

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **3 013 877**

51 Int. Cl.:

G01J 3/46 (2006.01)

B05D 5/06 (2006.01)

G01J 3/50 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **23.05.2018 PCT/US2018/034096**

87 Fecha y número de publicación internacional: **29.11.2018 WO18217867**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **23.05.2018 E 18806687 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **25.12.2024 EP 3631418**

54 Título: **Medición de la intensidad del color de una composición de revestimiento en múltiples ángulos**

30 Prioridad:
24.05.2017 US 201762510516 P

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
15.04.2025

73 Titular/es:
**SWIMC LLC (100.00%)
101 West Prospect Avenue, 1100 Midland
Building
Cleveland, OH 44115, US**

72 Inventor/es:
**SUPÈR, HENDRIKA, T.J. y
DE HAAS, KLAAS H.**

74 Agente/Representante:
DEL VALLE VALIENTE, Sonia

ES 3 013 877 T3

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

DESCRIPCIÓN

Medición de la intensidad del color de una composición de revestimiento en múltiples ángulos

5 **Campo**

Esta invención se refiere a un método para medir la intensidad del color de un lote coloreado.

10 **Antecedentes**

10 Las composiciones de revestimiento fabricadas en fábrica (p. ej., pinturas) pueden suministrarse con una variedad de reflectividades superficiales de pintura terminada (p. ej., brillante, satinado, mate, etc.), en una variedad de colores y usando una variedad de aglutinantes filmógenos (p. ej., látex, alquido, líquido bicomponente, polvo, etc.). Se usan con frecuencia técnicas de producción por lotes para preparar dichas composiciones. Es importante
15 mantener la consistencia entre lotes en una serie de propiedades de aspecto y rendimiento para que las composiciones elaboradas en diferentes lotes de fabricación sean iguales entre sí antes, durante y después de la aplicación. Entre dichas características, el color y la intensidad del color son especialmente importantes y, si no son consistentes de un lote a otro, pueden generar objeciones por parte de los usuarios finales.

20 Se realiza la igualación de colores normalmente haciendo mediciones de reflexión espectral, procesando los datos en el software y aplicando factores de criterio. Existe una gran variedad de instrumentos de igualación del color de proveedores como Byk-Gardner GmbH, Datacolor y X-Rite, Inc. La obtención de un color consistente entre lotes es razonablemente sencilla y puede automatizarse al menos parcialmente.

25 La igualación de la intensidad del color (también denominada intensidad del tinte o intensidad del color cromático) se lleva a cabo de manera diferente a la igualación del color, debido en parte a que la intensidad del color depende del grado en que las partículas de pigmento se han dispersado en otros ingredientes de la composición de revestimiento durante la denominada etapa de molienda, del tamaño de las partículas del pigmento y del grado de humectación del pigmento en la composición de revestimiento terminada, y de la naturaleza generalmente subjetiva de la evaluación
30 de la intensidad del color. En la etapa de molienda, los pigmentos y los medios de molienda adecuados se combinan con una porción de los ingredientes restantes de la composición de revestimiento y se mezclan para desaglomerar y dispersar las partículas de pigmento. Esto puede realizarse, por ejemplo, usando un mezclador de alta velocidad, un molino de bolas, un molino de perlas, un molino de barras u otro dispositivo de mezcla. La dispersión resultante se denomina “base de molienda” o “molturado”, y se puede utilizar para fabricar composiciones de revestimiento líquidas o en polvo. La extensión de la molienda influye significativamente en la intensidad del color. Si la base de molienda o el molturado no se han molido lo suficiente, tanto esta como las composiciones de revestimiento hechas a partir de ella mostrarán una baja intensidad de color. La intensidad del color de la base de molienda o del molturado será especialmente importante cuando la base de molienda o el molido se usen como un producto intermedio que se
35 mezclará con otros componentes para hacer una serie de productos para la composición de revestimiento final.

40 La base de molienda o el molturado pueden “soltarse” (es decir, combinarse) con los ingredientes restantes de la composición de revestimiento y mezclarse adicionalmente hasta obtener una composición de revestimiento terminada que tenga las cualidades deseadas. En las fábricas de pinturas, la calidad de la dispersión y la intensidad del color de la pintura acabada tradicionalmente se han evaluado subjetivamente por uno o más técnicos expertos,
45 que pueden emplear calibradores de molienda Hegman, trazados sobre gráficos de ocultación y otros equipos o técnicas para completar su evaluación.

Es especialmente difícil mantener una intensidad de color consistente entre lotes para las composiciones de revestimiento que contienen los denominados pigmentos de “efecto”. Los pigmentos de efecto proporcionan una
50 apariencia brillante y se utilizan ampliamente, por ejemplo, en vehículos de fabricantes de equipos originales (OEM), como automóviles, camiones y autobuses, para proporcionar acabados de pintura metálica. El aspecto de las composiciones de revestimiento que contienen pigmentos de efecto puede variar significativamente según el ángulo de observación y las condiciones de iluminación y, en consecuencia, puede haber diferencias de opinión pequeñas pero no obstante significativas entre los técnicos expertos con respecto a la intensidad cromática percibida de un lote coloreado concreto que contiene pigmentos de efecto. Joseph V. Koleske, “Mass Color and Tinting Strength of Pigments” in “Paint and Coating Testing Manual, 15th Edition of the Gardner-Sward Handbook”, ASTM Stock Number: MNL17-2nd, ASTM International, West Conshohocken, PA, EE. UU., publicado en 2012, capítulo 46, páginas 591 a 597, describe las mediciones del color de la masa y la fuerza de coloración de las dispersiones de pigmentos.

60 El documento US 2002/0174804 A1 describe un proceso para fabricar una dispersión pigmentada que se ajusta con una dispersión líquida estándar. El proceso utiliza una técnica de medición húmeda que mide la transmitancia espectral de la dispersión húmeda sobre el espectro visible y determina a partir de la misma la fuerza de coloración de la dispersión.

65 El documento US 2014/0242271 A1 se refiere a un método para igualar el color y la apariencia de un revestimiento objetivo de un artículo, particularmente un revestimiento objetivo que comprende uno o más pigmentos de efecto. El método incluye las etapas que utilizan los valores de brillo del revestimiento objetivo; datos de color del revestimiento

objetivo; y valores de flop basados en los datos de color; para identificar y seleccionar fórmulas coincidentes en función de las diferencias de brillo, las diferencias de valores flop y los índices de diferencia de color.

5 A partir de lo anterior, se apreciará que lo que se necesita en la técnica son técnicas mejoradas de medición de la intensidad del color. Dichas técnicas y su uso en la fabricación de pinturas y otras composiciones de revestimiento se describen y reivindican en la presente descripción.

Resumen de la invención

10 Las técnicas actuales de medición de la intensidad del color se basan normalmente en colores sólidos (es decir, sin efectos) y suelen emplear la denominada geometría 45/0 (iluminación a 45° desde una línea normal de 0° trazada perpendicular a la superficie iluminada y detección a 0°), o la denominada geometría "D/8" (iluminación difusa que utiliza una esfera integradora blanca y detección a 8° con respecto a la normal). Al hacerlo, no se tiene en cuenta la dependencia del ángulo de los pigmentos de efecto.

15 La presente invención proporciona un método para medir la intensidad del color de un lote coloreado, comprendiendo el método:

20 a) revestir sobre un sustrato una porción de un primer lote coloreado que comprende uno o más pigmentos dispersos en uno o ambos de un soporte y un aglutinante, incluyendo el primer lote coloreado opcionalmente uno o más pigmentos de efecto, para formar una película de prueba revestida;

b) endurecer opcionalmente la película de prueba;

25 c) iluminar la película de prueba y medir la intensidad de la luz reflejada o absorbida por la película de prueba en una pluralidad de combinaciones de ángulos de iluminación y ángulos de medición, y en una o más longitudes de onda;

30 d) calcular una pluralidad de intensidades de color para la película de prueba en dicha pluralidad de combinaciones de ángulos de iluminación y ángulos de medición, y en dichas una o más longitudes de onda;

e) determinar una intensidad de color compuesta para la película de prueba mediante la aplicación de factores de ponderación no uniformes a dicha pluralidad de intensidades de color, tal como se define en la reivindicación 1.

35 Las etapas mencionadas anteriormente pueden realizarse junto con una o más etapas adicionales opcionales de:

f) comparar dicha intensidad de color compuesta con una o más intensidades de color compuestas históricas o recientes obtenidas de una o más películas de referencia medidas y revestidas de manera similar hechas a partir de uno o más lotes del segundo color (es decir, de referencia) preparados previamente o preparados de forma simultánea; o

40 g) aceptar, rechazar, mezclar, moler o ajustar la composición de una parte restante del primer lote coloreado de este tipo, u opcionalmente añadir a dicha parte restante pigmentos sin efecto, pigmentos con efecto, soporte, aglutinante o pigmentos sin efecto o con efecto dispersos en uno o ambos de un soporte y un aglutinante, para proporcionar un tercer lote coloreado cuya intensidad de color compuesto medida de manera similar esté dentro de la tolerancia deseada de la intensidad de color del compuesto del segundo lote coloreado.

45 No es necesario que las etapas citadas anteriormente se realicen todas al mismo tiempo, en el mismo lugar o en el orden mencionado.

50 El método descrito facilita la fabricación de lotes coloreados que tienen una intensidad de color más uniforme o una intensidad de color deseada.

55 Aunque partes de la siguiente descripción se refieren a pinturas, el método descrito es aplicable a los revestimientos en general, incluidos los revestimientos en polvo y los recubrimientos extruidos, y especialmente a las composiciones de revestimiento que contienen pigmentos de efecto.

Breve descripción de los dibujos

60 La **Fig. 1** es una vista lateral esquemática que muestra un ángulo de iluminación a 45° con respecto a lo normal y una pluralidad de ángulos de medición para su uso en el método descrito;

la **Fig. 2** es una vista lateral esquemática que muestra una pluralidad de ángulos de iluminación y un ángulo de medición a 45° con respecto a lo normal para su uso en el método descrito;

65 la **Fig. 3** es una vista lateral esquemática que muestra una pluralidad de ángulos de iluminación y una pluralidad de ángulos de medición para su uso en el método descrito; y

de la **Fig. 4** a la **Fig. 9** son gráficos que comparan las intensidades de color visuales y calculadas.

Los símbolos de referencia similares en las diversas figuras del dibujo indican elementos similares. Los elementos del dibujo no están a escala.

- 5
- Descripción detallada**
- La mención de un intervalo numérico usando valores en el intervalo de extremos incluye todos los números incluidos dentro de ese intervalo (p. ej., de 1 a 5 incluye 1, 1,5, 2, 2,75, 3, 3,80, 4, 5, etc.).
- 10
- Los términos “un”, “una”, “el/la”, “al menos uno/a” y “uno/a o más” se usan de manera indistinta. Así, por ejemplo, una pintura descrita como conteniendo “un” pigmento contiene “uno o más” pigmentos.
- 15
- El término “promedio”, cuando se usa con respecto a un conjunto de medidas o valores, significa un número (como una media aritmética, una mediana, una moda u otro descriptor) que caracteriza y representa la tendencia central de dicho conjunto. A menos que se especifique lo contrario, el término “promedio” normalmente se referirá a una media aritmética.
- 20
- El término “aglutinante” significa un polímero natural o sintético adecuado para su uso en una pintura u otra composición de revestimiento.
- El término “portador” cuando se usa con respecto a una composición de revestimiento líquida significa un diluyente volátil que ayuda a formar una película de revestimiento a partir de la composición de revestimiento y que se evapora a medida que la composición de revestimiento se seca o cura.
- 25
- El término “croma” significa el componente radial C* de la representación de coordenadas cilíndrica (es decir, CIELCh) del espacio de color CIE 1976 (L*, a*, b*). En términos más generales, la croma indica la extensión de color o saturación de color con respecto al brillo de un área iluminada similar que parece ser blanca o altamente transmisora.
- 30
- El término “coloreado” cuando se usa con respecto a una composición de revestimiento significa que tiene un color distinto del blanco o el negro. Por lo tanto, el término coloreado incluye una composición de revestimiento que obtiene su coloración a partir de pigmentos de color gris plateado. En términos más generales, el término coloreado significa tener un matiz y, en términos más específicos, coloreado significa tener un valor de croma C* distinto de cero.
- 35
- El término “lote coloreado” significa, según lo requiera el contexto, una composición de revestimiento a base de molienda, molido, decapado o acabado.
- El término “esfera difusa” significa una esfera integradora hueca para dispersar y medir la luz incidente, por ejemplo, una esfera de Ulbricht.
- 40
- El término “revestimiento de efecto” significa una composición de revestimiento que contiene uno o más pigmentos de efecto y, opcionalmente, uno o más pigmentos o tintes sólidos sin efecto en un aglutinante, en donde la concentración de pigmento o tinte sólido (si está presente) en el aglutinante es tal que una capa endurecible del revestimiento sobre un sustrato proporcionará un medio translúcido a través del cual los pigmentos de efecto son visibles (es decir, no está completamente enmascarada por el pigmento o tinte sólido).
- 45
- El término “pigmento de efecto” significa una colección de partículas sólidas que, cuando se dispersan en un aglutinante adecuado y se evalúan mediante una medición de color de múltiples ángulos, muestran una diferencia de color distinta de cero entre al menos dos ángulos de medición diferentes. En términos más generales y sin la ayuda de instrumentos, las partículas de pigmento efectivo dispersas en una capa de composición de revestimiento acabada proporcionarán normalmente efectos de destello o cambio de color visualmente perceptibles y dependientes del ángulo.
- 50
- El término “formador de película” cuando se usa con respecto a un aglutinante significa que, tras la aplicación del aglutinante a un sustrato (opcionalmente con la ayuda de un codisolvente, un disolvente coalescente o calor adecuados), el aglutinante es capaz de coalescer o consolidarse de otro modo para formar una película continua del aglutinante sobre el sustrato.
- 55
- El término “escama” cuando se usa con respecto a un pigmento de efecto revestido se refiere a partículas generalmente planas y con una relación de aspecto elevada (p. ej., 10:1 o más) que tienen una longitud y anchura mucho mayores que el espesor.
- 60
- La expresión “poder de ocultación” cuando se usa con respecto a una capa aplicada y seca o curada de una composición de revestimiento que contiene pigmento significa que la capa seca o curada contiene suficiente pigmento o tiene un espesor de capa suficiente para oscurecer u ocultar sustancialmente una capa subyacente. El poder de ocultación se puede medir según el método ASTM D-2805, utilizando caladas secas sobre gráficos Leneta de Forma 3B preparados con un espesor de película húmeda fijo, para evaluar si la capa de revestimiento aplicada oscurecerá la parte negra del gráfico Leneta lo suficientemente como para que el valor de luminosidad del revestimiento L* sobre la parte negra del gráfico Leneta sea al menos un porcentaje especificado del valor de luminosidad del revestimiento
- 65

L* sobre la parte blanca del gráfico. Los porcentajes de poder de ocultación ilustrativos pueden ser, por ejemplo, al menos el 90 %, al menos el 95 % o al menos el 98 % de dicho valor de luminosidad del revestimiento L* sobre la parte blanca del gráfico para un revestimiento con un grosor de la película seca de 20 micrómetros.

- 5 El término “matiz” cuando se usa con respecto a un pigmento o una composición de revestimiento aplicada significa tener un color medido usando las coordenadas a* y b* del espacio de color CIE 1976 (CIELab). Los tonos ilustrativos incluyen rojo, verde, azul, amarillo, naranja y violeta.

10 El término “ángulo de iluminación” significa el ángulo en el que los rayos de luz de una fuente de luz (p. ej., una fuente de luz puntual, agrupada o coherente) se dirigen sobre un sustrato revestido. Los ángulos de iluminación normalmente se identifican con respecto a una línea trazada normal a la superficie iluminada, empleándose habitualmente un ángulo de iluminación de 45°. Para la obtención de una primera medición en un ángulo de medición específico a partir de una fuente de luz puntual en un ángulo de iluminación específico, y la obtención de una segunda medición en el mismo ángulo de medición utilizando una fuente de luz difusa, se considerará el uso de un ángulo de medición y dos ángulos de iluminación.

15 El término “dispersión” significa una mezcla hecha mediante la combinación de una dispersión a base de molienda, o una mezcla agitada que contiene pigmento en uno o ambos de un portador o aglutinante, con ingredientes adicionales de la composición de revestimiento cuyas características de color son conocidas. Sin embargo, la mera adición de un portador o diluyente para mejorar o ajustar las características de la aplicación no se considerará como hacer una dispersión. Los ingredientes adicionales de la composición de revestimiento pueden incluir uno o múltiples tipos de pigmentos que pueden ser iguales o diferentes de los otros pigmentos presentes en la dispersión base de molienda o en la mezcla agitada. Normalmente, la composición de revestimiento adicional contiene un tipo de pigmento, tal como un pigmento negro o un pigmento blanco. La intensidad del color de una mezcla puede evaluarse en un estado no curado (p. ej., a granel, húmedo o como parte de una medición en planta en línea) o puede evaluarse después de que se haya aplicado una película continua de la dispersión (p. ej., mediante pulverización, rodillo, revestimiento con cuchilla u otra técnica de aplicación adecuada) y se haya secado o curado para formar una capa de revestimiento endurecida.

20 El término “tono de masa” significa una dispersión a base de molienda que aún no se ha dispersado (es decir, que aún no se ha mezclado con ingredientes adicionales de la composición de revestimiento).

30 El término “ángulo de medición” significa el ángulo en el que se obtienen el color y la intensidad de la luz reflejada o la captura de una imagen de luz reflejada utilizando un espectrofotómetro, fotodetector, cámara, colorímetro u otro dispositivo que pueda registrar la información y la intensidad del color. Los ángulos de medición pueden especificarse como ángulos positivos o negativos con respecto a un ángulo cero dibujado ortogonal a un rayo de luz desde una fuente de luz puntual que opera en un ángulo de iluminación específico (como la geometría 45/0 descrita anteriormente), o pueden especificarse con referencia a una línea normal trazada perpendicular a la superficie iluminada (como la geometría D/8 discutida anteriormente). Las mediciones se pueden informar en función de la luz reflejada o, mediante la comparación con la luz de la fuente, se pueden informar en función de la luz absorbida. La obtención de una primera medición en un ángulo de medición específico a partir de una fuente de luz puntual en un ángulo de iluminación específico, y la obtención de una segunda medición utilizando una esfera difusa y el mismo ángulo de medición, se considerarán como el uso de una pluralidad de ángulos de iluminación y un ángulo de medición.

35 Los términos “base de molienda” y “pasta de pigmento” significan una dispersión de pigmento coloreado y, opcionalmente, otros ingredientes sólidos o disueltos en un soporte adecuado.

40 El término “no uniforme” cuando se usa con respecto a una pluralidad de factores de ponderación significa que al menos un factor de ponderación es diferente de los factores de ponderación restantes.

45 El término “pintura” significa un material formador de película pigmentado que puede proporcionar un revestimiento sobre un sustrato. Las pinturas incluyen cada uno de los imprimadores, capas intermedias, capas superiores, tintes y otros revestimientos que, en general, pueden tener una variedad de funciones (p. ej., revestimientos protectores, aislantes, reflectantes o decorativos), e incluyen tanto composiciones de revestimiento líquidas como composiciones de revestimiento en polvo. Tal como se suministran en un recipiente (p. ej., una lata, bolsa o contenedor), las pinturas pueden tener una viscosidad relativamente alta, p. ej., más de 1000 centipoises (es decir, más de 1000 mPa·s). Si se prepara para pulverizar, la viscosidad puede ser inferior, p. ej., inferior a unos pocos cientos de centipoises (es decir, inferior a unos pocos cientos de mPa·s).

50 Los términos “polímero” y “polimérico” incluyen homopolímeros así como copolímeros de dos o más monómeros.

55 Los términos “preferido/a” y “preferiblemente” se refieren a realizaciones de la invención que pueden proporcionar ciertos beneficios, en determinadas circunstancias. Sin embargo, también pueden preferirse otras realizaciones, en las mismas u otras circunstancias. Además, la mención de una o más realizaciones preferidas no implica que otras realizaciones no sean útiles y no se pretende excluir otras realizaciones del alcance de la invención.

60

65

La expresión “a base de disolventes” cuando se usa con respecto a una composición de revestimiento significa que el portador líquido principal para dicha composición de revestimiento es un disolvente no acuoso o una mezcla de disolventes no acuosos.

- 5 El término “tolerancia” significa un intervalo de variaciones permisibles en una medición o cálculo deseado. A modo de ejemplo, una tolerancia del $\pm 5\%$ corresponde al 95 al 105 % de una medición o cálculo deseado, y una tolerancia del $\pm 3\%$ corresponde al 97 al 103 % de una medición o cálculo deseado.

10 La expresión “a base de agua” cuando se usa con respecto a una composición de revestimiento significa que el portador líquido principal para dicha composición de revestimiento es agua.

El término “factores de ponderación” significa los coeficientes aplicados a una serie de mediciones o cálculos para asignar diferentes contribuciones de cada medición o cálculo a una medición o cálculo global.

15 La **Fig. 1** muestra un aparato y un método para medir la luz reflejada usando un único ángulo de iluminación, una pluralidad de ángulos de medición y sobre una longitud de onda o sobre una pluralidad de longitudes de onda o intervalos de longitud de onda. El sustrato **100** está revestido con una película **102** de pintura que contiene escamas **104** de pigmento de efecto dispersas en un aglutinante **106**. La línea **N** normal es ortogonal a la superficie superior **108** de la película **102**. La película **102** está iluminada por la fuente de luz **I**. La fuente **I** puede estar dispuesta en una variedad de ángulos de iluminación deseados y, como se representa en la **Fig. 1**, está orientada a 45° con respecto a la línea **N** normal, y a 90° con respecto al rayo **R** de reflexión especular. Al rayo **R** de reflexión se le ha asignado un valor de referencia angular de 0° . En aras de la simplicidad, los rayos de luz mostrados en la **Fig. 1** (y en la **Fig. 2** y la **Fig. 3**, descritas más adelante) se representan reflejándose desde la superficie superior de la película **102**. Sin embargo, como apreciarán los expertos en la materia, la mayor parte de la luz incidente de la fuente **I** se reflejará realmente en las escamas **104** de pigmento, y una parte de la luz incidente de la fuente **I** puede reflejarse en el sustrato **100**. La fuente **I** puede ser una fuente monocromática (p. ej., un diodo emisor de láser u otra fuente de luz coherente, o luz de un prisma, rejilla holográfica u otra rejilla óptica, u otro dispositivo de difracción) que proporciona iluminación en una longitud de onda o centrada en ella. La fuente **I** también puede ser una fuente policromática que proporciona iluminación en una pluralidad de longitudes de onda o intervalos de longitud de onda. Esto puede lograrse de varias maneras (no se muestran individualmente en la **Fig. 1**), moviendo, por ejemplo, una pluralidad de fuentes monocromáticas I_1, I_2, \dots, I_n en la posición mostrada para la fuente de luz **I** y, por lo tanto, iluminando sucesivamente el sustrato **100** en una pluralidad de longitudes de onda; situando adecuadamente un prisma móvil o una rejilla óptica (p. ej., una rejilla reflectante holográfica) en la trayectoria de la luz desde la fuente **I** hasta el sustrato **100** e iluminando así sucesivamente el sustrato **100** en una pluralidad de longitudes de onda o intervalos de longitud de onda; o interponiendo una pluralidad de filtros de colores en la trayectoria de la luz desde la fuente **I** hasta el sustrato **100** e iluminando así sucesivamente el sustrato **100** en una pluralidad de intervalos de longitud de onda. El color y la intensidad de la luz reflejada se pueden obtener en una variedad de ángulos de medición usando uno o más fotodetectores fijos o móviles, tales como fotodetectores en las posiciones **P**₁ a **P**₆ que, como se representa en la **Fig. 1**, están orientados en los ángulos de medición **M**₁ a **M**₆ de $-15^\circ, 15^\circ, 25^\circ, 45^\circ, 75^\circ$ y 110° con respecto al rayo **R**. Los fotodetectores en las posiciones **P**₁ a **P**₆ pueden ser detectores de amplio espectro o cada uno puede ser una pluralidad de detectores monocromáticos que, p. ej., pueden moverse individualmente a las posiciones **P**₁ a **P**₆ para medir así sucesivamente la reflexión del sustrato **100** en una pluralidad de longitudes de onda. También se pueden interponer prismas móviles, rejillas ópticas o filtros (no mostrados en la **Fig. 1**) entre el sustrato **100** y los fotodetectores en las posiciones **P**₁ a **P**₆ para permitir la medición de la luz reflejada en una pluralidad de longitudes de onda o intervalos de longitud de onda.

45 La **Fig. 2** muestra un aparato y un método para medir la luz reflejada usando una pluralidad de ángulos de iluminación, un único ángulo de medición y sobre una longitud de onda o sobre una pluralidad de longitudes de onda o intervalos de longitud de onda. El sustrato **100**, la película **102**, las escamas **104** de pigmento, la superficie superior **108** y la línea normal **N** son como en la **Fig. 1**. El color y la intensidad de la luz reflejada de las fuentes de iluminación **I**₁ a **I**₆ se pueden obtener usando el fotodetector **P**. Utilizando la misma referencia angular de 0° empleada en la **Fig. 1**, el fotodetector **P** se orienta a 90° con respecto a la referencia **R** de 0° . Las fuentes de iluminación **I**₁ a **I**₆ están orientadas respectivamente a $-15^\circ, 15^\circ, 25^\circ, 45^\circ, 75^\circ$ y 110° con respecto a la referencia **R**, y proporcionan los correspondientes rayos de reflexión especular que, por motivos de simplicidad, no se muestran en la **Fig. 2**. Usando múltiples fuentes de luz monocromáticas o policromáticas, fotodetectores, prismas móviles, rejillas o filtros apropiados como los descritos anteriormente en relación con la **Fig. 1**, el aparato y el método de la **Fig. 2** pueden usarse para medir sucesivamente la reflexión de la película **102** usando una pluralidad de ángulos de iluminación, un único ángulo de medición y en una o una pluralidad de longitudes de onda o intervalos de longitud de onda.

60 Como se muestra en la **Fig. 3**, las características de la **Fig. 1** y la **Fig. 2** pueden combinarse para proporcionar un aparato y un método para medir la luz reflejada usando una pluralidad de ángulos de iluminación, una pluralidad de ángulos de medición y en una o una pluralidad de longitudes de onda o intervalos de longitud de onda. El sustrato **100**, la película **102**, las escamas **104** de pigmento, la superficie superior **108** y la línea normal **N** son como en la **Fig. 1**. Las fuentes de iluminación **L**₁ y **L**₂ proporcionan los correspondientes rayos de reflexión especular **Y**₁ e **Y**₂. Usando la misma referencia angular de 0° empleada en la **Fig. 1** y la **Fig. 2**, las fuentes de iluminación **L**₁ y **L**₂ se orientan respectivamente a 90° y 60° con respecto al rayo **Y**₁ de reflexión de referencia (cuya orientación es la misma que la del rayo **R** en la **Fig. 1**), y a 45° y 15° con respecto a la línea normal **N**. Por consiguiente, el rayo **Y**₂ de reflexión especular se sitúa en un valor de referencia de 30° con respecto al rayo **Y**₁. El color y la intensidad de

los rayos reflejados X_1 , X_2 , X_3 , X_4 , X_5 y X_6 se pueden obtener usando uno o más fotodetectores, cada uno en las posiciones D_1 , D_2 , D_3 , D_4 , D_5 y D_6 que, como se representa en la Fig. 2, están orientados a -15° , 15° , 25° , 45° , 75° y 110° con respecto al rayo Y_1 , y a -45° , -15° , -5° , 15° , 45° y 80° con respecto al rayo Y_2 . Usando múltiples fuentes de luz monocromáticas o policromáticas, fotodetectores, prismas móviles, rejillas o filtros apropiados como los discutidos anteriormente en relación con la Fig. 1 y la Fig. 2, el aparato y el método de la Fig. 3 pueden usarse para medir sucesivamente la reflexión de la película 102 usando una pluralidad de ángulos de iluminación, una pluralidad de ángulos de medición y en una o una pluralidad de longitudes de onda o intervalos de longitud de onda.

La evaluación de la intensidad del color suele implicar el revestimiento de una porción de un lote de composición de revestimiento de tono masivo, rebajado o acabado sobre un sustrato para formar una película continua. Se puede emplear una variedad de sustratos y técnicas de revestimiento. Una técnica de sustrato y revestimiento preferida para los revestimientos líquidos es usar las tablas de Leneta de Forma 3B y el procedimiento de revestimiento descritos anteriormente para determinar el poder cubriente. La tabla revestida puede secarse al aire o someterse a condiciones de curado apropiadas para el aglutinante elegido para formar una película de revestimiento endurecida. Para los revestimientos en polvo, un sustrato preferido es un panel metálico que pueda soportar temperaturas de fusión del polvo, y una técnica de revestimiento preferida es aplicar el polvo al panel metálico electrostáticamente, calentar el panel revestido a una temperatura por encima del punto de fusión del polvo hasta que el polvo se fusione para formar una película continua y enfriar el panel revestido.

La película revestida se puede iluminar en una variedad de ángulos de iluminación. Usando el rayo R de reflexión especular mostrado en la Fig. 1 como punto de referencia angular de 0° , se pueden emplear uno o más ángulos de iluminación de aproximadamente -30 a 120° , correspondientes a $\pm 75^\circ$ con respecto a la línea N normal en la Fig. 1. Los ángulos de iluminación ilustrativos pueden ser, p. ej., uno o más de -15 , 15 , 45 , 75 , 90 o 110° con respecto al rayo R . La fuente de luz puede ser una fuente de luz puntual, colimada o coherente y, como se ha explicado anteriormente, puede proporcionar luz monocromática, una banda estrecha de longitudes de onda o un intervalo de longitudes de onda.

El color y la intensidad de la luz reflejada o absorbida por la película revestida se pueden medir en una variedad de ángulos de iluminación. Usando el rayo R de reflexión especular mostrado en la Fig. 1 como punto de referencia de ángulo cero, se pueden emplear uno o más ángulos de medición de aproximadamente -30 a 120° , correspondientes a $\pm 75^\circ$ con respecto a la línea N normal en la Fig. 1. Los ángulos de medición ilustrativos pueden ser, p. ej., uno o más de -15 , 15 , 45 , 75 o 110° con respecto al rayo R . Las mediciones realizadas cerca (p. ej., dentro de $\pm 15^\circ$) del ángulo de brillo máximo pueden ser más sensibles al ruido de la señal que las mediciones realizadas en ángulos menos cercanos. Para los pigmentos metálicos iluminados a 45° con respecto a la línea N normal (correspondiente a 90° con respecto a la línea R de referencia), un valor de medición obtenido a -15° puede estar numéricamente muy cerca de un valor de medición obtenido a 15° y, en consecuencia, se puede omitir una u otra de estas mediciones. Sin embargo, para algunos pigmentos de efecto (p. ej., los pigmentos COLORSTREAM™ de E. Merck) puede haber diferencias significativas entre los valores obtenidos a $\pm 15^\circ$ y, en consecuencia, puede ser conveniente incluir mediciones en ambos ángulos o emplear iluminación en dos ángulos capaces de provocar diferencias significativas similares en los valores medidos.

Se puede emplear una variedad de instrumentos de medición, incluido el instrumento BYK-MAC™ de Byk-Gardner GmbH, el instrumento MA-98™ de X-Rite, Inc. y otros instrumentos que resultarán familiares para las personas con conocimientos normales en la materia. Por lo general, estos instrumentos se utilizan junto con el software de recopilación y procesamiento de datos suministrado por el fabricante, como los programas SMART-LAB™ y BYKWARE SMART-CHART™ de Byk-Gardner GmbH y los programas COLOR IQC™, COLOR IMATCH™ y X-COLOR QC de X-Rite, Inc. Tal como se suministran, estos programas de software no parecen asignar factores de ponderación no uniformes a las mediciones de intensidad del color realizadas en una pluralidad de ángulos de medición.

Las mediciones de reflexión obtenidas como se describió anteriormente pueden, si se desea, reemplazarse por valores de absorción (p. ej., valores derivados de las mediciones de reflexión). Las mediciones de reflexión o los valores de absorción resultantes se pueden usar para determinar las intensidades del color usando una variedad de métodos de cálculo. La descripción que sigue se centrará en los cálculos realizados usando mediciones de reflexión, entendiéndose que los valores de absorción pueden emplearse con el ajuste apropiado de las fórmulas.

Un método ilustrativo para calcular la intensidad del color, y uno que puede usarse para los cálculos de la intensidad del color basándose en una única geometría de medición, puede denominarse método de absorción máxima. Se prepara una dispersión adecuada, p. ej., mezclando una base de molienda elegida (es decir, un lote coloreado) con un segundo producto pigmentado, p. ej., un producto que contiene un pigmento de dióxido de titanio blanco, para proporcionar un lote de dispersión de prueba. El lote de ensayo disperso se aplica a un sustrato y se mide el espectro de reflexión con un espectrofotómetro. Se puede determinar el espectro de reflexión, p. ej., a intervalos de longitud de onda de 10 nm, lo que da como resultado 31 valores $R^B(\lambda_i)$ de reflexión entre 400 y 700 nm. Un segundo espectro de reflexión $R^T(\lambda_i)$, que puede haberse medido previamente, se determina u obtiene para un objetivo o una dispersión de referencia preparada utilizando una base de molienda similar y un segundo producto pigmentado. Se puede utilizar a continuación la teoría de Kubelka-Munk para calcular la relación entre los coeficientes de absorción (K) y dispersión (S) para cada longitud de onda λ_i para el lote de ensayo de la dispersión utilizando la Fórmula I que se muestra a continuación:

$$\frac{K^B(\lambda_i)}{S^B(\lambda_i)} = \frac{(1-R^B(\lambda_i))^2}{R^B(\lambda_i)} \quad \text{I}$$

y para la dispersión objetivo utilizando la Fórmula II que se muestra a continuación:

$$\frac{K^T(\lambda_i)}{S^T(\lambda_i)} = \frac{(1-R^T(\lambda_i))^2}{R^T(\lambda_i)} \quad \text{II.}$$

A continuación, se determina la longitud de onda $\lambda_{im\acute{a}x}$ para la que la relación de absorción K y la dispersión S es mínima para el color objetivo utilizando la Fórmula III que se muestra a continuación:

$$\frac{K^T(\lambda_{im\acute{a}x})}{S^T(\lambda_{im\acute{a}x})} = \text{mín} \left(\frac{K^T(\lambda_i)}{S^T(\lambda_i)} \right) \quad \text{III}$$

con el resultado correspondiente al pico de absorción máximo para la geometría de medición dada. A continuación, se calcula la intensidad del color CS. Para este método en particular, se define la intensidad del color utilizando la Fórmula IV que se muestra a continuación para la geometría de medición dada:

$$CS = 100x \left(\frac{K^B(\lambda_{im\acute{a}x})}{S^B(\lambda_{im\acute{a}x})} \right) / \left(\frac{K^T(\lambda_{im\acute{a}x})}{S^T(\lambda_{im\acute{a}x})} \right) \quad \text{IV.}$$

En el descripción expuesta anteriormente, se determina la intensidad del color para una única geometría de medición. Si, en cambio, se obtienen las mediciones en G ángulos diferentes, lo que da como resultado G valores de intensidad CS_g de color diferentes, entonces se puede determinar una intensidad CS de color global calculando un promedio en forma de media aritmética utilizando la Fórmula V que se muestra a continuación:

$$CS = \frac{1}{G} \sum_{g=1}^G CS_g \quad \text{V.}$$

Sorprendentemente, el uso de este promedio simple producirá resultados insatisfactorios para los lotes coloreados que contienen pigmentos de efecto. Sin pretender ceñirse a la teoría, puede haber varios motivos para unos resultados tan poco satisfactorios. Un motivo parece ser que la distribución de la orientación de los pigmentos de efecto se ve afectada por las diferencias en la concentración de pigmentos que pueden resultar en un aumento de la intensidad del color aparente en algunos ángulos y una disminución de la intensidad del color aparente en otros ángulos. Otro motivo parece ser que algunos ángulos de medición pueden dar como resultado mediciones más confiables y precisas que otros ángulos debido a la precisión del instrumento y a las características de color de los componentes del instrumento que dependen del ángulo.

La presente invención implica una determinación adicional basada en la dependencia del ángulo de la intensidad del color en los lotes coloreados que contienen pigmentos de efecto. Se realizan una serie de cálculos de intensidad de color para una pluralidad de geometrías de iluminación o medición, y se aplican uno o más factores de ponderación no uniformes a los cálculos de intensidad de color resultantes para determinar un valor de intensidad de color final y más preciso. Esto puede realizarse, p. ej., aplicando factores de ponderación W_g no uniformes para cada ángulo para determinar la intensidad de color general utilizando la Fórmula VI que se muestra a continuación:

$$CS = \sum_{g=1}^G W_g * CS_g \quad \text{VI.}$$

Una característica importante de la determinación anterior es que al menos uno de los factores de ponderación W_g no es el mismo que los demás factores de ponderación. Los factores de ponderación no uniformes descritos pueden refinarse estableciendo primero mediciones consensuadas apropiadas de la intensidad del color utilizando una serie (p. ej., 2, 3, 4, 5 o más, y hasta 20, hasta 15 o hasta 10) de lotes de comparación de colores y películas de comparación hechas a partir de dispersiones o formulaciones de revestimiento que contienen pigmentos de efecto y que tienen todas la misma composición. Un panel compuesto por una pluralidad (p. ej., 2, 3, 4, 5 o más y hasta 20, hasta 15 o hasta 10) de técnicos expertos evalúa visualmente la intensidad del color para dichos lotes de comparación de colores y películas de comparación, y asigna las intensidades de color como un porcentaje de un valor objetivo total de 100 puntos, para proporcionar una intensidad de color determinada visualmente por consenso (es decir, un promedio) para las películas de comparación revestidas preparadas a partir de los lotes de comparación de colores. Se obtienen mediciones instrumentadas como se describió anteriormente para las mismas películas de comparación revestidas, midiendo en una

pluralidad de combinaciones de ángulos de iluminación y ángulos de medición el color y la intensidad de la luz reflejada o absorbida por las películas de comparación revestidas en una o una pluralidad de longitudes de onda. Se calculan las intensidades de color instrumentadas como se describió anteriormente para dos o más de estas combinaciones de ángulos de iluminación y ángulos de medición y para una o más o un promedio de dichas longitudes de onda. Se puede usar una técnica de correlación apropiada (p. ej., un análisis de regresión lineal) para determinar uno o más factores de ponderación no uniformes para aplicarlos a dichas intensidades de color instrumentadas para proporcionar una intensidad de color compuesta ponderada de manera no uniforme dentro de una tolerancia deseada de la intensidad de color determinada visualmente por consenso para las películas de comparación. La medida en que las intensidades de color instrumentadas pueden usarse para predecir las intensidades de color determinadas visualmente (o viceversa) puede evaluarse, p. ej., determinando un valor del coeficiente R^2 de determinación para el resultado del análisis de regresión. Se pueden llevar a cabo análisis adicionales utilizando una ponderación no uniforme de las mediciones instrumentadas, a fin de mejorar el grado de correlación evaluado utilizando R^2 . Los factores de ponderación elegidos pueden ser todos valores positivos, una mezcla de valores positivos y valores cero, una mezcla de valores positivos y valores negativos, o una mezcla de valores positivos, cero y negativos. Tal como se utiliza en este contexto, un "valor cero" significa que se excluye la medición asociada. Para un conjunto dado de factores de ponderación no uniformes, su suma es 1. Los factores de ponderación individuales pueden ser, en algunos casos, superiores a 1 o inferiores a -1.

En un entorno de fabricación, las determinaciones de intensidad de color ponderadas de manera no uniforme descritas anteriormente pueden usarse para determinar si un lote coloreado está o no dentro de la tolerancia deseada de una intensidad de color objetivo. De lo contrario, el lote puede, en algunos casos, someterse a una molienda adicional (p. ej., una etapa de molienda más prolongada) u otras técnicas de dispersión para que su intensidad de color esté dentro de los límites de tolerancia. El lote puede ajustarse en su lugar o alterando además su composición (p. ej., mezclando el lote con componentes adicionales) para llevar la intensidad del color a una tolerancia deseada de una intensidad de color objetivo. La corrección puede llevarse a cabo, p. ej., añadiendo al lote coloreado individual una cantidad de pigmento con efecto, pigmento sin efecto, portador, aglutinante o pigmento con efecto o pigmento sin efecto en uno o ambos de un portador y un aglutinante, para aumentar o disminuir la intensidad del color de la mezcla resultante. La cantidad a añadir puede estimarse en base a la comparación del volumen restante del lote y su intensidad de color con el volumen y la intensidad de color de los ingredientes añadidos. Tras el ajuste, el lote puede someterse a técnicas adicionales de mezcla, molienda u otras técnicas de dispersión y su intensidad de color puede reevaluarse realizando una medición instrumentada adicional de la intensidad de color utilizando el método descrito.

Como una realización ilustrativa, la primera película puede formarse a partir de una dispersión del lote; o se puede formar una serie de primeras películas creando múltiples dispersiones del mismo lote o creando múltiples dispersiones del lote y, además, creando un tono masivo del lote. Si, por ejemplo, se emplea una serie de dos dispersiones, entonces estas pueden usarse para hacer dos primeras películas. Estas primeras películas pueden compararse con dos segundas películas preparadas con intensidades cromáticas compuestas históricas o recientes obtenidas a partir de dos películas de referencia medidas y recubiertas de manera similar hechas a partir de dos segundas dispersiones (es decir, de referencia) preparadas previamente o preparadas de forma reciente. Tras la toma de medidas instrumentadas de la intensidad del color con una ponderación no uniforme, tal como se describió anteriormente, y la corrección adecuada del lote de partida, se pueden hacer películas adicionales (es decir, una tercera) de dispersiones y películas adicionales (es decir, una tercera) a partir del lote corregido, y se pueden medir y comparar con las películas de referencia. Las comparaciones entre las dispersiones y las películas del lote inicial con las dispersiones y las películas de la referencia, o la comparación de las dispersiones y las películas del lote corregido con las dispersiones y las películas del lote de referencia, se llevan a cabo preferiblemente de forma simultánea para proporcionar una única indicación de la mejor manera de ajustar o corregir el lote inicial a fin de ajustarlo a la tolerancia deseada de la referencia.

El análisis descrito anteriormente puede variarse aún más evaluando uno o más subconjuntos de los pigmentos presentes en un lote a medir. Por ejemplo, cuando se prueba una composición de un revestimiento metálico, es posible preparar una mezcla y una o más películas revestidas usando una mezcla de pigmentos parcial (p. ej., negra), y por separado hacer una mezcla y una o más películas revestidas usando todos los pigmentos que estarán presentes en la composición de revestimiento completa (p. ej., en un tono de pintura completo). Las películas revestidas resultantes pueden compararse por separado o de forma simultánea con segundas mezclas y películas revestidas pigmentadas parcial y totalmente pigmentadas (es decir, de referencia) similares preparadas previamente o preparadas de forma reciente. A continuación, se pueden determinar la intensidad o las intensidades del color basándose en la evaluación de los pares, combinaciones o todas las películas citadas.

Se puede usar una variedad de técnicas para llegar a una determinación de la intensidad del color subyacente para cada iluminación o geometría de medición elegida. Por ejemplo, los cálculos de la intensidad del color y la asignación de factores de ponderación pueden determinarse por separado para cada pigmento en un lote coloreado que contiene una pluralidad de pigmentos. Además, se pueden realizar los cálculos de la intensidad del color siguiendo las etapas del método de absorción máxima descrito anteriormente, pero en lugar de determinar el pico de absorción máximo, la intensidad del color para una iluminación determinada o una geometría de medición puede basarse en datos para otras longitudes de onda, p. ej., el promedio de todas las longitudes de onda utilizando la Fórmula VII que se muestra a continuación:

$$CS = \frac{100}{31} \times \sum_{i=1}^{31} \left\{ \left(\frac{K^B(\lambda_i)}{S^B(\lambda_i)} \right) / \left(\frac{K^T(\lambda_i)}{S^T(\lambda_i)} \right) \right\} \quad \text{VII.}$$

5 Las mediciones individuales pueden procesarse adicionalmente usando factores de corrección opcionales (p. ej., la corrección de Saunderson para las reflexiones en la superficie de la muestra) para proporcionar coeficientes K, coeficientes S e intensidades cromáticas de color corregidos con respecto a la longitud de onda para una pluralidad de combinaciones de ángulos de iluminación y ángulos de medición. Si se desea, se pueden aplicar otros modelos de color a diferentes ángulos de medición o a diferentes combinaciones de ángulos de iluminación y ángulos de medición. Otros modelos ilustrativos de este tipo incluyen los derivados o basados en la teoría de transferencia radiativa, tal como se describe en Chandrasekhar, Radiative Transfer, Dover Publications (1960), incluidos los denominados modelos de 2 flujos, 3 flujos, 4 flujos y múltiples flujos, como se muestra, por ejemplo, en Industrial Color Physics, capítulo 3.4.2, Georg A. Klein, Springer (2010). Cualquiera de estos modelos puede adaptarse para su uso en el aparato y el método descritos, teniendo en cuenta que, tal como se describe, normalmente implican determinaciones de la intensidad del color realizadas en una sola geometría de medición.

15 Hay otros parámetros de apariencia visual, además de los datos de reflexión o absorción, que pueden estar relacionados o influir en la intensidad del color. Por ejemplo, los pigmentos de efecto metálico a veces proporcionan una impresión visual texturizada, denominada a menudo granulosidad o tosquedad (bajo iluminación difusa) y destello o centelleo bajo iluminación direccional. Las diferencias de intensidad del color entre los lotes coloreados que contienen pigmentos de efecto pueden acentuarse por las diferencias de textura entre dichos lotes. Estas diferencias de intensidad de color pueden reducirse adaptando las determinaciones de intensidad de color descritas anteriormente de modo que también se basen o se basen parcialmente en las mediciones de textura. De manera más general, las intensidades de color para los lotes coloreados que contienen pigmentos de efecto pueden determinarse en una pluralidad de ángulos de iluminación o medición basándose en cualquier método relevante de determinación de la intensidad de color de un solo ángulo y en cualquier dato de apariencia relevante.

Se puede emplear una variedad de pigmentos de efecto en los lotes coloreados y las formulaciones de revestimiento acabadas descritas. Las partículas de pigmento de efecto ilustrativas normalmente tendrán una forma alargada (p. ej., una forma de escamas), al menos una parte de la cual proporciona una superficie plana al menos parcialmente reflectante. Los pigmentos de efecto pueden obtenerse, por ejemplo, de una variedad de materiales naturales o sintéticos, pueden contener componentes inorgánicos, orgánicos o tanto orgánicos como inorgánicos, pueden reflejar y refractar la luz, pueden ser laminares y pueden contener capas que proporcionan una pila óptica de interferencia o cambio de color. Los pigmentos de efecto representativos incluyen pigmentos recubiertos con óxido metálico que emplean sustratos en escamas hechos de materiales tales como alúmina, fluoroflogopita, vidrio, caolín, mica, sílice y otros materiales de sustrato que resultarán familiares para los expertos en la materia. Los revestimientos de óxido metálico adecuados pueden estar hechos de materiales tales como óxido de cromo, óxidos de hierro (p. ej., óxido férrico), fluoruro de magnesio, dióxido de silicio, óxido de estaño, óxidos de titanio (p. ej., dióxido de titanio), oxinitruros de titanio, óxido de circonio y otros óxidos metálicos que serán familiares para los expertos en la materia. El espesor del revestimiento de óxido metálico puede ser controlado, por ejemplo, de forma que transmita una coloración dependiente del ángulo, a través de uno o más fenómenos de interferencia, fenómenos de reflexión o fenómenos de absorción, a la luz reflejada desde el sustrato de escamas subyacente. El revestimiento de óxido metálico cubre preferiblemente todas las superficies, incluidos los bordes del sustrato de escamas. En algunas realizaciones, el sustrato puede revestirse con capas alternas de un óxido metálico de alto índice de refracción, tal como óxido férrico, dióxido de titanio o un oxinitruro de titanio, y un material de bajo índice de refracción, tal como dióxido de silicio o fluoruro de magnesio. Las escamas de pigmento de efecto pueden tener, p. ej., relaciones de aspecto de al menos 20:1 o al menos 30:1 y menos de 150:1 o menos de 100:1, y pueden tener, p. ej., longitudes, anchuras o ambas longitudes y anchuras de partículas promedio de al menos aproximadamente 5, al menos aproximadamente 10 o al menos aproximadamente 15 μm y hasta aproximadamente 100, hasta aproximadamente 80 o hasta aproximadamente 40 μm . Hay una variedad de pigmentos de efecto adecuados disponibles en el mercado, incluidos pigmentos de BASF, EMD Performance Materials, Merck KGaA, Toyal Europe y otros proveedores que resultarán familiares para los expertos en la materia.

Se puede usar una variedad de pigmentos o tintes coloreados convencionales, opcionalmente junto con los pigmentos de efecto descritos, en los lotes coloreados descritos. Los pigmentos o tintes coloreados ilustrativos incluyen pigmentos naturales o sintéticos basados en metales, sales metálicas y óxidos metálicos, compuestos organometálicos que pueden dispersarse en el aglutinante y tintes naturales o sintéticos basados en compuestos orgánicos que pueden disolverse en el aglutinante. Los metales ilustrativos incluyen polvos de aluminio, polvos de bronce, polvos de cobre, polvos de estaño y polvos de cinc. Las sales metálicas u óxidos metálicos ilustrativos incluyen dióxido de titanio, polvos de óxido de hierro, polvos de fosfato de hierro y partículas revestidas con óxido (p. ej., revestidas con óxido de titanio). Otros pigmentos o tintes ilustrativos incluyen negro de carbón, azul de ftalocianina, verde de ftalocianina, violeta de carbazol, antrapiridina, naranja azo, amarillo de flavantrona, amarillo de isoindolina, amarillo azo, azul de indantrona, rojo de dibromoantantona, rojo de perileno, rojo azo, rojo de antraquinona, rojo de quinacridona y otros pigmentos o tintes con los que estarán familiarizados los expertos en la materia. También se pueden emplear pigmentos oscuros no absorbentes de infrarrojos como los descritos en la patente US-8.746.291 B2 (Hertz y col.).

65

Para un lote coloreado líquido o en polvo, los pigmentos de efecto, expresados en una base en peso de sólidos secos, pueden representar, p. ej., al menos aproximadamente el 0,1, al menos aproximadamente el 0,5 o al menos aproximadamente el 1 por ciento en peso y hasta aproximadamente el 20, hasta aproximadamente el 15 o hasta aproximadamente el 10 por ciento en peso del peso de sólidos secos del lote coloreado. Preferiblemente, la cantidad total de pigmento o tinte (es decir, pigmento de efecto y pigmento o tinte coloreado adicional opcional) en el lote es de al menos aproximadamente el 0,1, al menos aproximadamente el 0,5 o al menos aproximadamente el 1 por ciento en peso y hasta aproximadamente el 40, hasta aproximadamente el 30 o hasta aproximadamente el 20 por ciento en peso del peso de sólidos secos del lote coloreado.

Los lotes coloreados descritos también pueden contener aditivos floc (por ejemplo, dispersiones de cera, partículas de sílice o escamas de mica) que influyen o controlan la orientación de los pigmentos de efecto y, en consecuencia, la dependencia angular del aspecto del lote coloreado resultante. Los aditivos floc adecuados están disponibles en Byk-Chemie y en una variedad de otros proveedores. Las dispersiones de cera representan un aditivo floc preferido, y si se usan, pueden representar, por ejemplo, sobre una base de sólido seco, al menos aproximadamente el 0,1 o al menos aproximadamente el 0,5 % en peso y hasta aproximadamente el 10 o hasta aproximadamente el 5 % en peso del lote coloreado. Los tipos y cantidades de estos y otros aditivos floc resultarán familiares para las personas normalmente expertas en la materia.

Los lotes coloreados descritos también pueden contener pigmentos extensores. Los pigmentos extensores ilustrativos incluyen sulfato de bario precipitado, carbonato de bario, yeso, arcilla, carbono blanco, tierra de diatomeas, talco, carbonato de magnesio y polvos blancos de alúmina. Los tipos y cantidades de dichos pigmentos extensores resultarán familiares para las personas normalmente expertas en la materia.

Se puede usar una variedad de aglutinantes filmógenos en los lotes coloreados descritos. Los aglutinantes ilustrativos incluyen polímeros a base de agua y polímeros en solución, por ejemplo, polímeros de látex, alquídicos, copolímeros acrílicos, copolímeros de estireno/acrílicos, copolímeros de acetato de vinilo, copolímeros de acetato de vinilo/acrílicos, copolímeros de éster de ácido vinilversático/acrílicos, copolímeros de etileno/acetato de vinilo, copolímeros de estireno/butadieno, poliésteres, poliuretanos, poliamidas, ésteres epoxídicos, poliureas, polisiloxanos, siliconas, copolímeros fluorados tales como fluoruro de vinilideno, mezclas de cualquiera de dichos aglutinantes y otros aglutinantes que resultarán familiares para las personas normalmente expertas en la materia. El aglutinante puede ser un aglutinante aplicado electrostáticamente (p. ej., un aglutinante electrodepositable catódico) o puede ser un sistema reactivo multicomponente (p. ej., dos componentes) curado químicamente, tal como un isocianato-poliamina, isocianato-poliol, epoxi-poliamina, carbodiimida-poliácido, aziridina-poliácido, melamina-poliol o un sistema de urea-formaldehído-poliol. El aglutinante puede ser también, o en su lugar, un sistema curable que se endurece por exposición a luz u otra energía radiante en presencia de un catalizador o iniciador adecuado. Los aglutinantes endurecibles ilustrativos se describen, p. ej., en las patentes US-6.165.621 (Kasari y col.) y 7.947.777 B2 (Haubennestel y col.). Expresados sobre una base en peso de sólidos secos, el aglutinante puede representar, p. ej., al menos aproximadamente el 60, al menos aproximadamente el 70 o al menos aproximadamente el 80 por ciento en peso y hasta aproximadamente el 95, hasta aproximadamente el 98 o hasta aproximadamente el 99 por ciento en peso del lote coloreado.

Un lote coloreado líquido puede contener un portador volátil adecuado, p. ej., agua en una composición de base acuosa y uno o más disolventes en una composición a base de disolvente. Los codisolventes también pueden emplearse en composiciones de base acuosa o basadas en disolvente. Los portadores y codisolventes ilustrativos serán familiares para los expertos en la materia. Una composición de revestimiento líquida acabada puede contener, p. ej., al menos aproximadamente el 50 o al menos aproximadamente el 60 por ciento en peso y hasta aproximadamente el 90 o hasta aproximadamente el 85 por ciento en peso de portador total y codisolvente basado en el peso total del lote coloreado.

El lote coloreado puede contener uno o más adyuvantes de composición de recubrimiento convencionales que serán familiares a las personas normalmente expertas en la materia. Otros adyuvantes ilustrativos que pueden usarse incluyen agentes anti-cráteres, biocidas, coalescentes, indicadores de curado, dispersantes, fungicidas, estabilizadores térmicos, agentes niveladores, estabilizadores de la luz, antimoho, abrillantadores ópticos, plastificantes, conservantes, tensioactivos, espesantes u otros modificadores de la reología, absorbentes de luz ultravioleta y agentes humectantes. Los adyuvantes representativos incluyen los descritos en Koleske y col., Paint and Coatings Industry, abril, 2003, páginas 12-86. Los tipos y cantidades de dichos otros adyuvantes resultarán familiares a las personas normalmente expertas en la materia y, a menudo, se seleccionarán empíricamente.

La invención se ilustra adicionalmente en los siguientes ejemplos no limitantes, en los que todas las partes y porcentajes están en peso salvo que se indique lo contrario.

Ejemplo 1

Se prepararon trece lotes de BEROBASE™ 513 metálico (un colorante de mezcla a base de disolvente que contiene un pigmento con efecto de escamas de aluminio para su uso en pinturas con base acrílica de la serie 500 de DeBeer Refinish) y se sometieron a un análisis de intensidad cromática por parte de un panel de cinco técnicos expertos. Se llevaron a cabo las observaciones visuales en un entorno de laboratorio, y los expertos realizaron comparaciones por pares de las dispersiones por lotes y referencias. Los expertos podían rotar libremente las muestras para determinar la dependencia del ángulo de color y utilizar una iluminación difusa (luz diurna) aproximada, así como una iluminación

puntual direccional. Cada experto determinó un único valor de intensidad de color CS_v , y la intensidad de color visual resultante se determinó promediando los 5 criterios visuales utilizando la Fórmula VIII que se muestra a continuación:

$$CS^{Visual} = \frac{1}{5} \sum_{v=1}^5 CS_v \quad \text{VIII.}$$

Se usó un instrumento COLOR BYK-mac™ i para medir los espectros de reflexión del lote usando iluminación a 45° con respecto a la línea N normal mostrada en la Fig. 1 y mediciones en seis ángulos de -15, 15, 25, 45, 75 y 110° con respecto al ángulo R especular de 0° mostrado en la Fig. 1. Usando los espectros de reflexión medidos, se calcularon los valores CS_g de intensidad de color para cada una de las seis geometrías de medición de acuerdo con el método de promediación de la Fórmula VII anterior. A los seis valores de intensidad de color para cada lote se les asignaron factores de ponderación iguales $W_g = 0,167$ y se usaron para calcular un valor de intensidad de color instrumentado para cada lote usando la Fórmula IX que se muestra a continuación:

$$CS^{Calculado} = \sum_{g=1}^6 W_g * CS_g \quad \text{IX.}$$

El índice g en la Fórmula IX se refiere a los ángulos de medición -15, 15, 25, 45, 75 y 110°, respectivamente. Se representaron los valores de $CS^{Calculados}$ y los valores de medición visual consensuados CS^{Visual} como puntos de datos X, Y como se muestra en la Fig. 4. La línea de regresión lineal LR de la Fig. 4 representa un mejor ajuste para los puntos de datos X, Y, y tiene la ecuación $Y=0,6757X + 31,185$ con un coeficiente R^2 de 0,6557. La línea límite de tolerancia superior (“UL”) y la línea límite de tolerancia inferior (“LL”) en la Fig. 4 representan respectivamente valores de intensidad de color instrumentados que son $\pm 3\%$ de los valores en la línea LR. Los factores de ponderación W_g se muestran debajo y a la derecha de la línea LL. La Fig. 4 muestra que si se supone que la línea LR representa un gráfico de intensidades de color determinadas visualmente por consenso frente a mediciones de intensidad de color instrumentadas, y si se supone que las líneas UL y LL representan una tolerancia deseada del $\pm 3\%$ para la proximidad del valor instrumentado al valor visual, entonces al menos los puntos de datos A y B de la Fig. 4 estarían fuera de los límites de UL y LL. Esto sugiere que los lotes correspondientes a A y B están fuera de la tolerancia y necesitarán al menos una acción correctiva para estar dentro de las tolerancias.

En una comparación adicional que se muestra en la Fig. 5, se calculó el intervalo de fiabilidad del 95 % para las evaluaciones visuales en función de las varianzas de las 5 valoraciones para cada lote. Esto se usó para construir barras de error para las mediciones de CS^{Visual} en la Fig. 4. La Fig. 5 muestra que para las observaciones C, D, E y F existe la probabilidad de que queden fuera de los límites UL y LL. Esto sugiere que la correlación entre los valores CS^{Visual} y $CS^{Calculado}$ no era óptima con respecto a las tolerancias definidas.

En la Fig. 6, se empleó el mismo enfoque que en la Fig. 4, pero la intensidad de color calculada se basó en los factores de ponderación positivos W_g dependientes del ángulo determinados mediante un método de regresión lineal limitada, lo que dio como resultado los valores de los factores de ponderación mostrados en la Fig. 6. Las etiquetas de identificación para la línea de regresión lineal, la línea límite de tolerancia superior y la línea límite de tolerancia inferior se han omitido en aras de la claridad, entendiéndose que las etiquetas serán similares a las utilizadas en la Fig. 4. En este ejemplo, todos los puntos de datos están dentro de las tolerancias, lo que sugiere una correlación mucho mejor entre los valores CS^{Visual} y $CS^{Calculado}$. El mejor ajuste se describió mediante la ecuación $Y=0,7022X + 28,3$ con un coeficiente R^2 de 0,8889. Los datos de la Fig. 6 sugieren también que para este color en particular, no es necesario incluir datos de medición para todos los ángulos de medición disponibles, ya que algunos de los factores de ponderación son cero.

En una comparación adicional que se muestra en la Fig. 7, se usó el intervalo de fiabilidad del 95 % para las evaluaciones visuales para construir barras de error para las mediciones de CS^{Visual} en la Fig. 6. Las etiquetas de identificación para la línea de regresión lineal, la línea límite de tolerancia superior y la línea límite de tolerancia inferior se han omitido en aras de la claridad, entendiéndose que las etiquetas serán similares a las utilizadas en la Fig. 5. La Fig. 7 muestra que, para todas las observaciones, existe la probabilidad de que caigan dentro de los límites de UL y LL. Esto sugiere que la correlación entre los valores CS^{Visual} y $CS^{Calculado}$ fue muy buena con respecto a las tolerancias definidas.

En la Fig. 8, se empleó el mismo enfoque que en la Fig. 6, pero la intensidad de color calculada se basó en los factores de ponderación W_g dependientes del ángulo, determinados mediante un método de regresión lineal no limitada (lo que permite que los factores de ponderación se vuelvan negativos), lo que da como resultado los factores de ponderación mostrados en la Fig. 8. En este ejemplo, todos los puntos de datos vuelven a estar dentro de los límites de UL y LL, lo que sugiere una buena correlación entre los valores CS^{Visual} y $CS^{Calculado}$. Se describió el mejor ajuste mediante la ecuación $Y=0,8757X + 11,782$ con un coeficiente R^2 de 0,9601. Debido a la ausencia de delimitación, el ajuste es incluso mejor que en la Fig. 6.

En una comparación adicional mostrada en la Fig. 9, se usó el intervalo de fiabilidad del 95 % para las evaluaciones visuales para construir barras de error para las mediciones de CS^{Visual} en la Fig. 8. La Fig. 9 muestra que, para todas las observaciones, nuevamente existe la probabilidad de que caigan dentro de los límites de UL y LL. Esto sugiere que la correlación entre los valores CS^{Visual} y $CS^{Calculado}$ fue también muy buena con respecto a las tolerancias definidas.

ES 3 013 877 T3

Cualquiera de los factores de ponderación que se muestra en la **Fig. 4** a la **Fig. 9**, y especialmente los de la **Fig. 6** a la **Fig. 9**, podría proporcionar mediciones instrumentadas mejoradas de la intensidad del color útiles para aceptar, rechazar o ajustar la intensidad del color de un lote coloreado.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

REIVINDICACIONES

1. Un método para medir la intensidad del color de un lote coloreado, comprendiendo el método:

- 5 a) revestir sobre un sustrato (100) una porción de un primer lote coloreado que comprende uno o más pigmentos dispersos en un soporte y un aglutinante (106) incluyendo el primer lote coloreado opcionalmente uno o más pigmentos (104) de efecto, para formar una película (102) de prueba revestida;
- 10 b) endurecer opcionalmente la película (102) de prueba;
- 10 c) iluminar la película (102) de prueba y medir la intensidad de la luz reflejada o absorbida por la película (102) de prueba en una pluralidad de combinaciones de ángulo de iluminación y ángulo de medición, y en una o más longitudes de onda;
- 15 d) calcular una pluralidad de intensidades de color para la película (102) de prueba en dicha pluralidad de combinaciones de ángulo de iluminación y ángulo de medición, y en dicha una o más longitudes de onda; y
- 20 e) determinar una intensidad de color compuesta para la película (102) de prueba mediante la aplicación de factores de ponderación no uniformes a dicha pluralidad de intensidades de color, en donde la intensidad del color CS se define usando la Fórmula IV que se muestra a continuación para una geometría de medición dada:

$$CS = 100x \left(\frac{K^B(\lambda_{imáx})}{S^B(\lambda_{imáx})} \right) / \left(\frac{K^T(\lambda_{imáx})}{S^T(\lambda_{imáx})} \right) \quad \text{(Fórmula IV),}$$

25 en donde
CS es la intensidad del color,

$$\left(\frac{K^B(\lambda_{imáx})}{S^B(\lambda_{imáx})} \right)$$

30 indica la longitud de onda $\lambda_{imáx}$ para la que la relación entre absorción K y dispersión S sea mínima para el color del lote de prueba, y

$$\left(\frac{K^T(\lambda_{imáx})}{S^T(\lambda_{imáx})} \right)$$

35 indica la longitud de onda $\lambda_{imáx}$ para la que la relación de absorción K y dispersión S es mínima para el color objetivo;
en donde la intensidad del color compuesto se define usando la Fórmula VI siguiente:

$$CS = \sum_{g=1}^G W_g * CS_g \quad \text{VI,}$$

45 en donde

50 W_g son factores de ponderación no uniformes en G ángulos diferentes, en donde al menos uno de los factores de ponderación W_g no es el mismo que los demás factores de ponderación,
55 CS_g son valores de intensidad de color en G diferentes ángulos, y
CS es la intensidad del color compuesto, y

60 en donde el término “factores de ponderación” significa los coeficientes aplicados a una serie de mediciones o cálculos para asignar diferentes contribuciones de cada medición o cálculo a una medición o cálculo global y en donde todos los factores de ponderación elegidos pueden ser valores positivos, una mezcla de valores positivos y valores cero, una mezcla de valores positivos y valores negativos, o una mezcla de valores positivos, cero y negativos, en donde un “valor cero” significa que la medición asociada está excluida, en donde para un conjunto dado de factores de ponderación no uniformes, su suma es 1, y en donde los factores de ponderación individuales pueden ser, en algunos casos, superiores a 1 o inferiores a -1.

65 2. Un método según la reivindicación 1, en donde el lote comprende una composición de revestimiento en polvo.

- 5
3. Un método según las reivindicaciones 1 o 2, en donde el color y la intensidad de la luz reflejada o absorbida por la película (102) de prueba se determinan usando una pluralidad de ángulos de iluminación y una pluralidad de ángulos de medición.
- 10
4. Un método según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde el color y la intensidad de la luz reflejada o absorbida por la película (102) de prueba se determinan en una pluralidad de longitudes de onda.
- 15
5. Un método según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde los factores de ponderación no uniformes son todos valores positivos o cero.
- 20
6. Un método según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en donde los factores de ponderación no uniformes son una mezcla de valores positivos, valores negativos y, opcionalmente, valores cero.
- 25
7. Un método según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde la intensidad del color de la película (102) de prueba se calcula en función de un pico de absorción máximo para una pluralidad de combinaciones de ángulos de iluminación, ángulos de medición y longitudes de onda.
- 30
8. Un método según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde la intensidad del color de la película (102) de prueba se calcula en función de un pico de absorción máximo para al menos una combinación de ángulo de iluminación y ángulo de medición, y se promedia en una pluralidad de longitudes de onda.
- 35
9. Un método según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde el lote coloreado contiene una pluralidad de pigmentos y los cálculos de la intensidad del color y los factores de ponderación se determinan por separado para cada pigmento de dicho lote coloreado.
- 40
10. Un método según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde el lote coloreado contiene escamas de pigmentos de efecto que tienen una relación de aspecto de al menos 20:1.
- 45
11. Un método según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde el lote coloreado contiene partículas de pigmento que tienen diámetros de partícula promedio de 5 μm a 100 μm .
- 50
12. Un método según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, que comprende además:
- 55
- comparar la intensidad del color compuesto con una o más intensidades de color compuesto históricas o recientes obtenidas de una o más películas de referencia medidas y recubiertas de manera similar fabricadas a partir de uno o más lotes de colores de referencia preparados previamente o preparados de forma contemporánea; y
- 60
- realizar una o más operaciones de aceptación, rechazo, mezcla, molienda o ajuste de la composición de la parte restante del primer lote coloreado, u opcionalmente añadir a dicha parte restante pigmentos sin efecto, pigmentos con efecto, portadores, aglutinantes o pigmentos sin efecto o con efecto dispersos en uno o ambos de un portador y un aglutinante, para proporcionar un tercer lote coloreado cuya intensidad de color compuesto medida de manera similar esté dentro de una tolerancia deseada de la intensidad de color compuesto del lote coloreado de referencia.
- 65
13. Un método según la reivindicación 12, que comprende añadir a dicha porción restante pigmentos sin efecto, pigmentos con efecto, portador, aglutinante o pigmentos sin efecto o con efecto dispersos en uno o ambos de un portador y un aglutinante, para proporcionar un tercer lote coloreado cuya intensidad de color compuesto medida de manera similar esté dentro de una tolerancia deseada de la intensidad de color del compuesto del lote coloreado de referencia.
14. Un método según la reivindicación 13, que comprende aceptar, moler o ajustar la composición de dicha porción restante.
15. Un método según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde el primer lote coloreado se somete a molienda; se añade aglutinante adicional al primer lote coloreado; o se añaden pigmentos de efecto adicionales al primer lote coloreado para ajustar la intensidad del color del primer lote de color.

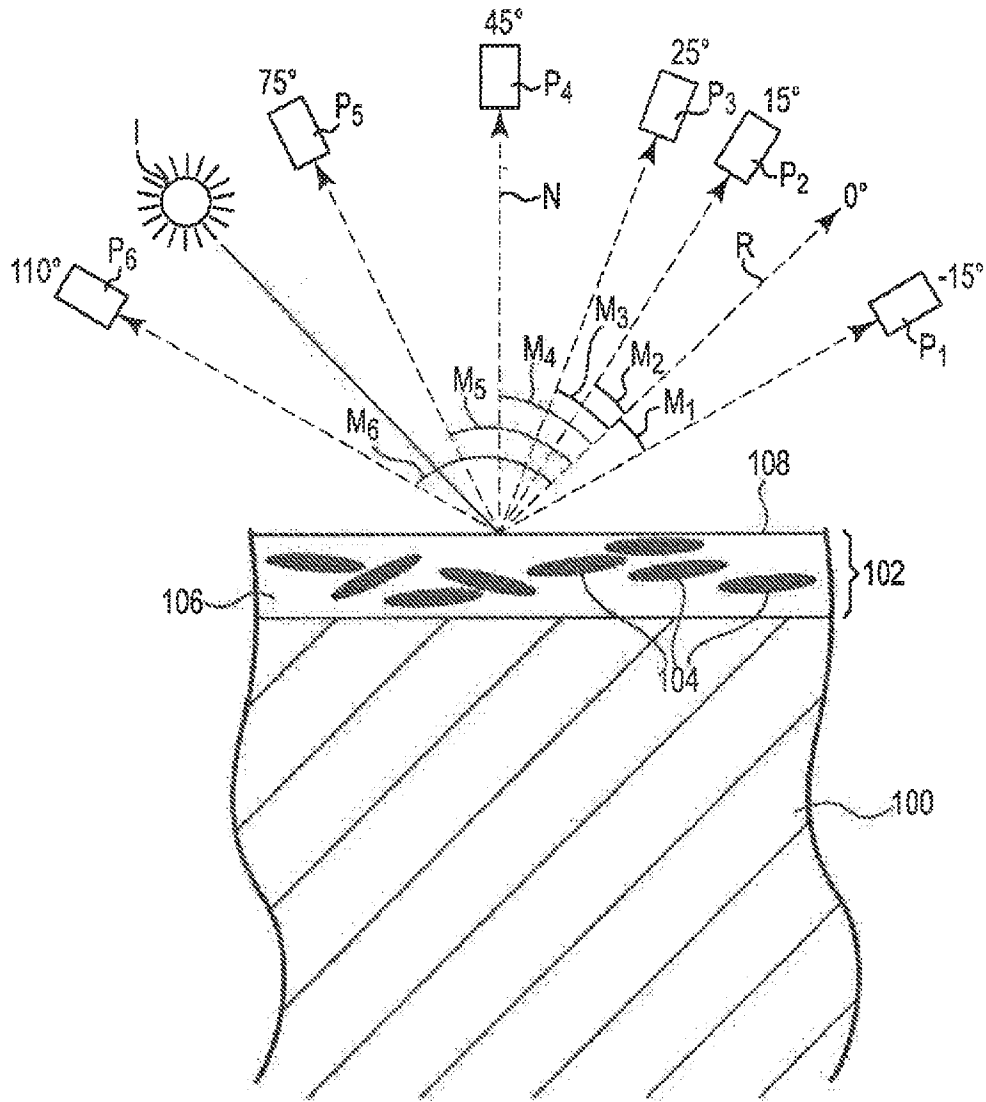


Figura 1

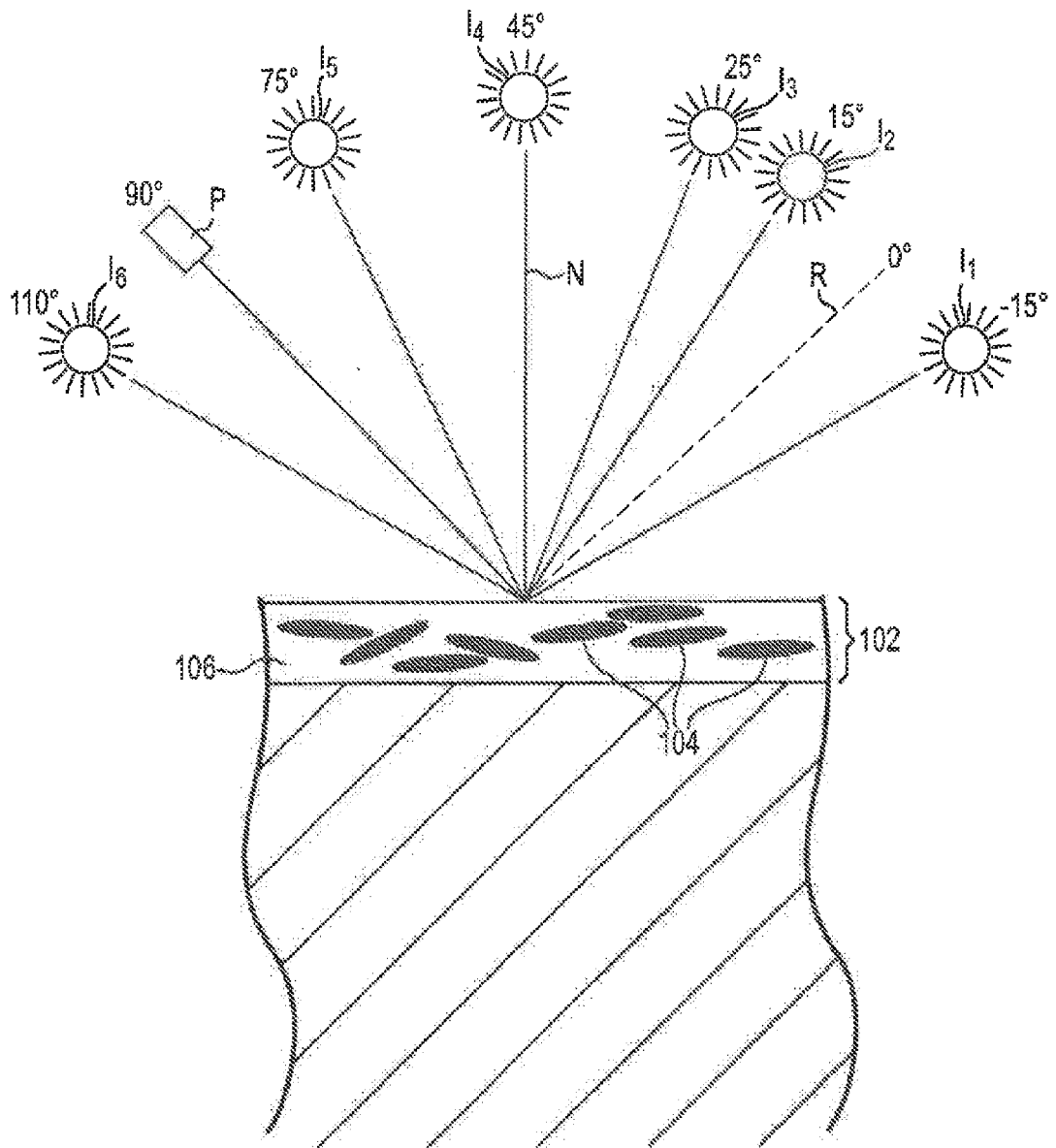


Figura 2

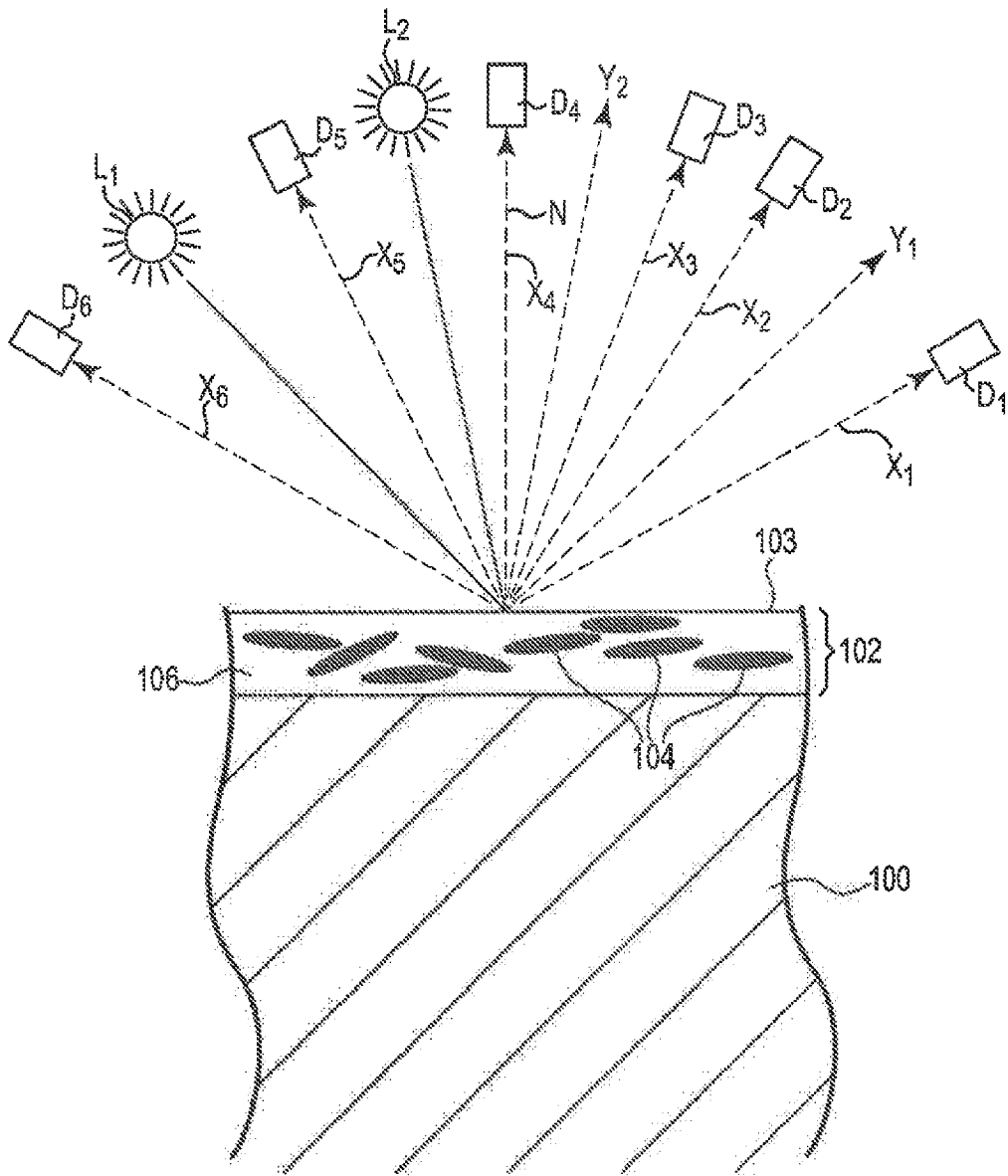


Figura 3

TODAS LAS GEOMETRÍAS: FACTORES DE PONDERACIÓN IGUALES

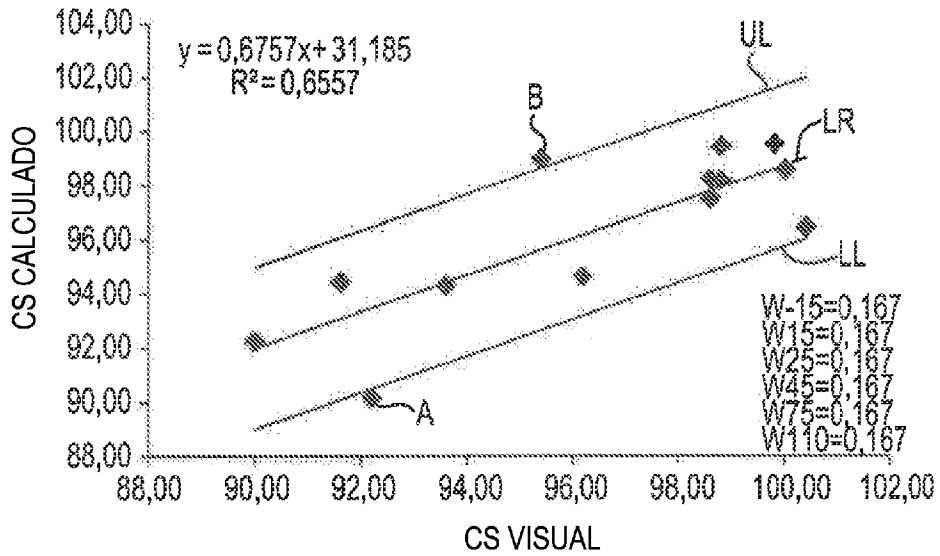


Figura 4

TODAS LAS GEOMETRÍAS: FACTORES DE PONDERACIÓN IGUALES

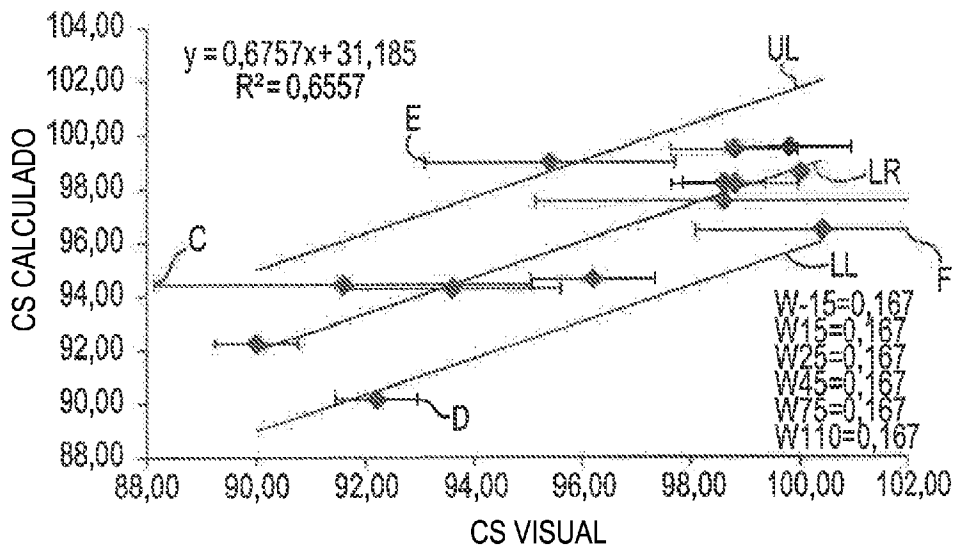


Figura 5

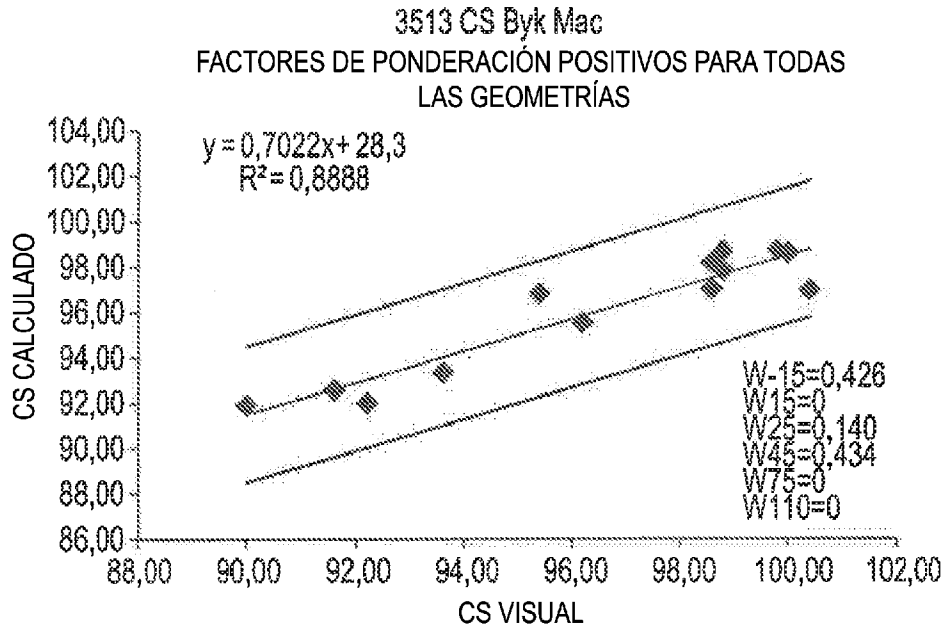


Figura 6

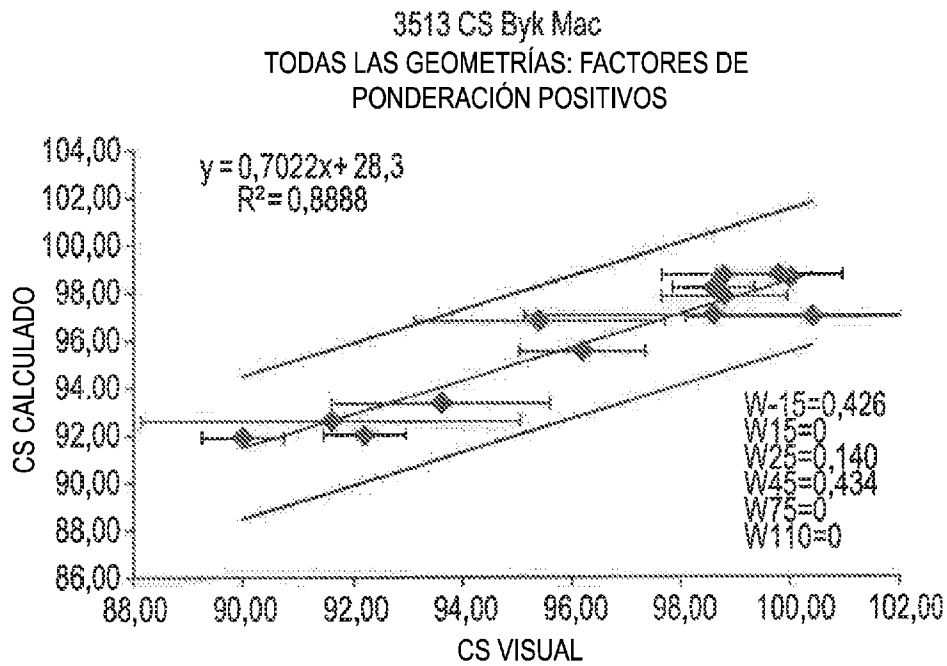


Figura 7

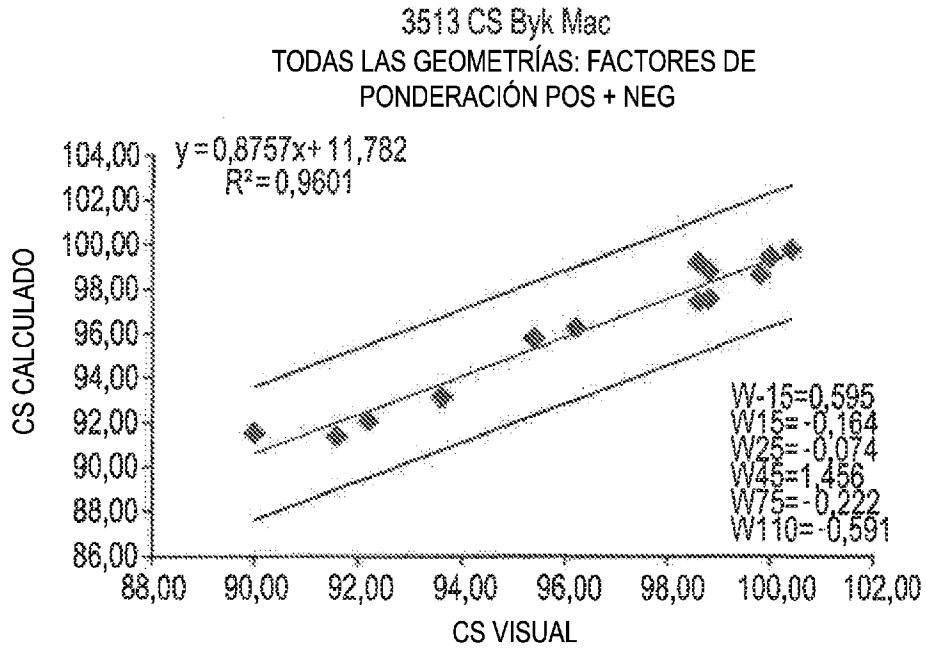


Figura 8

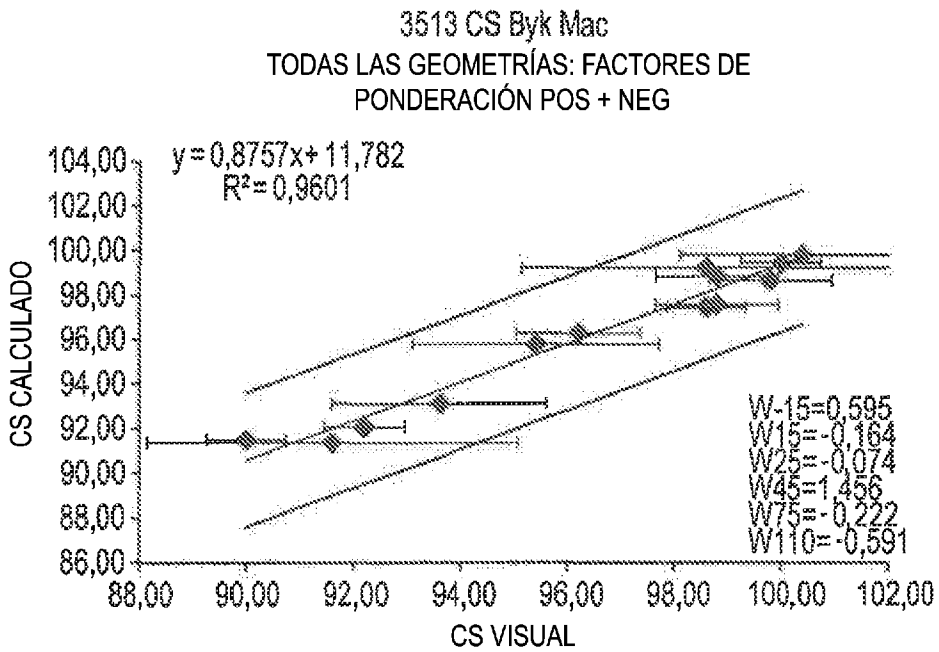


Figura 9