonelles, Juan Antonio**

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).

Venta de fascículos: Oficina Española de Patentes y Marcas. Pº de la Castellana, 75 – 28071 Madrid

DESCRIPCIÓN

Composición de pigmentos metálicos.

La presente invención hace referencia a una composición de pigmentos metálicos -especialmente de pigmentos de aluminio- para la preparación de pinturas metalizadas.

La técnica que se utiliza clásicamente a nivel industrial para la preparación de composiciones de pigmentos metálicos destinados a la preparación de pinturas metalizadas consiste en introducir el metal bajo la forma de partículas en un "white spirit", y de someter la suspensión a una trituración en presencia de un agente lubrificante, del tipo ácido graso. Esta técnica aparece especialmente descrita en el documento US-2 002 891. Esta técnica permite obtener pigmentos dotados de buenas propiedades. Sin embargo, esta técnica adolece de un importante inconveniente como consecuencia de la notable volatilidad y de la toxicidad del white spirit, el cual, además, no resulta biodegradable.

En el documento EP-O 936 253 aparece descrito un procedimiento para la preparación de composiciones de partículas metálicas que consiste en triturar unas partículas de metal en un medio constituido por el producto de esterificación de un aceite vegetal y que contiene un ácido graso como lubrificante. El medio comprende esencialmente una mezcla de esteres de diversos ácidos grasos que constituyen el aceite vegetal utilizado como fuente de esteres. Esta técnica proporciona una serie de ventajas con respecto a la utilización de white spirit, dado que los esteres de ácidos grasos no son ni volátiles ni tóxicos y, además, resultan biodegradables. Sin embargo, la utilización como soporte de la trituración de de partículas metálicas de un mezcla de esteres de aceite vegetal y de un ácido grado como lubrificante presenta determinados inconvenientes. Por una parte, esta utilización favorece la aglomeración de partículas durante el envejecimiento de la pasta pigmentaria que las contiene, durante su envejecimiento. Ahora bien, la utilización, para la fabricación de una pintura metalizada, de una composición de partículas metálicas que presente un grado más elevado de aglomeración de partículas metálicas, provoca una disminución del aspecto "metalizado" de la pintura y un aumento de la densidad del color asociado. En efecto, la aglomeración de partículas metálicas disminuye la superficie reflejante desarrollada por los pigmentos que, consecuentemente, pierden su fuerza de teñido : en una composición de barnices coloreados que contengan las indicadas partículas, los expresados pigmentos degradan consecuentemente menos la coloración del barniz que las contiene. Por otra parte, la presencia del ácido graso además de los esteres de ácido graso en la composición de partículas limita la eficacia de la trituración garantizando una función lubrificante suplementaria. Además, después de la trituración, la recuperación del disolvente de la trituración, en vistas a su reciclaje, requiere una destilación.

El objetivo de la presente invención estriba en proporcionar nuevas composiciones de pigmentos metálicos que no adolezcan de los inconvenientes de la técnica anterior, así como un procedimiento para la fabricación de dichas composiciones.

El procedimiento que constituye objeto de la invención para la preparación de una composición de pigmentos metálicos, consiste en introducir unas partículas iniciales del metal (Pi) en un líquido de soporte y en someter la mezcla obtenida de esta manera e una trituración. El procedimiento en cuestión se caracteriza porque el líquido de soporte se halla constituido por un éster de un ácido graso R'-COOR en el que R' es un grupo alifático saturado o insaturado que presenta entre 9 y 20 átomos de carbono y R es un alquilo que presente entre 1 y 8 átomos de carbono.

Entre los esteres R'-COOR resultan preferentes aquellos en los que R' es un grupo saturado C_nH_{2n+1}, estando comprendido n entre 9 y 20, y, más en particular, aquellos en los que n es mayor o igual que 9 y menor o igual que 17. A título de ejemplo, resulta posible citar el caprato de metilo, el palmitato de metilo y el estearato de metilo.

El procedimiento puede ser clavado a la práctica para la preparación de composiciones de pigmentos metálicos en las que el metal haya sido elegido entre el aluminio, el cobre, el zinc, el estaño, el oro, la plata, las aleaciones de estos metales, así como los aceros inoxidables y el bronce. El procedimiento resulta particularmente interesante para la preparación de composiciones a base de pigmentos de aluminio que se utilizan en especial para la preparación de pinturas metalizadas.

Las partículas de metal Pi pueden presentarse bajo la forma de cualquier tipo de polvos, constituidos por partículas esencialmente esféricas o no, o por bastoncillos. Estas partículas pueden igualmente hallarse constituidas por unas hojas delgadas, tal como unas hojas de aluminio. En el caso del aluminio, resulta posible utilizar, en particular, unos polvos constituidos por unas partículas cuyo contenido en aluminio metálico sea de al menos un 99% en masa, dotadas de unas dimensiones medias de entre 0,1 y 500 μm. A título de ejemplo, resulta posible citar las partículas de aluminio comercializadas por las sociedades Toyal Europe SA, Toyal America Inc. o Toyo Aluminium K.K., bajo las denominaciones "grade 406S", "grade 409S" y "grade 432".

Preferentemente, la mezcla sometida a la trituración contendrá entre 1 y 10 Kg de líquido de soporte para 1 Kg de partículas Pi.

La trituración tiene el objetivo de deformar plásticamente las partículas metálicas iniciales Pi las cuales, a partir de una forma más o menos esférica o de una forma de películas, se transforman en partículas Pf que presentan un factor de forma (representando la relación entre el espesor medio y el diámetro transversal medio) comprendido entre 1/5 y 1/1000. Las partículas en cuestión pueden presentarse bajo la forma de lentejuelas, de discos o de flocones más o menos

regulares. La forma y las dimensiones de las partículas Pf dependerá de la eficacia de la trituración. Una trituración menos eficaz proporcionará unas partículas Pf regulares de mayores dimensiones. Si el proceso de trituración es más eficaz, eventualmente en unas condiciones de subtrituración, las partículas en curso de formación serán rotas y, proporcionarán unas partículas finales Pf de dimensiones más reducidas, y, eventualmente, más irregulares.

La duración del proceso de trituración se hallará generalmente comprendido entre 1 h y 20 h. Esta duración se regulará en función de la energía desarrollada por el dispositivo de trituración, de la naturaleza de las partículas Pi y del resultados que se desee alcanzar. La duración del proceso de trituración se halla al alcance de los técnicos en la materia.

Al finalizar la etapa de trituración, el contenido en éster de ácido queda ajustada e un valor comprendido entre un 30 y un 90% en masa para formar una composición constituida por unas partículas metálicas Pf y el éster de ácido graso, la cual puede ser directamente utilizada para diferentes aplicaciones que se hayan proyectado, y que puede ser conservada hasta el momento de su utilización. El ajuste puede ser llevado a cabo sometiendo la mezcla obtenida después de la trituración a la acción de un filtro-prensa para eliminar el excedente del líquido de soporte, o añadiendo un éster de ácido graso por malaxado si el contenido resultara insuficiente.

Otro objeto de la invención es una composición de pigmentos metálicos constituida por unas partículas metálicas Pf y un líquido, caracterizada porque el líquido se halla constituido por un ácido graso R'-COOR en el que R' es un grupo alifático saturado o insaturado que presenta entre 9 y 20 átomos de carbono, y R es un alquilo que presenta entre 1 y 8 átomos de carbono.

Resultan particularmente preferidas las composiciones que contengan un éster cuyo substituyente R sea un agrupamiento metilo y el substituyente R' sea un agrupamiento alquilo saturado dotado de entre 9 y 17 átomos de carbono.

El contenido en éster de una composición de acuerdo con la invención se hallará preferentemente comprendido entre un 30 y un 90% en masa.

Las partículas metálicas Pf son unas partículas anisótropas dotadas de unas dimensiones medias inferiores o iguales a 500 μm, y un factor de forma comprendido entre 1/5 y 1/1000. Preferentemente, las partículas Pf serán del tipo lentejuela, con un diámetro transversal medio inferior o igual a 500 μm y un espesor medio inferior o igual a 3 μm.

Una composición de pigmentos metálicos de acuerdo con la presente invención puede ser utilizada en diferentes ámbitos técnicos. Por ejemplo, esta composición puede ser utilizada para la formulación de una pintura metalizada destinada especialmente a la industria del automóvil, o para la formulación de pinturas industriales. Una composición de pigmentos metálicos de acuerdo con la invención puede por otra parte ser utilizada para la formulación de una tinta de impresión o de un material plástico con apariencia metalizada. Además, una composición de pigmentos de acuerdo con la invención puede ser utilizada para la elaboración de una composición cosmética con aspecto metalizado.

Cuando se utiliza una composición de pigmentos de acuerdo con la invención para la elaboración de una pintura metalizada, la forma y las dimensiones de las partículas Pf tiene una influencia sobre el aspecto de la pintura final. De una manera general, siendo por lo restante todas las cosas iguales:

- un aumento del diámetro transversal medio de las partículas induce un aumento del brillo de una pintura en la que dichas partículas se hallen debidamente integradas;
- una disminución del diámetro transversal medio provoca un poder cubriente más elevado que degrada aún más el color asociado a la pintura;
- el aumento de la regularidad de las partículas aumento el brillo de las pinturas que las contiene, mientras que un acusado grado de irregularidad da como resultado unas pinturas de apariencia más mate;
- un aumento de la proporción de partículas favorece la apariencia metalizada de la pintura.

La presente invención se describirá de una manera más detallada por medio de los siguientes ejemplos, a los que, sin embargo, no se halla en absoluto limitada.

Los productos utilizados son los siguientes:

- Polvo de aluminio convencional, no esférico, designado a continuación por Al-05 (d_{50} = 5 μm, Al > 99,7%);
- Polvo de aluminio convencional, no esférico, designado a continuación por Al-10 (d_{55} = 10 μm, Al > 99,7%);
- Laureato de metilo comercializado bajo la denominación Radia 7118 por la sociedad Oléon;
- Barniz nitrocelulósico incoloro, comercializado por la sociedad Nouvion bajo la denominación NS813;

- Barniz nitrocelulósico azul, obtenido mediante la mezcla de barniz nitrocelulósico NS813 y de azul de ftalocianina ;

- Mezcla de ácidos grasos con un fuerte contenido en ácido oléico (90%) comercializado por la sociedad Oléon bajo la denominación Radiacid 294.

En los diferentes ejemplos :

- la trituración se lleva a cabo en un triturador cilíndrico que presenta un diámetro de 50 mm y una profundidad interna de 200 mm, y que contiene 39,2 bolas de acero dotadas de un diámetro inferior a 10 mm;

- la preparación de los barnices se realiza en un mezclador que presenta un movimiento de tipo planetario, comercializado por la sociedad Kurabo bajo la denominación NSB 350N.

Ejemplo 1

Preparación de composiciones de pigmentos de aluminio

Se introduce en un triturador una cantidad n_A de polvo de aluminio Pi, una cantidad n_L de laurato de metilo, y se somete al conjunto a una trituración durante un periodo de 8 horas a 28 t/min.

A la salida de la trituración, se ha obtenido un barro que se tamiza a través de unos tamices de obertura de 25 μm, y después se filtra sobre un filtro de placa. La pasta obtenida después de la filtración se homogeniza por medio de un malaxador de palas del tipo sigma, con adición de un éster para ajustar el porcentaje de éster a un 65%.

El ensayo ha sido repetido modificando la naturaleza y la cantidad de polvo de aluminio Pi, y la cantidad de éster, para obtener las muestras BR03 y BR06, según el cuadro I.

CUADRO I

Muestra	Pi	n_A (g)	n_L (g)
BR03	Al-05	802	2350
BR06	Al-10	892	6200

Se ha reproducido la particular forma operativa de la muestra BR06, para preparar las muestras BR07 y BR011, pero utilizando para BR07 el líquido recuperado después de la etapa de tamizado-filtrado de la muestra BR06, y utilizando seguidamente, para la preparación de cada una de las muestras BRn (n = 8 a 11), el líquido recuperado después de la etapa de tamizado-filtrado de la muestra BR(n-1).

A título comparativo, se ha reproducido la forma operativa del ejemplo 1, pero utilizando como líquido de soporte de la trituración, por una parte, una mezcla de white spirit (n_w, en g) y de Radiacid (n_R, en g) (Ech. BR01-C, BR05-C) y, por otra parte una mezcla de laurato de etilo (n_L, en g) (Ech. BR02-C). Las condiciones particulares se indican en el cuadro 2 que se inserta a continuación.

CUADRO 2

Ech.	Pi	n_A (g)	n_w (g)	N_R (g)	N_L (g)
BR01-C	Al-05	802	2350	124	-
BR02-C	Al-05	802	-	124	2350

Se ha determinado la granulometría antes de llevar a cabo el tamizado de diferentes muestras. Se han dispersado 0,32 g de una muestra en 8 mL de etanol. Después de una redispersión de la mezcla obtenida en 40 mL de etanol y después de una homogenización con una espátula, se ha sometido la mezcla a unos ultrasonidos (60 Hz) durante 3 minutos. Se ha caracterizado seguidamente la mezcla con ayuda de un granulómetro de tipo Malvern Mestersizer 2000, equipado con un módulo de medición en vía liquida Hydro 2000 S.

Los resultados aparecen indicados en el cuadro 3 que figura a continuación.

CUADRO 3

Ech.	D_{10} (µm)	d_{50} (µm)	d_{30} (µm)
BR01-C	7,9	15,7	28.4
BR03	6,2	12,8	24,0
BR02-C	10,2	15,5	34,3
BR06	15,0	24,9	40,9
BR07	14,8	24,4	39,7
BR08	14,2	23,4	38,2
BR09	15,1	24,9	40,5
BR10	15,5	25,5	41,6
BR11	14,0	23,0	37,4

La comparación de los resultados para las muestras (Ech.) BR06 a BR11 según la invención ponen de manifiesto que la utilización del líquido de soporte de la trituración reciclado no degrada la granulometría de los pigmentos.

La comparación entre los resultados obtenidos para BR01-C y para BR03 pone de manifiesto que la distribución de las dimensiones de las partículas es sensiblemente equivalente cuando la mezcla "white spirit + Radiacid" de la técnica anterior (Muestra BR01-C) es sustituida por el éster según la invención (Muestra BR03).

La comparación entre los valores d_{50} obtenidos para BR03 y BR02-C indica la presencia de partículas más voluminosas cuando el líquido de soporte de la trituración esta constituido por una mezcla de laureato de metilo y Radiacid. Se confirma de esta manera que, cuando el líquido de soporte de la trituración es un éster de ácido graso, la presencia del ácido graso disminuye la eficacia de la trituración, en cuyo caso las partículas experimentan una deformación que las hace crecer sin experimentar la ruptura. En este caso, la trituración se realiza sin subtrituración, es decir, sin la generación de lentejuelas de reducida granulometría obtenida por la ruptura de lentejuelas de mayor tamaño.

Ejemplo 2

Evaluación del poder de cobertura de los pigmentos

Se prepara de la siguiente manera una composición de barniz. Se dispersan 1,5 g de una muestra de composición de pigmentos en 48,5 g de barniz nitrocelulósico azul, y se homogeniza la mezcla en un mezclador. Se aplica sobre una hoja de papel el barniz coloreado obtenido de esta manera.

Se prepara de esta manera un barniz azul, por una parte con la composición de pigmentos que constituye objeto de la invención BR03, y, por otra parte, con las composiciones de pigmentos de la técnica anterior BR01-C y BR02-C.

Después de haberse aplicado los respectivos barnices sobre una hoja de papel, se evalúa el poder de cubrición observando por transparencia la luz transmitida a través de cada una de las hojas de papel recubiertas. De esta manera ha podido comprobarse que:

- el barniz obtenido a partir de la composición de pigmentos BR03 tiene un poder de cubrición idéntico al del barniz obtenido a partir de la composición BR01-C, lo que confirma que la mezcla "white spirit - ácido graso" a título de líquido de soporte de la trituración puede ventajosamente ser sustituida por un éster de ácido graso;
- el barniz obtenido a partir de BR02-C tiene un poder de cubrición inferior al del barniz obtenido a partir de BR03.

Este resultado confirma que el laureato de metilo desempeña una función de lubrificante durante la trituración, y que la adición de un ácido graso proporciona un poder lubrificante global muy elevado, que tiende a limitar la eficacia de la trituración y a dar como resultado unas partículas de mayores dimensiones. Consecuentemente, las composiciones de barnices que contienen los pigmentos procedentes de BR02-C tienen un poder de cubrición inferior al de los barnices que contienen los pigmentos procedentes de BR03.

Ejemplo 3

Pruebas de envejecimiento

Se ha comparado el comportamiento a lo largo del tiempo de diferentes composiciones de pigmentos según la invención (BR03, BR06, BR09, BR11), y de la composición de pigmento BR02-C de la técnica anterior. La comparación se ha llevado a cabo mediante una prueba de envejecimiento acelerado, según el siguiente procedimiento.

Para cada una de las composiciones de pigmentos se han preparado dos muestras que se han conservado, respectivamente, a una temperatura de 4ºC, es decir, en unas condiciones en las que resulta admitido que la composición no experimente ninguna evolución, y a 50ºC lo que equivale a provocar un envejecimiento acelerado.

En el curso del envejecimiento, se ha extraído una parte de cada una de las muestras después de 3 meses, 6 meses y 9 meses, y, partir de cada una de las partes extraídas, se ha preparado un barniz nitrocelulósico azul siguiendo la forma operativa del ejemplo 2.

Es ya conocido que, en una composición de pigmentos, los pigmentos tienen tendencia a aglomerarse en el transcurso del tiempo, y que un aumento del porcentaje de aglomeración de los pigmentos en una composición de pigmentos aumenta la intensidad de coloración de la pintura que contiene dicha composición de pigmentos, en detrimento de la fuerza de coloración de los correspondientes pigmentos.

Se ha evaluado la evolución de la fuerza de coloración de los pigmentos mediante el sistema colorométrico CIELab 1976 expresado en coordenadas polares (h, C, L) por medio del parámetro C que informa sobre la saturación de un color. Cuanto mayor es el parámetro C, más puro y saturado es el color. Cuanto más débil es el parámetro C, más se degrada el color tendiendo hacia el gris. De esta manera, si se comparan dos composiciones de barniz que presenten el mismo tono azul (igual parámetro h), el parámetro C será más débil para el barniz en el que los pigmentos se hallen menos aglomerados y presenten una fuerza colorante superior.

Los valores obtenidos por medio de un dispositivo Minolta CR300 se consignan en el cuadro 4 que se inserta a continuación $AC = C_{referencia} - C_t$, siendo C_t el valor medido después del transcurso de un tiempo de envejecimiento t.

CUADRO 4

	ΔC (3 meses)	ΔC (6 meses)	ΔC (9 meses)
BR02-C	-0,72	-0,62	-0,65
BR03	-0,10	0,00	-0,16
BR06	0,01	0,01	0,04
BR09	0,11	0,08	-0,03
BR11	-0,03	-0,11	0,24

De esta manera se pone de manifiesto que, para la muestra BR03 según la invención, C varia muy poco hasta los 9 meses, contrariamente a lo que puede observarse para la muestra BR02-C perteneciente a la técnica anterior, que contiene ácido oléico. La simple observación visual de soportes recubiertos con las respectivas composiciones de barniz, confirma estos resultados. Puede comprobarse igualmente que para las otras muestras de acuerdo con la invención (BR06, BR09 y BR11), C no experimenta prácticamente ninguna variación durante los 9 meses de la prueba de envejecimiento.

Ejemplo 4

Se ha evaluado la influencia de los pigmentos sobre diferentes parámetros de una laca de acabado brillante.

Se prepara de la manera siguiente una composición de pintura designada en lo sucesivo JB 042, que presenta un secado “químico”. Se mezclan 20,0 g de una muestra de la composición de pigmentos BR03 preparada de acuerdo con

el ejemplo 1, con una mezcla de constitutivos que comprende 71,67 g de una resina alquilo-uretano comercializada bajo la denominación Lixchtan UAL 55.55 BT, 1,47 g de sicativos combinados comercializados bajo la denominación Octa Soligen 161/060, 1,2 g de agentes anti-piel comercializados bajo la denominación Exkin 518, y 5,68 g de white spirit. La composición de pintura obtenida de esta manera se homogeniza por medio de un mezclador.

Se prepara de una manera similar una mezcla de referencia designada en lo sucesivo por JB 041, sustituyendo la composición de pigmentos BR03 por la composición de pigmentos de la técnica anterior BR01-C definida en el precedente cuadro 2.

Brillo

Las pinturas metalizadas JB 042 y JB 041 han sido aplicadas con un espesor de película húmeda de 150 μm sobre una placa metálica. El brillo de la película de pintura ha sido evaluado bajo un ángulo de 60 y de 85 grados en diferentes tiempos de observación. Los resultados han sido indicados en el cuadro 5 que se inserta a continuación. J+1, J+7 y J+30 designan el momento de la observación, es decir, respectivamente, 1 día, 7 días y 30 días después de haberse depositado le correspondiente película de pintura.

CUADRO 5

	J+1		J+7		J+30	
	60º	85º	60º	85º	60º	85º
JB 041	58,5	66,5	55,7	65,9	53,2	64,4
JB 042	74,5	91,1	55,5	83,5	54,4	78

Estos resultados ponen de manifiesto que el brillo de la película de acuerdo con la invención es netamente superior al correspondiente a la película realizada de acuerdo con la técnica anterior a J+1. La diferencia de brillo disminuye en el transcurso del tiempo, pero de todas formas el brillo permanece superior para la película realizada de acuerdo con la invención.

Prueba de envejecimiento acelerado

Las pinturas metalizadas JB 041 y JB 042 han sido aplicadas con un espesor de película húmeda de 150 m sobre una placa metálica. Las placas obtenidas de esta manera han sido conservadas en la obscuridad y a intervalos regulares se han medido sus coordenadas colorimétricas (Sistema Lab), con objeto de evaluar una eventual modificación de su color (amarillamiento). Los resultados han sido consignados en el cuadro 6 que se inserta a continuación.

CUADRO 6

	J+1			J+7			J+14			J+30		
	L*	a*	b*	L*	a*	b*	L*	a*	b*	L*	a*	b*
JB 041	78,12	-0,54	-1,73	78,32	-0,55	-1,68	78,58	-0,55	-1,58	78,64	-0,65	-1,46
JB 042	76	-0,55	-1,75	76,86	-0,57	-1,7	76,88	-0,57	-1,56	77	-0,67	-1,39

Estos resultados ponen de manifiesto una evolución similar de las coordenadas calorimétricas de las películas de pintura, especialmente el parámetro b*, cuya evolución hacia los valores positivos indica un amarillamiento de la película, que aumenta de la misma manera para la pintura de referencia JB 041 y para la pintura objeto de la invención JB 042.

Secado de la película de pintura

Se aplican las pinturas metalizadas JB 041 y JB 042 con un espesor de película húmeda de 100 μm sobre una placa de vidrio. Se mantiene sobre la película de pintura húmeda, por medio de un peso de 10 g, una bola metálica. Se imprime a esta bola un movimiento de traslación lineal a una velocidad constante (6 cm/h), la cual, de esta manera, se desplaza linealmente sobre la superficie de la película de pintura determinando una pista cuyo análisis pone de manifiesto la naturaleza del secado en función del tiempo.

De una manera típica, se considera que la película empieza a secarse cuando no se cierra sobre sí misma después del paso de la bola, se entiende que hay un secado superficial cuando la película empieza a presentar arranques y que existe un secado a fondo cuando desaparecen los arrancamientos y que se ha completado el secado cuando la bola no deja ningún tipo de trazos sobre el substrato.

Los resultados obtenidos aparecen resumidos en el cuadro 7 que se inserta a continuación.

CUADRO 7

	JB 041	JB 042
La película no se cierra	20 min	50 min
Inicio de los arrancamientos	30 min	1 h
Final de los arrancamientos	4h30	5h10
Final de la traza de la bola*	> 11h	> 11 h

*: La prueba tiene una duración de 11 h, de manera que resulta posible que el trazo efectuado por la bola permanezca siempre presente después de este lapso de tiempo sin que ello se ponga en evidencia.

La fase inicial del proceso de secado se prolonga 30 min para la pintura metalizada JB 042 y el retraso ocasionado durante la primera etapa del proceso de secado permanece estable a todo lo largo de las diferentes etapas. Esta circunstancia, tiende consecuentemente a poner de manifiesto que las otras fases del proceso de secado se realizan siguiendo una cinética similar a la correspondiente a la pintura de la técnica anterior JB 041.

Dureza de la película de pintura

Se aplican las pinturas metalizadas JB 041 y JB 042, con un espesor de película húmeda de 150 μm, sobre una placa metálica. Las placas producidas de esta manera se someten a la prueba del péndulo de Persoz con objeto de evaluar su grado de dureza. Se sitúa el péndulo sobre la superficie de la película de pintura y se le imprime una oscilación. Cuanto más elevado sea el grado de dureza de la pintura, más débil será el efecto de amortiguación de las oscilaciones y más importante será el tiempo de oscilación. Consecuentemente, resulta posible "expresar" la dureza en segundos, indicando un tiempo más prolongado un grado superior de dureza. Los resultados aparecen consignados en el cuadro 8 que figura a continuación

CUADRO 8

	J+1	J+2	J+7	J+14	J+36
JB 041	47,3	55,7	75,3	126,3	217,3
JB 042	47	91	144,3	144,3	209

La dureza inicial (1 día después de la aplicación) es idéntica para las dos películas de pintura. A continuación, el grado de dureza aumenta de una manera más importante para la película JB 042 según la invención. Pero después de 30 días, las dos películas presentan un grado de dureza similar.

En estas condiciones, del conjunto de las pruebas llevadas a cabo puede concluirse que la sustitución de los pigmentos de la técnica anterior por los pigmentos que constituyen objeto de la presente invención en una composición de pintura del tipo alquilo-uretano no representa ninguna modificación de los principales parámetros característicos de la pintura, es decir, el brillo, la estabilidad, los tiempos de secado y la dureza.

Referencias citadas en la descripción

Esta lista de referencias citadas por el solicitante se dirige exclusivamente a ayudar al lector y no forma parte del documento de patente europea. Incluso si en su concepción se ha observado el máximo cuidado, no pueden excluirse errores u omisiones y la OEB declina cualquier responsabilidad en este sentido.

Documentos de patente citados en la descripción

- US 2002891 A (0002)
- EP 0936253 A (0003)

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para la preparación de una composición de pigmentos metálicos, consistente en introducir unas partículas iniciales de metal (Pi) en un líquido de soporte y en someter a la mezcla obtenida de esta manera a una trituración, **caracterizado** porque el líquido de soporte se halla constituido por un éster de un ácido graso R'-COOR en el que R' es un grupo alifático saturado o insaturado que posee entre 9 y 20 átomos de carbono, y R es un alquilo que posee entre 1 y 8 átomos de carbono.

2. Procedimiento según la reivindicación 1, **caracterizado** porque el éster R'-COOR se elige entre aquellos en los que R' es un grupo saturado C_nH_{2n+1}, estando n comprendido entre 9 y 20.

3. Procedimiento según la reivindicación 2, **caracterizado** porque el éster es el laureato de metilo.

4. Procedimiento según la reivindicación 1, **caracterizado** porque las partículas de metal Pi se eligen entre las partículas de aluminio, de cobre, de zinc, de estaño, de oro, de plata, o de aleaciones de estos metales, así como entre las partículas de acero inoxidable o de bronce.

5. Procedimiento según la reivindicación 1, **caracterizado** porque las partículas metálicas Pi presentan una dimensión media de entre 0,1 y 500 m.

6. Procedimiento según la reivindicación 1, **caracterizado** porque la mezcla sometida a trituración contiene entre 1 y 10 kg de líquido de soporte para 1 kg de partículas Pi.

7. Procedimiento según la reivindicación 1, **caracterizado** porque la duración del proceso de trituración se halla comprendida entre 1 h y 20 h.

8. Procedimiento según la reivindicación 1, **caracterizado** porque, al finalizar la etapa de trituración, el contenido en éster de ácido es ajustado a un valor comprendido entre 30 y 90% en masa de la masa total.

9. Composición de pigmentos metálicos constituida por unas partículas metálicas Pf y un líquido, **caracterizada** porque el líquido es un éster de un ácido graso R'-COOR en el que R' es un grupo alifático saturado o insaturado que posee entre 9 y 20 átomos de carbono, y R es un alquilo que posee entre 1 y 8 átomos de carbono.

10. Composición según la reivindicación 1, **caracterizada** porque R es un metilo y R' es una agrupación alquilo saturada que posee entre 9 y 17 átomos de carbono.

11. Composición según la reivindicación 1, **caracterizada** porque el contenido en éster se halla comprendido entre un 30 y un 90% en masa.

12. Composición según la reivindicación 9, **caracterizada** porque las partículas metálica Pf son partículas anisótropas que presentan unas dimensiones medias inferiores o iguales a 500 μm y un factor de forma, que es la proporción entre el espesor medio y el diámetro transversal medio, comprendido entre 1/5 y 1/1000.

13. Composición según la reivindicación 12, **caracterizada** porque las partículas son del tipo lentejuelas, con un diámetro transversal medio inferior o igual a 500 μm y un espesor medio inferior a 3 μm.

14. Composición según la reivindicación 9, **caracterizada** porque el éster es el laureato de metilo y las partículas metálicas se hallan constituida por lentejuelas de aluminio.

15. Composición de pintura, **caracterizada** porque contiene una composición de pigmentos metálicos según la reivindicación 9.

16. Composición de tinta, **caracterizada** porque contiene una composición de pigmentos metálicos según la reivindicación 9.

17. Composición de material plástico con apariencia metalizada, **caracterizada** porque contiene una composición de pigmentos metálicos según la reivindicación 9.

18. Composición cosmética con una apariencia metalizada, que contiene una composición de pigmentos metálicos según la reivindicación 9.