

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 369 051**

51 Int. Cl.:
C09C 1/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 96 Número de solicitud europea: **08872586 .6**
96 Fecha de presentación: **25.11.2008**
97 Número de publicación de la solicitud: **2217664**
97 Fecha de publicación de la solicitud: **18.08.2010**

54 Título: **PIGMENTOS DE EFECTO A BASE DE SUSTRATOS PRODUCIDOS ARTIFICIALMENTE CON UNA ESTRECHA DISTRIBUCIÓN DEL TAMAÑO.**

30 Prioridad:
20.02.2008 EP 08003114

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
24.11.2011

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
24.11.2011

73 Titular/es:
**ECKART GMBH
GUNTERSTHAL 4
91235 HARTENSTEIN, DE**

72 Inventor/es:
**KAUPP, Günter;
SCHMIDT, Ulrich;
SCHUMACHER, Dirk y
SCHNEIDER, Ralph**

74 Agente: **García-Cabrerizo y del Santo, Pedro**

ES 2 369 051 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

Pigmentos de efecto a base de sustratos producidos artificialmente con una estrecha distribución del tamaño

5 La presente invención se refiere a nuevos pigmentos de efecto a base de sustratos artificiales con propiedades ópticas mejoradas.

Además, la presente invención se refiere a un nuevo procedimiento para la producción de estos pigmentos de efecto así como a su uso en productos cosméticos, pinturas, tintas de impresión, barnices, esmaltes en polvo y plásticos.

10 El efecto óptico de los pigmentos de efecto se basa en la reflexión dirigida de la luz sobre partículas de pigmento refringentes formadas principalmente de manera plana, orientadas esencialmente paralelas entre sí. Estas partículas de pigmento presentan un sustrato por lo general transparente y uno o varios recubrimientos sobre el sustrato. Según la composición del (de los) recubrimiento(s) de las partículas de pigmento los fenómenos de interferencia, de reflexión y de absorción generan efectos de color y de luminosidad. Irregularidades en la superficie del sustrato que va a recubrirse o impurificaciones de color del sustrato pueden llevar a efectos de luz dispersada o impurezas de color indeseados en el producto final. Especialmente cuando se usan materiales de sustrato naturales, tales como mica natural, aparecen estos efectos de luz dispersada y/o impurificaciones de color indeseados. Los sustratos artificiales ofrecen, evitando las desventajas mencionadas, nuevas posibilidades para pigmentos de alta calidad con nuevos efectos de color y de brillo.

25 En la patente de los Estados Unidos 3.331.699 A se describen pigmentos nacarados a base de escamas de vidrio con colores de interferencia e intenso efecto de destellos. Las escamas de vidrio están recubiertas con una capa de óxido de metal translúcida de alto índice. El color de los pigmentos depende del óxido de metal seleccionado y del grosor de la capa de óxido de metal. Las escamas de vidrio recubiertas con metal, que están cubiertas frente a las influencias corrosivas con una capa protectora adicional de óxidos de metal tales como SiO_2 , Al_2O_3 o TiO_2 , se describen en la patente de los Estados Unidos 5.436.077 A. El aspecto de estas escamas de vidrio recubiertas puede compararse con láminas de metal.

30 A partir de la patente de los Estados Unidos 6.045.914 A se conocen escamas de vidrio recubiertas con óxidos de titanio o de hierro. El diámetro de partícula promedio de las escamas de vidrio se encuentra en un intervalo de desde alrededor de 1 hasta 250 μm , el grosor en aproximadamente de 0,1 a 10 μm .

35 En el documento WO 2004/055119 A1 se describen pigmentos de interferencia a base de sustratos en forma de escamas recubiertas. Los sustratos están cubiertos en este caso con una capa de SiO_2 , sobre la que se ha aplicado posteriormente una capa de alto índice, compuesta por ejemplo por TiO_2 , ZrO_2 , SnO_2 , Cr_2O_3 , Fe_2O_3 o Fe_3O_4 o un sistema de interferencia de capas alternas de alto índice y de bajo índice. Opcionalmente, los pigmentos pueden presentar incluso una capa protectora externa.

40 A partir del documento WO 2002/090448 A2 se conocen pigmentos de efecto recubiertos con óxido de metal térmica y mecánicamente estables a base de escamas de vidrio delgadas con un grosor $\leq 1,0 \mu\text{m}$.

45 Las propiedades ópticas de los pigmentos de efecto, según el documento WO2006/110359 A2, pueden verse influidas por una distribución del tamaño de partícula adecuada. Las escamas de vidrio recubiertas con óxido de metal clasificadas descritas en este caso presentan un D_{10} de por lo menos 9,5 μm , preferiblemente de 9,5 μm . Es desventajoso que los pigmentos tengan que presentar un intervalo de tamaño con un valor D_{90} de como máximo 85 μm , preferiblemente de aproximadamente 45 μm . Por consiguiente, según la enseñanza del documento WO 2006/110359 A2 sólo pueden proporcionarse pigmentos de efecto de pequeño tamaño de partícula con efecto de destellos mejorado.

50 Desventajas de aplicación industrial, tales como por ejemplo la obstrucción de filtros, pueden evitarse según la enseñanza del documento WO 2007/114442 A1 mediante una distribución del tamaño de partícula adecuada, en la que el D_{10} se encuentra entre 4,7 y 25 μm y la razón de D_{90} con respecto a D_{10} entre 2 y 3.

55 En el caso de los pigmentos de efecto conocidos hasta el momento en el estado de la técnica es desventajoso que éstos presenten sólo una pureza de color reducida. De este modo un observador de una pluralidad de pigmentos de efecto de una carga bajo el microscopio óptico, percibirá pigmentos de efecto con diversos colores, es decir, diferentes entre sí.

60 El documento US20060042509 A se refiere a pigmentos nacarados recubiertos con silanos.

65 La presente invención se basa en el objetivo de proporcionar nuevos pigmentos de efecto con propiedades ópticas mejoradas, especialmente con una pureza de color aumentada con respecto al estado de la técnica a un ángulo constante de incidencia de la luz y de observación. Además, es objetivo de la invención poner a disposición un procedimiento para la producción de estos pigmentos de efecto.

El objetivo se solucionó proporcionando pigmentos de efecto, que comprenden sustratos en forma de escamas artificiales, que presentan al menos un recubrimiento ópticamente activo, presentando los pigmentos de efecto una curva granulométrica acumulativa promedio en volumen con los números característicos D_{10} , D_{50} y D_{90} , teniendo esta curva granulométrica acumulativa un intervalo ΔD de 0,7 - 1,4 y calculándose intervalo ΔD según la fórmula (I):

5

$$\Delta D = (D_{90} - D_{10}) / D_{50}, \quad (I)$$

ascendiendo el grosor medio de los sustratos en forma de escamas artificiales a de 500 nm a 2.000 nm.

10 Perfeccionamientos preferibles se indican en las reivindicaciones dependientes 2 a 10.

El objetivo se solucionó además proporcionando un procedimiento para la producción de los pigmentos de efecto según la invención que comprende las siguientes etapas:

- 15 a) clasificar el tamaño de los sustratos artificiales,
b) recubrir los sustratos artificiales.

Preferiblemente el recubrimiento del sustrato en la etapa b) tiene lugar tras la clasificación del tamaño en la etapa a).

20 Además es objeto de la invención el uso de los pigmentos de efecto según la invención en productos cosméticos, plásticos y composiciones de recubrimiento, tales como pinturas, tintas de impresión, barnices, esmaltes en polvo y pinturas electroforéticas por inmersión. Por consiguiente son objeto de la invención preparaciones que contienen los pigmentos de efecto según la invención.

25 Por pigmentos de efecto con propiedades ópticas mejoradas se entienden en el sentido de esta invención pigmentos de efecto que se caracterizan especialmente por su elevada pureza de color a un ángulo constante de incidencia de la luz y de observación. Por consiguiente los pigmentos de efecto según la invención presentan en correspondiente totalidad un color uniforme o un tono de color uniforme. Por tanto, para un observador no se producen diferencias de color notables de un pigmento de efecto según la invención respecto de un pigmento de efecto según la invención siguiente en un conjunto.

30

Sorprendentemente se encontró que sustratos con un estrecho intervalo en la distribución del tamaño de partícula, que están recubiertos con por lo menos un recubrimiento ópticamente activo, presentan una pureza de color claramente mayor con respecto a pigmentos de efecto con un intervalo más amplio, tal como es el caso en el estado de la técnica.

35

Para la caracterización de la distribución del tamaño de partícula se usa según la invención el intervalo ΔD , definido como $\Delta D = (D_{90} - D_{10}) / D_{50}$. Cuanto menor sea el intervalo, más estrecha será la distribución del tamaño de partícula.

40 El valor D_{10} indica el valor de la dimensión longitudinal de los pigmentos de efecto, que se determina por medio de granulometría láser como equivalente de esferas, que quedan por debajo de o que presentan como máximo el 10% de las partículas de pigmento de la totalidad de todas las partículas. El valor D_{50} o el valor D_{90} indican de manera correspondiente las dimensiones longitudinales de los pigmentos de efecto, que se determinan por medio de granulometría láser como equivalente de esferas, que quedan por debajo de o que presentan como máximo el 50 % o el 90 % de las partículas de la totalidad de todas las partículas.

45

Los pigmentos de efecto según la invención tienen un intervalo ΔD en un intervalo de desde 0,7 hasta 1,4, preferiblemente desde 0,7 hasta 1,3, además preferiblemente desde 0,8 hasta 1,2, de manera especialmente preferiblemente desde 0,8 hasta 1,1.

50

Por encima de un intervalo ΔD de 1,4 no se obtiene ningún pigmento de efecto de color puro. Los pigmentos de efecto por debajo de un intervalo de la distribución de tamaños de 0,7 pueden producirse, en el contexto de los métodos habituales, sólo de forma muy costosa y por tanto no más de manera rentable.

55 Los pigmentos de efecto según la invención pueden presentar un tamaño medio de partícula (D_{50}) aleatorio. Los valores D_{50} de los pigmentos de efecto según la invención comprenden un intervalo de desde 3 hasta 350 μm . Preferentemente, los pigmentos de efecto según la invención presentan un valor de D_{50} en un intervalo de 3 -15 μm o 10 - 35 μm o 25 - 45 μm o 30 - 65 μm o 40 - 140 μm o 135 - 250 μm .

60 Los valores D_{10} de los pigmentos de efecto según la invención comprenden preferiblemente un intervalo de desde 1 hasta 120 μm . Preferentemente los pigmentos de efecto según la invención presentan las combinación de valores D_{90} , D_{50} y D_{10} indicados en la tabla 2. En este caso, los valores D_{10} , D_{50} y D_{90} de la tabla 2 se combinan sólo de manera que resulte un intervalo ΔD de 0,7-1,4. Combinaciones de valores D_{10} , D_{50} y D_{90} , que llevan a un intervalo

que no se encuentra en el intervalo ΔD de 0,7 - 1,4, no son formas de realización según la invención.

Tabla 2: Combinación preferible de intervalos de valores de los valores D_{90} , D_{50} y D_{10} , siendo decisivo que el intervalo $\Delta D=(D_{90}-D_{10}/D_{50})$ se encuentre en un intervalo estrecho de 0,7-1,4.

5

D_{90} (μm)	D_{50} (μm)	D_{10} (μm)
8 - 25	3 - 15	1 - 5
20 - 45	10 - 35	5 - 25
40 - 70	25 - 45	10 - 30
70 - 110	30 - 65	20 - 45
120 - 180	40 - 140	25 - 65
400 - 490	135 - 250	75 - 110

Se ha demostrado sorprendentemente, que las combinaciones indicadas en la tabla 2 de intervalos de valores de los valores D_{90} , D_{50} y D_{10} producen pigmentos de efecto de extraordinaria pureza de color.

10 A este respecto se ha demostrado sorprendentemente que el tamaño absoluto de los pigmentos de efecto no es decisivo, sino la razón de los tamaños entre sí. Es decisivo que el intervalo $\Delta D = (D_{90}-D_{10})/D_{50}$ se encuentre en un estrecho intervalo de desde 0,7 hasta 1,4. A este respecto, los valores de D_{50} de los pigmentos de efecto pueden encontrarse en 15, 20, 25, 30 μm o también en 50, 80, 100, 150, 200, 250, 300 ó 350 μm . Se ha demostrado que sorprendentemente también en el caso de una pluralidad de pigmentos de efecto de mayor tamaño se obtienen
15 pigmentos de efecto de color puro, cuando el intervalo ΔD se encuentra en un intervalo de desde 0,7 hasta 1,4.

El grosor medio de los sustratos en forma de escamas artificiales asciende 500 nm bis 2.000 nm y preferiblemente 750 bis 1.500 nm.

20 La razón de aspecto de los pigmentos de efecto según la invención, calculada como el cociente del diámetro de partícula con respecto al grosor, se encuentra preferiblemente en 2- 980, preferiblemente en 5 - 950 y de manera preferible en 10 - 920.

25 Si se recubren sustratos por debajo de un grosor medio de 500 nm con óxidos de metal de alto índice, entonces el sustrato tiene una clara influencia óptica sobre el color de interferencia del sistema global. Por tanto se obtienen pigmentos de efecto, que ya no presentan la elevada pureza de color deseada. Además la estabilidad mecánica de estos pigmentos de efecto disminuye claramente por ejemplo frente a esfuerzos cortantes. Además, los tiempos de recubrimiento de estos sustratos delgados con, por ejemplo, óxidos de metal de alto índice o metales semitransparentes duran mucho tiempo debido a las elevadas superficies específicas de estos pigmentos, lo que origina elevados costes de producción.
30

Por encima de un grosor de capa de sustrato medio de 2.000 nm los pigmentos de efecto se vuelven en total demasiado gruesos. Por tanto esto conlleva un peor poder cubriente así como a una orientación plana y paralela en el medio de aplicación. Debido a la peor orientación resulta un brillo reducido.
35

En una forma de realización preferida la desviación estándar del grosor de los sustratos artificiales asciende a del 15 % al 100 % y de manera especialmente preferible del 20 % al 70 %.

40 El grosor medio se determina con ayuda de una película de barniz endurecida, en la que los pigmentos de efecto están orientados esencialmente planos y paralelos al sustrato. Para ello se somete a ensayo una sección transversal de la película de barniz endurecida bajo un microscopio electrónico de barrido (SEM), determinándose el grosor de 100 pigmentos de efecto y promediándose estadísticamente.

45 Por debajo de un desviación estándar del 15 % se obtienen pigmentos de efecto con iridiscencia de color. Por encima de una desviación estándar del 100% están contenidos muchos pigmentos más gruesos en el conjunto de pigmentos totales, de manera que entonces se producen una peor orientación y con ello pérdidas de brillo.

50 Se ha mostrado sorprendentemente que los pigmentos de efecto, cuyos sustratos artificiales presentan un grosor medio de desde 500 hasta 2000 nm y al mismo tiempo un intervalo ΔD de desde 0,7 hasta 1,4, presentan la pureza de color extraordinaria deseada a un ángulo constante de incidencia de la luz y de observación.

En el caso de los pigmentos de efecto se trata preferiblemente de pigmentos nacarados o de pigmentos ópticamente variables.

55 Los pigmentos de efecto según la invención pueden encontrarse a este respecto también mezclados con pigmentos de efecto adicionales.

Desde hace tiempo se conocen los pigmentos de efecto a base de mica natural. No obstante con el uso de la mica

- 5 natural como sustrato ha de tenerse en cuenta que su superficie no es idealmente lisa, sino que presenta irregularidades, tales como por ejemplo, escalones. Estas irregularidades limitan la calidad de los pigmentos de efecto resultantes, dado que con frecuencia conducen a diferentes colores dentro de las mismas escamas de pigmentos. Por ello se reduce considerablemente en especial la pureza de color. Además, debido a impurezas de iones extraños contenidas en la mica natural puede alterarse el efecto de color de los pigmentos de efecto, de modo que una pluralidad de pigmentos de efecto, que proceden de una tanda de producción, presentan colores o tonos de color distintos entre sí, por lo que la mezcla de pigmentos presenta una pureza de color reducida.
- 10 Estas desventajas de la mica natural pueden evitarse mediante el uso de sustratos artificiales. Por sustratos artificiales se entienden sustratos que no se encuentran como tales en la naturaleza, sino que deben sintetizarse. Sustratos de base adecuados para los pigmentos de efecto según la invención son por ejemplo sustratos sintéticos, no metálicos, en forma de escamas. Los sustratos son preferiblemente esencialmente transparentes, preferiblemente transparentes.
- 15 Según una variante preferida de la invención se usan como sustratos escamas de vidrio, escamas de mica sintética, escamas de SiO_2 , escamas de polímero, oxocloruro de bismuto en forma de escamas y/u óxido de aluminio en forma de escamas o mezclas de los mismos. Preferentemente para los pigmentos de efecto según la invención se utilizan sustratos compuestos por escamas de vidrio o mica sintética.
- 20 Los pigmentos de efecto según la invención pueden ser sustratos que están dotados de uno o varios recubrimientos o capas ópticamente activos. Por un recubrimiento o capa ópticamente activo se entiende un recubrimiento o capa sobre el que la luz incidente genera efectos de color perceptibles mediante efectos físicos tales como reflexión, interferencia, absorción, refracción, etc.
- 25 Como recubrimientos o capas ópticamente activos se aplican preferiblemente capas, que comprenden óxidos de metal, hidratos de óxido de metal, subóxidos de metal, metales, fluoruros de metal, nitruros de metal, oxinitruros de metal o mezclas de los mismos. Según una variante preferida los recubrimientos o capas ópticamente activos están compuestos por los materiales mencionados anteriormente.
- 30 Los términos recubrimientos o capas se usan de manera intercambiable en el sentido de esta invención, siempre que no se indique lo contrario.
- 35 Según una variante preferida de la invención un recubrimiento o varios recubrimientos pueden presentar un índice de refracción $n \geq 1,9$, siendo por tanto de alto índice.
- 40 Cuando los pigmentos de efecto según la invención presentan varias capas, éstas están dispuestas con respecto al índice de refracción preferiblemente de manera alterna, de modo que a una capa de alto índice con un índice de refracción de $n \geq 1,9$ le sigue preferiblemente una capa de bajo índice con un índice de refracción $n < 1,9$ o a la inversa.
- 45 En este caso el recubrimiento puede o bien rodear todo el sustrato o encontrarse sólo parcialmente sobre el sustrato. Las capas de óxido de metal, hidrato de óxido de metal, subóxido de metal, metal, fluoruro de metal, nitruro de metal, oxinitruro de metal o las capas con mezclas de los compuestos mencionados anteriormente pueden ser de bajo índice (índice de refracción $< 1,9$) o de alto índice (índice de refracción $n \geq 1,9$).
- 50 En una forma de realización preferida el sustrato comprende o es un sustrato en forma de escamas de bajo índice y el recubrimiento presenta al menos una capa de alto índice ($n \geq 1,9$). Preferiblemente, como escamas de sustrato se usan escamas de vidrio, escamas de mica sintética y/o escamas de SiO_2 .
- 55 Como óxidos de metal y/o hidratos de óxido de metal se usan preferiblemente óxido de titanio, dióxido de titanio, hidrato de óxido de titanio, óxido de aluminio, hidrato de óxido de aluminio, óxido de silicio, dióxido de silicio, óxido de hierro, hidróxido de hierro, óxido de estaño, óxido de cromo, óxido de antimonio, óxido de cerio o sus óxidos mixtos.
- 60 En una configuración según la invención adicional de la invención los sustratos están recubiertos con capas de metal. A este respecto se aplican preferiblemente capas de metal semitransparentes, para proporcionar pigmentos de efecto con colores de interferencia según el efecto de Fabry-Perot.
- 65 Metales adecuados para generar las capas de metal semitransparentes son por ejemplo aluminio, cromo, níquel, plata, oro, titanio, cobre o sus aleaciones.
- El grosor de capa de las capas de metal semitransparentes se encuentra preferiblemente en un intervalo de desde 4 hasta 40 nm y de manera especialmente preferible de 5 a 30 nm.
- Como fluoruro de metal según una variante se aplica fluoruro de magnesio como recubrimiento. Como nitruros de metal u oxinitruros de metal pueden utilizarse por ejemplo los de los metales titanio, zirconio y/o tántalo.

Preferentemente, el sustrato se recubre con capas de óxido de metal y/o hidrato de óxido de metal. Los ejemplos de capas de bajo índice comprenden óxido de aluminio, hidrato de óxido de aluminio, óxido de silicio, hidrato de óxido de silicio y/o fluoruro de magnesio.

5 Como capas de alto índice se utilizan por ejemplo dióxido de titanio, subóxido de titanio, óxido de hierro, hidróxido de hierro, óxido de estaño, óxido de zinc, óxido de zirconio, óxido de cerio, óxido de cobalto, óxido de cromo, óxido de antimonio o sus óxido mixtos.

10 En este caso pueden ajustarse diferentes colores con los pigmentos de efecto según la invención mediante la elección del material de capa y el grosor de capa, tal como se deduce a modo de ejemplo de la tabla 1.

	Recubrimiento / Grosor de capa	Color
Pigmentos nacarados blanco plata interferencia	TiO ₂ : 40 - 60 nm	plata
	TiO ₂ : 60 - 80 nm	amarillo
	TiO ₂ : 80 - 100 nm	rojo
	TiO ₂ : 100 - 140 nm	azul
	TiO ₂ : 120 - 160 nm	verde
Pigmentos de brillo de color	TiO ₂ : 280 - 320 nm	verde (III orden)
	Fe ₂ O ₃ : 35 - 45 nm	bronce
	Fe ₂ O ₃ : 45 - 55 nm	cobre
	Fe ₂ O ₃ : 55 - 65 nm	rojo
	Fe ₂ O ₃ : 65 - 75 nm	violeta rojizo
Pigmentos de combinación	Fe ₂ O ₃ : 75 - 85 nm	rojo-verde
	Fe ₃ O ₄	negro
	TiO ₂ / Fe ₂ O ₃	tono dorado
	TiO ₂ / Cr ₂ O ₃	verde
	TiO ₂ / azul de Prusia	azul oscuro

15 Si los pigmentos de efecto según la invención presentan un recubrimiento con dióxido de titanio, el dióxido de titanio puede encontrarse en la modificación de cristal de rutilo o anatasa. Los pigmentos nacarados más estables y mejores desde el punto de vista cualitativo se obtienen cuando la capa de dióxido de titanio se encuentra en la forma de rutilo. La forma de rutilo puede obtenerse, aplicándose por ejemplo antes de la aplicación de la capa de dióxido de titanio una capa de SnO₂ sobre el sustrato o el pigmento. Sobre una capa de SnO₂, TiO₂ cristaliza con la aplicación en la modificación de rutilo.

20 El grosor de las capas de óxido de metal, hidrato de óxido de metal, subóxido de metal, metal, fluoruro de metal o nitruro de metal o de capas con una mezcla de los compuestos mencionados anteriormente se encuentra habitualmente en un intervalo de desde 30 - 350 nm, más preferiblemente de 50 - 300 nm.

25 Las capas de óxido de metal, hidrato de óxido de metal, subóxido de metal, metal, fluoruro de metal y/o nitruro de metal pueden contener o presentar colorantes tales como azul de Prusia, azul ultramarino, carmín, pigmentos azo, ftalocianinas o colorantes-barnices de FD & C. A este respecto los colorantes pueden estar contenidos en el recubrimiento y/o aplicarse sobre este recubrimiento y opcionalmente estar fijados sobre éstos mediante promotores de adhesión.

30 Para proteger mejor los pigmentos de efecto según la invención frente a los efectos de la intemperie, éstos pueden cubrirse adicionalmente con una capa protectora externa. Ésta comprende o consiste preferiblemente en una o dos capas de óxido de metal de los elemento Si, Al o Ce. Se prefiere especialmente una sucesión en la que en primer lugar se aplica una capa de óxido de cerio, a la que le sigue después una capa de SiO₂, tal como se describe en el documento WO2006/021386 A1, que se incorpora al presente documento como referencia.

35 La capa protectora externa puede estar modificada además mediante química orgánica en la superficie. Por ejemplo pueden aplicarse uno o varios silanos sobre esta capa protectora externa. En el caso de los silanos puede tratarse de alquilsilanos con restos alquilo ramificados o no ramificados con de 1 a 24 átomos de C, preferiblemente de 6 a 18 átomos de C.

En el caso de los silanos puede tratarse también de silanos organofuncionales, que posibilitan una unión química a un plástico, un aglutinante un barniz o de una pintura, etc.

45 Los silanos organofuncionales usados preferiblemente como agentes de modificación de superficie, que presentan grupos funcionales adecuados, están comercialmente disponibles y se producen por ejemplo por la empresa Degussa, Rheinfelden, Alemania y se venden con el nombre comercial "Dynasytan®". Otros productos pueden adquirirse de la empresa OSi Specialties (Silquest®-Silane) o de la empresa Wacker, por ejemplo silano convencional y α-silano del grupo de productos GENIOSIL®. Ejemplos de los mismos son 3-metacriloxipropiltrimetoxisilana (Dynasytan MEMO, Silquest A-174NT), viniltri(m)etoxisilano (Dynasytan VTMO o

VTEO, Silquest A-151 o A-171), 3-mercaptopropiltri(m)etoxisilano (Dynasytan MTMO o 3201; Silquest A-189), 3-glicidoxipropiltrimetoxisilano (Dynasytan GLYMO, Silquest A-187), isocianurato de tris-(3-trietoxisililpropilo) (Silquest Y-11597), gamma-mercaptopropiltrimetoxisilano (Silquest A-189), polisulfuro de bis-(3-trietoxisililpropilo) (Silquest A-1289), disulfuro de bis-(3-trietoxisililo) (Silquest A-1589), beta-(3,4-epoxiciclohexil)etiltrimetoxisilano (Silquest A-186), bis(trietoxisilil)etano (Silquest Y-9805), gamma-isocianatopropiltrimetoxisilano (Silquest A-Link 35, GENIOSIL GF40), (metacriloximetil)tri(m)etoxisilano (GENIOSIL XL 33, XL 36), (metacriloximetil)(m)etiltrimetoxisilano (GENIOSIL XL 32, XL 34), isocianatometiltrimetoxisilano (GENIOSIL XL 43), (isocianatometil)metildimetoxisilano (GENIOSIL XL 42), (isocianatometil)trimetoxisilano (GENIOSIL XL 43) anhídrido del ácido 3-(trietoxisilil)propilsuccínico (GENIOSIL GF 20), (metacriloximetil)metildietoxisilano, 2-acriloxietilmetildimetoxisilano, 2-metacriloxietiltrimetoxisilano, 3-acriloxipropilmetildimetoxisilano, 2-acriloxietiltrimetoxisilano, 2-metacriloxietiltrimetoxisilano, 3-acriloxipropiltrimetoxisilano, 3-acriloxipropiltripropoxisilano, 3-metacriloxipropiltrimetoxisilano, 3-metacriloxipropiltriacetoxisilano, 3-metacriloxipropilmetildimetoxisilano, viniltriclorosilano, viniltrimetoxisilano (GENIOSIL XL 10), viniltris(2-metoxietoxi)silano (GENIOSIL GF 58), viniltriacetoxisilano.

En cambio también es posible usar otros silanos organofuncionales sobre los pigmentos de efecto según la invención.

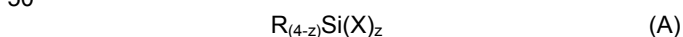
Además pueden utilizarse, por ejemplo prehidrolizados acuosos que pueden obtenerse comercialmente de Degussa. A éstos pertenecen entre otros hidrolizado de aminosilano acuoso, libre de alcohol (Dynasytan Hydrosil 1151), cooligómero de siloxano amino/alquilofuncional acuoso, libre de alcohol (Dynasytan Hydrosil 2627), cooligómero de siloxano diaminolalquilofuncional acuoso, libre de alcohol (Dynasytan Hydrosil 2776), cooligómero de siloxano amino/vinilfuncional acuoso, libre de alcohol (Dynasytan Hydrosil 2907), cooligómero de siloxano amino/alquilofuncional acuoso, libre de alcohol (Dynasytan Hydrosil 2909), oligómero de siloxano epoxifuncional acuoso, libre de alcohol (Dynasytan Hydrosil 2926) o cooligómero de siloxano amino/metacrilatofuncional acuoso, libre de alcohol (Dynasytan Hydrosil 2929), sistema de diaminosilano oligomérico (Dynasytan 1146), cooligómero de siloxano vinil/alquilofuncional (Dynasytan 6598), concentrado de vinilsilano que contiene grupos vinilo y metoxilo (siloxano oligomérico) (Dynasytan 6490) o silano alquilofuncional de cadena corta oligomérico (Dynasytan 9896).

En una forma de realización preferida la mezcla de silano organofuncional contiene además de por lo menos un silano sin grupo de unión funcional por lo menos un silano aminofuncional. La función amino es un grupo funcional que puede entrar en una o varias interacciones químicas con la mayoría de grupos presentes en los aglutinantes. Esto puede implicar una unión covalente, tal como por ejemplo con funciones isocianato o carboxilato del aglutinante, o uniones por puentes de hidrógeno tales como con funciones OH o COOR o también interacciones iónicas. Una función amino es por tanto muy adecuada para el fin de la unión química del pigmento de efecto a aglutinantes de distintos tipos.

Para ello se toman preferiblemente los siguientes compuestos:

aminopropiltrimetoxisilano (Dynasytan AMMO; Silquest A-1110), aminopropiltriethoxisilano (Dynasytan AMEO) o N-(2-aminoetil)-3-aminopropiltrimetoxisilano (Dynasytan DAMO, Silquest A-1120) o N-(2-aminoetil)-3-aminopropiltriethoxisilano, trimetoxisilano triamino-funcional (Silquest A-1130), bis-(gamma-trietoxisililpropil)amina (Silquest A-1170), N-etil-gamma-aminoisobutiltrimetoxisilano (Silquest A-Link 15), N-fenil-gamma-aminopropiltrimetoxisilano (Silquest Y-9669), 4-amino-3,3-dimetilbutiltrimetoxisilano (Silquest Y-11637), N-ciclohexilaminometilmetildietoxisilano (GENIOSIL XL 924), (N-ciclohexilaminometil)triethoxisilano (GENIOSIL XL 926), (N-fenilaminometil)trimetoxisilano (GENIOSIL XL 973) y sus mezclas.

En una forma de realización adicionalmente preferida el silano sin grupo de unión funcional es un alquilsilano. El alquilsilano presenta preferiblemente la fórmula (A):



En este caso z es un número entero de 1 a 3, R es una cadena de alquilo sustituida o no sustituida, no ramificada o ramificada con de 10 a 22 átomos de C y X significa un grupo halógeno y/o alcoxilo. Se prefieren alquilsilanos con cadenas de alquilo con al menos 12 átomos de C. R puede estar también unido de manera cíclica con Si, siendo en este caso z habitualmente 2.

Un silano de este tipo provoca una fuerte hidrofobización de la superficie de los pigmentos. Esto conduce a su vez a que el pigmento nacarado así recubierto tienda a flotar hacia arriba en el recubrimiento de barniz. En el caso de pigmentos de efecto en forma de escamas un comportamiento de este tipo se denomina "leafing".

Una mezcla de silano compuesta por al menos un silano, que por lo menos tiene un grupo funcional, que posibilita una unión al aglutinante, y un alquilsilano insoluble o apenas soluble en agua sin grupo amino posibilita propiedades óptimas de aplicación industrial de los pigmentos nacarados. Una modificación de superficie mediante química orgánica de este tipo conduce a que los pigmentos de efecto estén orientados de manera excelente en una capa de barniz o de pintura, es decir, esencialmente planos y paralelos al sustrato lacado o pintado, y al mismo tiempo

reaccionan químicamente con el sistema aglutinante del barniz o de la pintura y por consiguiente están unidos covalentemente en la capa de barniz o de pintura. Las capas de barniz o de pintura de este tipo presentan una elevada resistencia mecánica y química frente a los efectos de la intemperie, tal como el clima etc.

5 Si se consideran los pigmentos de efecto según la invención en una aplicación con rasqueta (por ejemplo en barniz de nitrocelulosa) bajo un microscopio óptico en la inspección, en el caso de los pigmentos de efecto según la invención se reconoce que presentan un color muy uniforme. Los pigmentos individuales presentan en su mayoría el mismo color, preferiblemente el mismo color.

10 El color conferido por los pigmentos de efecto, tales como pigmentos nacarados, tiene lugar mediante fenómenos de interferencia. A este respecto los colores de interferencia complementarios entre sí se extinguen mutuamente, así por ejemplo una mezcla de pigmentos nacarados azules y amarillos produce un efecto de color plateado o gris. Es muy conocido que mezclas de pigmentos nacarados de distintos colores siempre dan como resultado un tono de color no uniforme con poco brillo, dado que siempre se extinguen o debilitan mutuamente ciertas fracciones de color.

15 Para obtener pigmentos de efecto, preferiblemente pigmentos nacarados, con mayor pureza de color, los tonos de color de los pigmentos individuales deben ser por consiguiente de la mayor pureza posible. La pureza de tono de color puede representarse de manera cuantitativa mediante el siguiente procedimiento según una valoración estadística.

20 El punto de partida para la determinación de la pureza de color de los pigmentos de efecto según la invención son imágenes digitales en color de microscopio de aplicaciones con rasqueta. La aplicación con rasqueta se realiza con un barniz, que contiene el 6 % en peso de pigmentos de efecto en un barniz de nitrocelulosa incoloro. Los datos de cantidad en % en peso se refieren a este respecto al peso total del barniz. El barniz se aplica con un grosor de película húmeda de 76 μm sobre un cartón para rasqueta negro-blanco BYK-Gardner (bykochart 2853) y a continuación se seca. Dentro de estas aplicaciones con rasqueta los pigmentos de efecto en forma de escamas están orientados en su mayor parte en plano y en paralelo. Las imágenes de microscopio se toman preferiblemente con el microscopio Axioskop 2 y la cámara digital AxioCam de la empresa Zeiss, Alemania. A partir de las imágenes digitales obtenidas se preparan después con ayuda del software de toma de imágenes y de procesamiento de imágenes AxioVision 4.6 de la empresa Zeiss imágenes digitales de color neutro con una profundidad de color de 12 bits. Durante la observación de las aplicaciones con rasqueta mediante el microscopio la luz irradiada incide desde arriba en perpendicular a la aplicación con rasqueta. En la aplicación con rasqueta los pigmentos de efecto están orientados en su mayoría en plano y paralelo y por consiguiente la luz incidente incide en perpendicular a las escamas de pigmento. El ángulo de observación es en este caso asimismo perpendicular a la superficie de las escamas de pigmento.

35 Para obtener datos estadísticos sin falsear, se produjeron aproximadamente 20 fotografías individuales en posiciones seleccionadas al azar sobre el sustrato negro de las aplicaciones con rasqueta. A este respecto se representaron más de 100 pigmentos individuales evaluables.

40 Dado que el software de procesamiento de imágenes no puede reconocer los pigmentos automáticamente, éstos se marcan manualmente. Al marcar las fracciones de superficie de pigmentos individuales ha de tenerse en cuenta que no se toma ninguna zona de borde de pigmento o zona en la que los pigmentos solapan, dado que en este caso se falsea inmediatamente el efecto de color de las escamas de pigmento individuales por el solapamiento (véase también la figura 1).

45 En las superficies así marcadas calcula el software de procesamiento de imágenes los correspondientes valores medios superficiales de las fracciones de rojo, verde y azul. Para que los datos estadísticos sean significativos, se determina la fracción de color de al menos 100 escamas de pigmento evaluadas a partir de las distintas micrografías.

50 En el software de procesamiento de imágenes se usa el modelo de color sRGB. La conversión en el espacio de color XYZ tiene lugar a través de la matriz de transformación generalmente conocida (II) (IEC 61966-2-1:1999).

$$\begin{pmatrix} X \\ Y \\ Z \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 0,4124 & 0,3576 & 0,1805 \\ 0,2126 & 0,7152 & 0,0722 \\ 0,0193 & 0,1192 & 0,9505 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} R \\ G \\ B \end{pmatrix} \quad (II)$$

55

Los valores X, Y y Z así obtenidos se convierten a continuación en los valores Lab de CIE (1976) comunes:

$$L^* = 116 Y^* - 16 \quad (III)$$

$$a^* = 500 (X^* - Y^*) \quad (IV)$$

$$b^* = 200 (Y^* - Z^*) \quad (V)$$

$$X^* = \sqrt[3]{\frac{X}{X_n}} \quad (VI)$$

El cálculo de Y^* y Z^* tiene lugar de manera análoga al cálculo de X^* . Se usaron los valores tricromáticos $X_n = 94,81$, $Y_n = 100$ y $Z_n = 107,34$ para el tipo de luz D65 y el observador estándar 10° .

5 De este modo se obtiene una distribución de los puntos de medición en el espacio de color a^*-b^* (véase también la figura 2): mediante la separación de los puntos de medición desde el origen del diagrama de a^*, b^* se determina la saturación de color (croma) C^* de cada valor de medición individual.

10 Para la cuantificación de la dispersión se calcula en primer lugar el punto medio común (\bar{a}, \bar{b}) de los valores de medición en el espacio de color a^*-b^* según las fórmulas (VIIa; VIIb):

$$\bar{a} = \sum_i a_i \quad (VIIa)$$

$$\bar{b} = \sum_i b_i \quad (VIIb)$$

15 A continuación se determina para cada punto de medición (a, b) su distancia al punto medio (\bar{a}, \bar{b}) como valor absoluto ΔC^* en forma de la raíz del cuadrado de la diferencia de los valores (VIII):

$$\Delta C^* = \sqrt{(a - \bar{a})^2 + (b - \bar{b})^2} \quad (VIII)$$

20 Se obtiene una distribución del intervalo de color en el espacio de color a^*-b^* . Ésta puede representarse asimismo como una curva de distribución granulométrica. El cuantil del 90% (ΔC^*_{90}) de esta distribución del intervalo de color es una medida adecuada para caracterizar la magnitud de la dispersión de color (véase la figura 3). Este valor marca el incremento de color ΔC^* del valor medio por debajo del cual se encuentra el 90 % de las partículas de pigmento contadas.

25 Los pigmentos de efecto según la invención presentan preferiblemente un cuantil del 90% de la distribución del intervalo de color ΔC^*_{90} de desde 0,2 hasta 8,0 y preferiblemente desde 0,5 hasta 6,0; más preferiblemente desde 0,6 hasta 5,0; de manera especialmente preferible desde 0,7 hasta 4,0 y de manera muy especialmente preferible desde 0,7 hasta 3,0.

30 Los inventores no han encontrado aún ninguna explicación científicamente significativa para este efecto sorprendente. Sin embargo es de suponer que los sustratos de pigmento que en su mayoría son de igual tamaño, se recubren esencialmente de uniforme con las capas colorantes tales como por ejemplo óxidos de metal de alto índice o semitransparente metales, como es el caso de los sustratos con mayor intervalo ΔD . De esta manera, sobre los sustratos se forman recubrimientos con un grosor de capa esencialmente homogéneo. Dado que el color se confiere

35

mediante fenómenos de interferencia y esto se determina en los sustratos usados de manera decisiva a partir del grosor de capa del recubrimiento de alto índice, los grosores de capa uniformes dan como resultado un tono de color más puro o una mayor pureza de color en los pigmentos de efecto según la invención.

- 5 La presente invención comprende pigmentos nacarados sin iridiscencia de color así como también pigmentos de efecto con una mayor iridiscencia de color en el caso de sistemas de múltiples capas.

10 Es decisivo sin embargo que a un ángulo de incidencia y ángulo de observación constantes en una aplicación con rasqueta con orientación principalmente plana y paralela de los pigmentos de efecto en forma de escamas según la invención siempre se observa un tono de color principalmente igual en el sentido de la presente descripción. A este respecto el ángulo de incidencia o de observación no debe ser en modo alguno siempre perpendicular a las escamas de pigmento, si bien este caso es también preferible.

15 Los pigmentos de efecto según la invención son adecuados especialmente para la aplicación en productos cosméticos, tales como por ejemplo polvos para el cuerpo, polvos para la cara, polvos compactos y sueltos, maquillaje para la cara, crema en polvo, maquillaje en crema, maquillaje en emulsión, maquillaje en cera, base de maquillaje, maquillaje en mousse, colorete, maquillaje de ojos tal como sombra de ojos, rímel, delineador de ojos, delineador de ojos líquido, lápiz para las cejas, barra protectora de labios, barra de labios, brillo de labios, perfilador de labios, composiciones para peluquería tales como laca para el pelo, mousse para el pelo, gel para el pelo, cera para el pelo, mascarilla para el pelo, tintes para el pelo permanentes o semipermanentes, tintes para el pelo temporales, composiciones protectoras de la piel tales como lociones, geles, emulsiones así como composiciones para esmalte de uñas.

25 Para obtener efectos de color especiales, en las aplicaciones de cosmética, además de los pigmentos de efecto según la invención pueden usarse colorantes adicionales y/o pigmentos de efecto convencionales o mezclas de los mismos en razones de cantidades variables. Como pigmentos de efecto convencionales pueden usarse por ejemplo pigmentos nacarados comercialmente disponibles a base de mica natural recubierta con óxidos de metal de alto índice (tales como por ejemplo el grupo de productos Prestige® de la empresa Eckart), escamas de BiOCl, escamas de TiO₂, pigmentos nacarados a base de mica sintética recubierta con óxidos de metal de alto índice o a base de escamas de vidrio recubiertas con óxidos de metal de alto índice, escamas de Al₂O₃, SiO₂ o TiO₂. Además pueden añadirse también pigmentos de efecto de metal, tales como por ejemplo el grupo de productos Visionaire® de la empresa Eckart. Los colorantes pueden seleccionarse de pigmentos inorgánicos u orgánicos.

35 Los pigmentos de efecto preferidos en el sentido de la presente invención tienen un intervalo ΔD de 0,7 - 1,4, preferiblemente 0,7 - 1,3, más preferiblemente 0,8 - 1,2 y de manera muy especialmente preferible 0,8 - 1,1 así como un valor de D_{50} de 3 - 350 μm . Su grosor medio asciende a este respecto a 500 - 2000 nm, la desviación estándar en el grosor asciende a este respecto al 15 - 100 %.

40 Los pigmentos de efecto adicionalmente preferidos en el sentido de la presente invención tienen un intervalo ΔD de 0,8 - 1,2, un valor de D_{50} de en cada caso preferiblemente de 3-15 μm , 10-35 μm , 25 - 45 μm , 30 - 65 μm , 40-140 μm o 135 - 250 μm . Su grosor medio asciende a este respecto a 500-2000 nm, y la desviación estándar en el grosor asciende a este respecto al 15 - 100%.

45 Los pigmentos de efecto adicionalmente preferidos en el sentido de la presente invención tienen un intervalo ΔD de 0,8 - 1,2 así como un grosor medio de 500 - 2000 nm, de manera especialmente preferible de 750 - 1.500 nm. La desviación estándar en el grosor asciende a este respecto al 15 - 100 % y los pigmentos de efecto presentan a este respecto un valor de D_{50} de 3 - 350 μm .

50 Los pigmentos de efecto adicionalmente preferidos en el sentido de la presente invención tienen un intervalo ΔD de 0,8 - 1,2 así como una desviación estándar en el grosor del 20 - 70 %. El grosor medio de los pigmentos de efecto asciende a este respecto a 500 - 2000 nm, preferiblemente a 750-1500 nm. Presentan a este respecto un valor de D_{50} de 3 - 350 μm .

55 Un procedimiento para la producción de los pigmentos de efecto según la invención comprende las siguientes etapas:

- a) clasificar el tamaño de los sustratos artificiales
- b) recubrir los sustratos artificiales.

60 Cuando los sustratos de partida son demasiado grandes, opcionalmente puede realizarse una etapa de trituración antes de la clasificación del tamaño.

65 La clasificación del tamaño puede tener lugar antes o después del recubrimiento de los sustratos. Sin embargo, de manera ventajosa, en primer lugar se clasifica el sustrato y a continuación se recubre. La clasificación del tamaño se realiza y opcionalmente se repite, hasta que los pigmentos nacarados presentan la distribución del tamaño de

partícula según la invención.

5 Un intervalo ΔD estrecho de los sustratos puede conseguirse mediante procesos adecuados de trituración y/o clasificación de los sustratos artificiales que van a recubrirse. Los sustratos artificiales que van a recubrirse pueden por ejemplo triturarse mediante molino de bolas, molino de bolas con agitador o de chorro, molino de muelas verticales o aparato de disolución. El intervalo ΔD de la fracción final puede ajustarse mediante una clasificación adecuada, tal como por ejemplo tamizado en húmedo múltiple. Otros procedimientos de clasificación comprenden la centrifugación en ciclones o una sedimentación a partir de una dispersión.

10 Los procesos de trituración y de clasificación pueden tener lugar de manera sucesiva y opcionalmente pueden combinarse entre sí. De este modo a un proceso de trituración puede seguirle un proceso de clasificación al que le sigue un proceso de trituración adicional de los finos etc.

15 El objetivo que sirve de base para la invención se soluciona también proporcionando una composición de recubrimiento, que contiene pigmentos de efecto según una de las reivindicaciones 1 a 10. Según una variante preferida la composición de recubrimiento se selecciona del grupo que consiste en producto cosmético, pintura, tinta de impresión, barniz, esmalte en polvo y pintura electroforética por inmersión.

20 El objetivo que sirve de base para la invención se soluciona también proporcionando un plástico, que contiene pigmentos de efecto según una de las reivindicaciones 1 a 10.

A continuación se explica en detalle la invención mediante algunos ejemplos y figuras, sin limitarse a los mismos.

Figuras

25 la figura 1 muestra una fracción de superficie marcada manualmente en una imagen digital de un pigmento de efecto según la invención en una eliminación con rasqueta.

30 la figura 2 muestra la distribución de las ubicaciones de color calculadas a partir de las imágenes digitales de los pigmentos de efecto marcados manualmente en un espacio de color a^*b^* .

la figura 3 muestra el cuantil del 90 % ΔD^*_{90} de la distribución del intervalo de color

35 Los siguientes ejemplos explicarán en detalle la invención, sin limitarla sin embargo a los mismos.

Ejemplo 1:

40 Una suspensión de 200 g de escamas de vidrio (grosor medio: 1 μm , desviación estándar del grosor: aprox. el 40%) en agua DI (aprox. el 3 % en peso) (DI: desionizada) se clasifica a través de un tamiz de 100 μm y la fracción que pasa por el tamiz se tamiza a su vez a través de un tamiz de 63 μm . Este procedimiento de tamizado se repite dos veces con el residuo de tamizado obtenido con el tamiz de 63 μm y de este modo se obtiene una fracción de escamas que presenta la siguiente distribución de tamaño de partícula (MALVERN Mastersizer MS 2000): $D_{10}=50 \mu\text{m}$, $D_{50}=82 \mu\text{m}$, $D_{90}=132 \mu\text{m}$, intervalo $\Delta D = 1,00$.

45 Ejemplo 2:

50 Se suspenden 200 g de escamas de vidrio del ejemplo 1 en 2000 ml de agua DI y se calientan con agitación turbulenta hasta 80 °C. Se ajusta a 1,9 el valor de pH de la suspensión con HCl diluido y después precipita una primera capa "SnO₂" sobre las escamas de vidrio. Esta capa se forma mediante la adición de una disolución, que consiste en 3 g de SnCl₄ x 5 H₂O (en 10 ml de HCl conc. más 50 ml de agua DI), con la dosificación simultánea de NaOH al 10 %, para mantener constante el valor de pH, a lo largo de un periodo de tiempo de 1 h. Con el fin de completar la precipitación se agita la suspensión 15 min. más. A continuación se baja el valor de pH con HCl diluido hasta pH 1,6 y después se añade una disolución de 200 ml de TiCl₄ (400 g de TiCl₄/l de agua DI) a la suspensión. A este respecto el valor de pH se mantiene constante a pH 1,6 mediante contra-adición con NaOH al 10%. a

55 continuación se agita posteriormente 15 min. más, se separa por filtración y se lava posteriormente la torta del filtro con agua DI. La torta del filtro se seca previamente entonces a 100 °C y se calcina a 750 °C durante 30 min. Se obtienen un pigmento de efecto de alto brillo, que muestra un color de interferencia rojo. Un examen microscópico de los pigmentos muestra una consistencia del color excepcional de los pigmentos entre sí.

60 Ejemplo 3:

65 200 g de escamas de vidrio del ejemplo 1 se recubren de manera análoga al ejemplo 2 con TiO₂, no obstante se dosifican sólo 167 ml de TiCl₄. Tras la calcinación se obtiene un pigmento de efecto de alto brillo con un color de interferencia dorado. Un examen microscópico muestra de manera análoga al ejemplo 2 una consistencia del color extraordinaria de los pigmentos entre sí.

Ejemplo de comparación 4:

5 Pigmentos nacarados dorados comercialmente disponibles “Reflecks Dimension Sparkling Gold” de la empresa BASF Catalysts.

Ejemplo de comparación 5:

10 Pigmentos nacarados dorados comercialmente disponibles “RonaStar Golden Sparks” de la empresa Merck.

Tabla 3: Valores característicos de la distribución del tamaño para algunos ejemplos y ejemplos de comparación:

Pigmento	D ₁₀	D ₅₀	D ₉₀	Intervalo ΔD
Ronastar Golden Sparks (Ejemplo de comparación 4)	34,0	78,4	148,7	1,46
Reflecks Dimension Sparkling Gold (Ejemplo de comparación 5)	35,6	84,3	175,9	1,66
Ejemplo 3	49,8	81,5	130,7	0,99

15 A continuación se compararon en un análisis detallado los pigmentos de efecto según la invención del ejemplos 3 con estrecho intervalo y elevada pureza de color con los pigmentos nacarados comercialmente disponibles de los ejemplos de comparación. Todos los pigmentos nacarados presentan en la aplicación con rasqueta un color de interferencia dorado perceptible visualmente para el observador.

20 El punto de partida para la determinación de la pureza de color de los pigmentos de efecto según la invención fueron imágenes digitales de microscopio en color de aplicaciones con rasqueta secas (producidas con un barniz, que contiene el 6 % en peso de pigmentos en barniz de nitrocelulosa (el dato de % en peso se refiere al peso total del barniz) y producidas con un grosor de película húmeda de 76 μm sobre cartón para rasqueta negro-blanco BYK-Gardner (byko-chart 2853) y a continuación se secó a temperatura ambiente). Estas imágenes se tomaron con el microscopio Axioskop 2 y la cámara digital AxioCam de la empresa Zeiss. Este equipo permitió, con ayuda del software de toma de imágenes y de procesamiento de imágenes AxioVision 4.6, preparar imágenes digitales de color neutro con una profundidad de color de 12 bits.

25 Para obtener datos estadísticos sin falsear, se produjeron aproximadamente 20 fotografía individuales en posiciones seleccionadas al azar de las aplicaciones con rasqueta. A este respecto se representaron más de 100 pigmentos individuales evaluables.

30 En la figura 2 están representadas las ubicaciones de color de las mediciones individuales de las tres muestras en el diagrama a*,b*. Puede reconocerse claramente que los pigmentos de efecto según la invención, a diferencia de los productos comercialmente disponibles, presentan la menor dispersión en el espacio de color a*-b*, es decir, tiene la mayor pureza de color. Los valores de color se encuentran muy próximos en el cuadrante rojo-amarillo del espacio de color a*-b*. La mayor dispersión, es decir, los pigmentos con color menos uniforme puede observarse en el caso de pigmentos del ejemplo de comparación 4. Esto puede reconocerse ya también a simple vista en las aplicaciones con rasqueta. Una dispersión un tanto más estrecha, pero en cambio una distribución en los cuadrantes verdes y rojo-amarillo del espacio de color a*-b* está presente en los pigmentos de Merck Ronastar (empresa Merck, Darmstadt, Alemania).

Tabla 4: Cuantil ΔD*90

Pigmento	Cuantil ΔC* ₉₀
Ronastar Golden Sparks (Ejemplo de comparación 4)	9,2
Reflecks Dimension Sparkling Gold (Ejemplo de comparación 5)	16,2
Ejemplo 3	2,5

45 El cuantil del 90% de la distribución del intervalo de color para los pigmentos de efecto según la invención del ejemplo 3 según la invención es la menor, mientras que los productos de comparación comercialmente disponibles presentan valores claramente superiores.

Ejemplo 6:

50 Se suspenden 200 g de escamas de vidrio del ejemplo 1 en 2000 ml de agua DI y se calientan con agitación turbulenta hasta 80 °C. Se ajusta a pH 1,9 el valor de pH de la suspensión con HCl diluido y después precipita una primera capa “SnO₂” sobre las escamas de vidrio. Esta capa se forma mediante la adición de una disolución, que consiste en 3 g de SnCl₄ x 5 H₂O (en 10 ml de HCl conc. más 50 ml de agua DI), con la dosificación simultánea de NaOH al 10 %, para mantener constante el valor de pH, a lo largo del periodo de tiempo de 1 h. Con el fin de completar la precipitación se agita la suspensión 15 min. más. A continuación se baja el valor de pH con HCl diluido hasta pH 1,6 y después se añade una disolución de 185 ml de TiCl₄ (400 g de TiCl₄/l de agua DI) a la suspensión. A este respecto el valor de pH se mantiene constante a pH 1,6 mediante contra-adición con NaOH al 10%. A

5 continuación se aumenta hasta 7,5 el valor de pH con NaOH al 5% y se agita durante 15 min. Se introduce después lentamente una disolución de vidrio líquido (207 g de vidrio líquido, SiO₂ al 27%, mezclado con 207 g de agua DI) en la suspensión y se mantiene el valor de pH constante a pH 7,5. A continuación se agita posteriormente 20 min. más y se reduce el valor de pH de nuevo hasta 1,9. Entonces se deposita una segunda capa "SnO₂" sobre la superficie de SiO₂. Esta capa se forma mediante la adición de una disolución, que consiste en 3 g de SnCl₄ x 5H₂O (en 10 ml de HCl conc. más 50 ml de agua DI), con la dosificación simultánea de NaOH al 10 %, para mantener constante el valor de pH, a lo largo del periodo de tiempo de 1 h. Con el fin de completar la precipitación se agita la suspensión 15 min. más. A continuación se baja el valor de pH con HCl diluido hasta pH 1,6 y después se añade una disolución de 189 ml de TiCl₄ (400 g de TiCl₄/l de agua DI) a la suspensión. A este respecto el valor de pH se mantiene constante a pH 1,6 mediante contra-adición con NaOH al 10 %. A continuación se agita posteriormente 15 min. más, se separa por filtración y se lava posteriormente la torta del filtro con agua DI. La torta del filtro se seca previamente a 100 °C y se calcina a 750 °C durante 30 min. Se obtiene un pigmento de efecto extremadamente de alto brillo, que presenta una iridiscencia de color, que cambia desde un color de interferencia verde para ángulos de observación inclinados hasta un color de interferencia azul a un ángulo de observación plano.

15 A continuación se presentan aplicaciones cosméticas con los pigmentos de efecto según la invención:

Ejemplo 7: Polvos para el cuerpo

Denominación INCI	Nombre del producto	% p/p	Proveedor
A		100,00	
Mica	Silk Mica	hasta 100	www.vwr.com
Talc	Talc Powder	18,00	www.riedelhehaen.com
Boron Nitride	Softouch CCS 102	5,00	www.advceramics.com
Nilon 12	Orgasol 2002 D/Nat	8,00	www.atofinchemicals.com
Magnesium Stearate	Magnesium Stearate	6,00	www.sigmaaldrich.com
Methylparaben, Propylparaben	Rokonsal SSH-1	0,30	www.biochema.com
Mica (and) Iron Oxides	Prestige® Soft Bronze	9,00	www.eckart.net
Pigmento de efecto según el ejemplo 2 / 3	--	0,10-15,00	
Mica (and) Titanium Dioxide	Prestige® Magic Orange	9,00	www.eckart.net
B			
Tridecyl Stearate (and) Tridecilo Trimellitate (and) Dipentaerythryl Hexacaprilate/Hexacaprato	Lipovol MOS-130	2,00	www.lipochemicals.com
Preparación: 1. Mezclar los componentes de la fase A 2. Añadir la fase B a la fase A 3. Mezclar y cargar en un recipiente adecuado			

20

Ejemplo 8: Sombra de ojos en crema

Denominación INCI	Nombre del producto	% p/p	Proveedor
A		100,00	
Castor Oil	Castor Oil	hasta 100	www.riedelhehaen.com
Octilo Palmitate	Liponate EHP	6,00	www.lipochemicals.com
Cocos Nucifera (Coconut) Oil	Lipovol C-76	7,00	www.lipochemicals.com
Bees Wax	Ewacera 12	6,00	www.wagnerlanolin.com
Isopropyl Lanolate	Ewalan IP	5,00	www.wagnerlanolin.com
Persea Gratissima (Avocado) Oil and Hydrogenated Avocado Oil	Avocado Butter	7,00	www.impag.de
Magnesium Stearate	Magnesium Stearate	3,00	www.sigmaaldrich.com
Bis-Hidroxietoxipropyl Dimethicone	Dow Corning 5562 Carbinol Fluid	7,00	www.dowcorning.com
Dimethicone/ Vinilo Dimethicone Crosspolymer and Silica	Dow Corning 9701 Cosmetic Powder	5,00	www.dowcorning.com
Phenoxyethanol (and) Methylparaben (and) Ethylparaben (and) Butylparaben	Uniphen P-23	0,30	www.induchem.com
B			

Mica (and) Iron Oxides	Prestige®Soft Bronze	21,00	www.eckart.net
Pigmento de efecto según el ejemplo 2 / 3	-----	0,10-20,00	
Preparación: 1. Mezclar la fase A y calentar hasta 85 °C 2. Mezclar la fase B 3. Añadir con agitación la fase B a la fase A 4. Dejar enfriar en un recipiente adecuado hasta temperatura ambiente			

Ejemplo 9: Base de maquillaje

Denominación INCI	Nombre del producto	% p/p	Proveedor
A		100,00	
Hydrogenated Polydecene	Ritadecene 20	9,00	www.ritacorp.com
Caprylic/ Capric Triglyceride	Liponate GC-K	5,00	www.lipochemicals.com
Prunus Amygdalus Dulcis (Sweet Almond) Oil	Sweet Almond Oil	4,00	www.jandekker.com
Caprylyl Trimethicone	SilCare Silicone 31M50	4,00	www.clariant.com
Caprylyl Methicone	SilCare Silicone 41M15	3,00	www.elariant.com
Steareth-2	Volpo S2	1,60	www.croda.com
Steareth-20	Sympatens AS/200 G	2,40	www.kolb.ch
B			
Talc	Talc Powder	4,50	www.vwr.com
Mica (and) Iron Oxides	Prestige® Soft Beige	4,00	www.eckart.net
Mica (and) Titanium Dioxide	Prestige® Soft Silver	1,00	www.eckart.net
Pigmento de efecto según el ejemplo 2 / 3	-----	0,05-1,00	
C			
Glycerin	Pricerine 9090	5,00	www.brenntag.com
Water	Aqua	hasta 100	
Ammonium Acryloildimehtyltauratel VP Copolymer	Aristoflex AVC	0,40	www.simon-und-werner.com
D			
Propylene Glycol (and) Diazolidinyl Urea (and) Methylparaben (and)			www.simon-und-
Propylparaben	Nipaguard PDU	0,40	werner.com
Preparación: 1. Calentar la fase A con agitación hasta 70 °C 2. Añadir los componentes de la fase B a la fase A 3. Mezclar la fase C hasta que se disuelva Aristoflex 4. Calentar la mezcla hasta 70 °C 5. Agregar la fase C a la fase AB, 6. Dejar enfriar hasta 40 °C y añadir la fase D			

5 **Ejemplo 10: Brillo de labios**

Denominación INCI	Nombre del producto	% p/p	Proveedor
A		100,00	
Hydrogenated Polyisobutene (and) Ethylene/ Propylene/Styrene Copolymer (and) Butylene/Ethylene/Styrene Copolymer	Versagel ME 750	hasta 100	www.penreco.com
Simmondsia Chinensis (Jojoba) Seed Oil	Jojoba Oil - Natural/Golden	2,00	www.biochemica.com
Caprylyl Trimethicone	Silcare Silicone 31M50	7,00	www.clariant.com
Stearyl Dimethicone	Silcare Silicone 41M65	3,20	www.clariant.com
Hydrogenated Polydecene	Nexbase 2002	4,00	www.jandekker.com
Isopropyl Myristate	Isopropyl Myristate	4,50	www.vwr.com
B			
Pigmento de efecto según el ejemplo 2 / 3	-----	0,01 - 2,00	
Propylparaben	Propyl-4-hydroxibenzoat	0,20	www.sigmaaldrich.com

Preparación:

1. Calentar la fase A hasta 85 °C
2. Añadir la fase B a la fase A, tras el mezclado cargar en un recipiente adecuado

Ejemplo 11: Perfilador de labios

Denominación INCI	Nombre del producto	% p/p	Proveedor
A		100,00	
Hydrogenated Coco-Glycerides	Softisan 100	12,35	www.sasolwax.com
Candelilla Wax	Ewacera 42	14,00	www.wagnerlanolin.de
Magnesium Stearate	Magnesium Stearate	6,00	www.sigmaaldrich.com
Stearic Acid	Kortacid 1895	8,50	www.akzonobel.com
Hydrogenated Coconut Oil	Lipex 401	8,00	www.karlshamns.com
Cetyl Palmitate	Walrath synthetic	7,00	www.kahlwax.de
Caprylic/ Capric Triglyceride	Liponate GC-K	3,60	www.lipochemicals.com
Soybean Glycerides (and) Butyrospermum Parkii	Lipex L'sens	hasta 100	www.karlshamns.com
Tocopheryl Acetate	D,L-Alpha-Tocopherolacetat	0,25	www.dsm.com
Methylparaben; Propylparaben	Rokonsal SSH-1	0,30	www.biochema.com
B			
Mica (and) Titanium Dioxide (and) Ferric Ferrocyanide	Prestige® Sapphire	7,50	www.eckart.net
Mica (and) Iron Oxides	Prestige® Copper	7,50	www.eckart.net
Mica (and) Titanium Dioxide	Prestige® Soft Silver	5,00	www.eckart.net
Pigmento de efecto según el ejemplo 2/3	--	0,10 - 10,00	
Preparación:			
1. Calentar la fase A hasta 85 °C			
2. Añadir la fase B a la fase A, tras mezclar, cargar en un recipiente adecuado			

5 **Ejemplo 12: Barra de labios**

Denominación INCI	Nombre del producto	% p/p	Proveedor
A		100,00	
Carnauba Wax	Ewacera 34	4,50	www.waqnerlanolin.de
Bees Wax	Ewacera 12	3,50	www.waqnerlanolin.de
Candelilla Wax	Ewacera 42	4,00	www.wagnerlanolin.de
Microcrystalline Wax	Parcera MW	7,20	www.paramelt.com
Cetyl Palmitate	Walrath synthetic	2,00	www.kahlwax.de
Hydrogenated Coco-Glycerides	Softisan 100	5,00	www.sasolwax.com
Petrolatum	Penreco Blond	5,80	www.penreco.com
Cetearyl Octanoate	Luvitol EHO	10,70	www.basf.com
Tocopheryl Acetate Tocopheryl Acetate	D,L-Alpha-Tocopherolacetat	0,50	www.dsm.com
Castor Oil	Castor Oil	hasta 100	www.riedelhaen.com
B			
Mica (and) Iron Oxide	Prestige® Fire-red	16,00	www.eckart.net
Pigmento de efecto según el ejemplo 2/3	-----	0,01 -5,00	
Methylparaben, Propylparaben	Rokonsal SSH-1	0,20	www.biochema.com
Preparación:			
1. Calentar la fase A hasta 85 °C			
2. Añadir la fase B a la fase A, tras mezclar a 75 °C en un recipiente adecuado			

Ejemplo 13: Delineador de ojos líquido

Denominación INCI	Nombre del producto	% p/p	Proveedor
A		100,00	
Water	Aqua	hasta 100	
Water/ carbon black dispersion	MBD 201	3,00	www.geotech.nl
Acrylates Copolymer	Covacryl E14	10,00	www.lcw.fr
Magnesium Aluminium Silicate	Veegum HV	1,00	www.cherbsloeh.de
B			

ES 2 369 051 T3

Propylene Glycol	1,2 Propandiol	3,00	www.vwr.com
Triethanolamine	Triethanolamine	1,40	www.vwr.com
C			
Xanthan Gum	Keltrol T	0,30	www.cpkelco.com
D			
Pigmento de efecto según el ejemplo 2/ 3	-----	0,10 -5,00	
Mica	Silk Mica	2,00	www.vwr.com
E			
Stearic Acid	Kortacid 1895	2,80	www.akzonobel.de
Glyceryl Stearate	Aldo MS K FG	0,80	www.lonza.com
Oleyl Alcohol	HD-Ocenol 90/95 V	0,50	www.biesterfeld.com
Phenoxyethanol (and) Methylparaben (and) Ethylparaben (and) Butylparaben	Uniphen P-23	0,50	www.induchem.com
F			
Dimethicone (and) Trisiloxane	Dow Corning 2-1184 Fluid	5,00	www.dowchemicals.com
Preparación: 1. Dispersar Veegum en la fase A 2. Agitar durante 15 min. 3. Añadir la fase B a la fase A 4. Agregar la fase AB a la fase C 5. Agitar durante 10 minutos 6. Agregar la fase D a la fase ABC y calentar hasta 75 °C 7. Calentar la fase E hasta 75 °C 8. Agregar la fase E a la fase ABCD 9. Dejar enfriar hasta 60 °C y añadir la fase F			

Ejemplo 14: Rímel

Denominación INCI	Nombre del producto	% p/p	Proveedor
A		100,00	
Water	Aqua	hasta 100	
Propylene Glycol	1, 2 Propanediol	1,50	www.vwr.com
Pigmento de efecto según el ejemplo 2/ 3	-----	0,10 - 8,00	
Cosmetic Black Oxide	C 33-134 Cosmetic Black Oxide	7,00	www.sunchemical.com
Caprylic/* Capric Triglyceride	Liponate GC-K	2,00	www.lipochemicals.com
Hydroxyethylcellulose	Cellosize HEC QP-52000H	0,30	www.dow.com
Magnesium Alumium Silicate	Veegum HV	1,80	www.rtvanderbilt.com
B			
Carnauba Wax	Ewacera 34	3,00	www.wagnerlanolin.de
Bees Wax	Ewacera 12	3,00	www.wagnerlanolin.de
Glyceryl Stearate	Imwitor 960 K	3,00	www.sasolwax.xom
Cetyl Alcohol	Cetyl Alcohol	3,80	www.vwr.com
Polysorbate 60	Tween 60 V	1,00	www.uniqema.com
PVP/ VA Copolymer	Luviskol VA 64	2,00	www.basf.com
C			
Water	Aqua	4,00	
BHT	Tenox BHT Kosher	0,10	www.eastman.com
Methylparaben	Methyl-4-hydroxybenzoate	0,20	www.sigmaaldrich.com
Preparación: 1. Calentar la fase A con agitación hasta 85 °C 2. Calentar la fase B hasta 85 °C 3. Añadir la fase B a la fase A 4. Con agitación, dejar enfriar hasta 55 °C 5. Añadir la fase C, mezclar, cargar en un recipiente adecuado			

5 Ejemplo 15: Mousse

Denominación INCI	Nombre del producto	% p/p	Uso designado
A		100,00	
Cyclopentasiloxane	Dow Corning 245 Fluid	8,60	www.dowcorning.com
Hydrogenated Polyisobutene	MC 30	4,00	www.sophim.com

Dimethicone (and) Dimethicone Crosspolymer	Dow Corning 9041 Silicone Elastomer Blend	hasta 100	www.dowcorning.com
Squalane	Squalane	5,74	www.impag.de
Isononyl Isononanoate	Dermol 99	10,16	www.alzointernational.com
Hydrogenated Jojoba Oil	Jojoba Butter LM	2,15	www.desertwhale.com
Hydrogenated Jojoba Oil	Jojoba Butter HM	1,00	www.desertwhale.com
C30-45 Alkyl Methicone (and) C30-45 Olefin	Dow Corning AMS-C30 Cosmetic Wax	1,15	www.dowcorning.com
Stearyl Dimethicone	Dow Corning 2503 Cosmetic Wax	0,47	www.dowcorning.com
Cyclopentasiloxane (and) Polipropylsilsesquioxane	Dow Corning 670 Fluid	5,00	www.dowcorning.com
B			
Dimethicone/ Vinyl Dimethicone Crosspolymer	Dow Corning 9506 Powder	16,02	www.dowcorning.com
Silica Dimethyl Silylate	Covasilic 15	0,17	www.lcw.fr
Talc	Talc Powder	5,00	www.riedeldehaen.com
Mica (and) Titanium Dioxide (and) Iron Oxides	Prestige® Soft Beige	5,00	www.eckart.net
Pigmento de efecto según el ejemplo 2/ 3	---	0,05 - 10,00	
C			
Propylene Glycol, Diazolidinyl Urea, Methylparaben, Propylparaben	Germaben II I	0,40	www.ispcorp.com
Preparación: 1. Mezclar la fase A, calentar hasta que se haya fundido todo 2. Mezclar previamente la fase B con la mezcladora Speed Mixer (2400 rpm, 1 min.) 3. Agregar la mitad de la fase A fundida a la fase B, mezclar en la mezcladora Speed Mixer (2400 rpm, 30 s) 4. Agregar el resto de la fase A a la fase B y mezclar en la mezcladora Speed Mixer (2400 rpm, 30 s) 5. Añadir la fase C, mezclar en la mezcladora Speed Mixer (2400 rpm, 30 s), dejar enfriar hasta temperatura ambiente			

Ejemplo 16: Esmalte de uñas

Denominación INCI	Nombre del producto	% p/p	Proveedor
A		100,00	
Pigmento de efecto según el ejemplo 2/ 3	-----	0,05 - 3,50	
B			
International Lacquers Nailpolish & Care Base 359	Butilacetat (and) Ethylacetat (and) Nitrocellulose (and) Isopropyl Alcohol	hasta 100	www.internationallacquers.lu
Preparación: 1. Con agitación, mezclar las fases A y B 2. Cargar en un recipiente adecuado			

5 **Ejemplo 17: Sombra de ojos compacta**

Denominación INCI	Nombre del producto	% p/p	Proveedor
A		100,00	
Mica	Silk Mica	17,00	www.vwr.com
Boron Nitride	Softouch CCS 102	2,50	www.advceramicscos.com
Talc	Talc Powder	hasta 100	www.riedeldehaen.com
Zinc Stearate	Kemilub EZ-V	7,00	www.undesa.com
Mica (and) Iron Oxides	Prestige® Bright Fire-red	39,00	www.eckart.net
Pigmento de efecto según el ejemplo 2/ 3	-----	0,05 - 8,00	
B			
Dimethicone	Dow Corning® 200 Fluid 5 cst	5,00	www.dowcorning.com
Cyclomethicone (and) Dimethicone Crosspolymer	Dow Corning® 9040 Elastomer	5,00	www.dowcorning.com

Preparación:
 1. Mezclar la fase A
 2. Añadir la fase B y homogeneizar
 3. Comprimir la sombra de ojos a 150 bar durante 30 min.

Ejemplo 18: Polvos compactos

Denominación INCI	Nombre del producto	% p/p	Proveedor
A		100,00	
Talc	Talc Powder	hasta 100	www.riedelhehaen.com
Zinc Stearate	Kemilub EZ-V	5,00	www.undesa.com
Methylparaben, Propylparaben	Rokonsal SSH-1	0,30	www.biochema.com
Polyethylene	Asensa CL 111	20,50	www.honeywell.com
Silica	Siloblanc 34	1,50	www.gracedavision.com
Mica (and) Titanium Dioxide	Prestige® Soft Silver	6,00	www.eckart.net
Mica (and) Titanium Dioxide (and) Iron Oxides	Prestige® Soft Beige	11,00	www.eckart.net
Pigmento de efecto según el ejemplo 2 / 3		0,05 - 8,00	
B			
Octyl Palmitate	Liponate EHP	3,00	www.lipochemicals.com
Preparación: 1. Mezclar la fase A 2. Añadir la fase B y homogeneizar 3. Comprimir la sombra de ojos a 150 bar durante 30 min.			

5 Ejemplo 19: Gel de ducha

Denominación INCI	Nombre del producto	% p/p	Proveedor
A		100,00	
Pigmento de efecto según el ejemplo 2/ 3	-----	0,01-1,00	
Water	Aqua	hasta 100	
Blue 1 (0.5% aqueous solution)	FD&C Blue No. 1	0,10	www.sunchemicals.com
Acrilates/ C10-30 Alquilo Acrylate Crosspolymer	Carbopol ETD 2020	1,00	www.noveon.com
Propylene Glycol	1, 2- Propanediol	1,00	www.vwr.com
B			
TEA- Lauryl Sulfate	Texapon T 42	22,00	www.cognis.com
Cocamide Dea	Rewomid DC 212 S	3,00	www.degussa.com
Cocamidopropyl Betaine	Tego Betain F 50	4,00	www.cognis.com
Disodium EDTA	Edeta BD	0,05	www.basf.com
C			
Triethanolamine	Triethanolamine	0,30	www.vwr.com
Phenoxyetanol, Ethylhexylglycerin	Euxyl PE 9010	0,60	www.schuelke-mayr.com
Preparación: 1. Dispersar carbopol en la fase A 2. Calentar hasta 65 °C 3. Añadir los ingredientes de la fase B poco a poco 4. Dejar enfriar con agitación, a 40-45 °C añadir la fase C			

Ejemplo 20: Cera blanda de peluquería

Denominación INCI	Nombre del producto	% p/p	Proveedor
A		100,00	
Pigmento de efecto según el ejemplo 2/ 3	-----	0,01 - 2,00	
Water	Aqua	hasta 100	
Propylene Glycol	1,2 Propanediol	2,00	www.vwr.com
Glycerin	Pricerine 9090	7,00	www.uniqema.com
Methoxy PEG/PPG-7/3 Aminopropyl Dimethicone	Abil Soft AF 100	0,50	www.degussa.com
B			
Isosteareth-20	Procol IS-20	14,50	www.protameen.com
Laureth-4	Genapol LA 040	10,00	www.clariant.com
Paraffinum Liquidium	Paraffinum Liquidium	6,00	www.heess.de
C12-15 Alkyl Benzoate	Sympatens- LBZ	6,00	www.kolb.ch
C			

Phenoxyethanol (and) Methylparaben (and) Butylparaben (and) Ethylparaben (and) Propylparaben (and) Isobutylparaben	Phenonip	0,40	www.clariant.com
Fragrance	Cool Floral OA D	0,10	www.belleurope.com
Preparación: 1. Calentar las fases A y B por separado hasta 90 °C 2. Añadir la fase B con agitación a la fase A 3. Dejar enfriar hasta 55 °C 4. Añadir la fase C y cargar en un recipiente adecuado			

Ejemplo 21: Crema de protección solar

Denominación INCI	Nombre del producto	% p/p	Proveedor
A		100,00	
Sorbitan Stearate (and) Methyl Glucose Sesquistearte	Sympatens-O/2500 G	5,00	www.kolb.ch
Stearic Acid	Kortacid 1895	4,00	www.akzonobel.com
Octyldodecanol	Eutanol G	9,00	www.cognis.com
Caprylic/ Capric Triglyceride	Liponate GC-K	10,00	www.lipochemicals.com
Cetearyl Alcohol	Lanette O	2,00	www.cognis.com
Macadamia ternifolia Seed Oil	Macadamia Nut Oil	3,20	www.jandekker.com
Octyl Methoxycinnamate	Parsol MCX	1,00	www.dsm.com
Butyl Methoxydibenzoylmethane	Parsol 1789	5,00	www.roche.com
B			
Pigmento de efecto según el ejemplo 2/ 3	-----	0,05 - 3,00	
Water	Aqua	hasta 100	
Glycerin	Pricerine 9090	3,20	www.uniqema.com
C			
Phenoxyethanol (and) Methylparaben (and) Ethylparaben (and) Butylparaben	Uniphen P-23	0,40	www.induchem.com
Fragrance	Nivamar BM	0,15	www.bell-europe.com
Preparación: 1. Calentar las fases A y B por separado hasta 80 °C 2. Añadir la fase A con agitación a la fase B 3. Dejar enfriar hasta 45 °C 4. Añadir la fase C			

5 Ejemplo 22: Barra de labios transparente

Denominación INCI	Nombre del producto	% p/p	Proveedor
A		100,00	
Ethylenediamine Hydrogenated Dimer Dilinoleate Copolymer Bis-Di-C14-18	Sylvaclear A2614V		
Alkyl Amide		28,00	www.arizonachemical.com
Bis-Stearyl Ethylenediamine/ Neopentyl Glycol/ Hydrogenated Dimer Dilinoleate	Sylvaclear C75V	28,00	www.arizonachemical.com
Paraffinum Liquidum	Paraffinum Liquidum	13,80	www.heess.de
Macadamia Integrifolia Seed Oil	Floramac Hawaiian Macadamia Oil-Refined	hasta 100	www.floratech.com
Isopropyl Myristate	Isopropyl Myristate	6,00	www.vwr.com
C12-15 Alkyl Benzoate	Sympatens-LBZ	6,00	www.kolb.ch
Caprylic/ Capric Triglyceride	Miglyol 812	7,00	www.sasolwax.com
Propylparaben	Propyl-4-hydroxybenzoat	0,20	www.sigmaldrich.com
Pigmento de efecto según el ejemplo 2 / 3	-----	0,01 - 3,50	
Preparación: 1. Calentar la fase A hasta 85 °C 2. Añadir la fase B a la fase A y mezclar 3. A 75 °C cargar en un molde para barra de labios			

Ejemplo 23: Loción corporal agua en silicona

Denominación INCI	Nombre del producto	% p/p	Proveedor
A		100,00	
Cyclopentasiloxane (and) Dimethiconol	Dow Corning 1501	11,50	www.dowcorning.com
Cyclopentasiloxane	Dow Corning 245	5,75	www.dowcorning.com
Cyclopentasiloxane (and) PEG/PPG/-18/18 Dimethicone	Dow Corning 5225 C Dow Corning 5225 C	13,80	www.dowcorning.com
C 30-45 Alkyl Methicone C 30-45 Alkyl Methicone	Dow Corning Cosmetic Wax AMS-C30 Dow Corning Cosmetic Wax	3,45	www.dowcorning.com
Pigmento de efecto según el ejemplo 2/ 3	-----	0,05 - 3,50	
C			
Polysorbate 20	Tween 20	0,60	www.uniqema.com
Phenoxyethanol (and) Methylparaben (and) Ethylparaben (and) Butylparaben	Uniphen P-23	0,35	www.induchem.com
Sodium Chloride	Sodium Chloride	0,75	www.vwr.com
Water	Aqua	hasta 100	
Preparación:			
1. Mezclar la fase A y calentar hasta 75 °C 2. Mezclar la fase B y calentar hasta 70 °C 3. Añadir la fase B lentamente con homogeneización a la fase A y dejar enfriar con agitación			

Ejemplo 24: Crema de día con color

5

Denominación INCI	Nombre del producto	% p/p	Proveedor
A		100,00	
Mica (and) Titanium Dioxide (and) Iron Oxides	Prestige® Soft Beige	1,00	www.eckart.net
Mica (and) Titanium Dioxide	Prestige® Soft Red	2,00	www.eckart.net
Pigmento de efecto según el ejemplo 2 / 3	-----	0,05 - 3,00	
Silica	Syloblanc 34	3,00	www.gracedavision.com
Glycerin	Pricerine 9090	5,00	www.uniqema.com
Allantoin	Allantoin	0,40	www.3V.com
Mica	Silk Mica	3,00	www.vwr.com
Boron Nitride	Boroneige #1501	1,50	www.esk.com
Water		hasta 100	
Xanthan Gum	Keltrol T	0,20	www.cpkelco.com
B			
Glyceryl Stearate (and) PEG-100 Stearate	Lipomulse 165	2,00	www.lipochemicals.com
Ceteryl Alcohol (and) Cetearyl Glucoside	Montanov 68	2,20	www.seppic.com
Dimethicone	Dow Corning 200 Fluid/ 350 cst	1,00	www.dowcorning.com
Cetearyl Isononanoate	Tego Soft CI	5,10	www.degussa.com
Octyldodecanol	Eutanol G	4,00	www.cognis.com
Butyrospermum Parkii (Shea Butter)	Shea Butter	3,80	www.jandekker.com
C			
Phenoxyethanol (and) Methylparaben (and) Ethylparaben (and) Butylparaben	Uniphen-23	0,40	www.permcos.com

Preparación:

1. Mezclar la fase A, dispersar Keltrol
2. Calentar hasta 80 °C
3. Calentar la fase B hasta 80 °C
4. Añadir la fase B lentamente a la fase A
5. Dejar enfriar hasta 40 °C y añadir la fase C

Ejemplo 25: Mascarilla para el cabello

Denominación INCI	Nombre del producto	% p/p	Proveedor
A		100,00	
Polyquaternium-16	Luviquat FC 905 (Luviquat Excellence)	2,70	www.basf.com
Propylene Glycol	1,2-Propanediol	1,80	www.vwr.com
Methylparaben	Methyl-4-hydroxybenzoate	0,20	www.sigmaaldrich.com
Aqua	Water	hasta 100	
B			
Cetearyl Alcohol	Lanette O	5,00	www.cognis.com
Dimethicone	Dow Corning 200 Fluid/ 350 cst	1,00	www.dowcorning.com
Ceteareth-25	Cremophor A 25	2,00	www.basf.com
Propylparaben	Propyl-4-hydroxybenzoat	0,10	www.sigmaaldrich.com
C			
Hydroxypropylcellulose	Klucel G	0,50	www.herc.com
Magnesium Aluminium Silicate	Veegum HV	0,50	www.rtvanderbilt.com
Aqua	Water	19,00	
D			
Pigmento de efecto según el ejemplo 2/ 3	-----	0,10 - 8,00	
Phenoxyethanol (and) Methylparaben (and) Butylparaben (and) Ethylparaben (and) Propylparaben (and) Isobutylparaben	Phenonip	0,20	www.clariant.com
Fragrance	Blue Shadow ÖKO	0,05	www.bell-europe.com
Preparación:			
1. Calentar las fases A y B por separado hasta 80 °C			
2. Añadir la fase B lentamente a la fase A			
3. Agregar en un recipiente separado Klucel y Veegum al agua de la fase C			
4. Dejar enfriar la fase AB hasta 40 °C			
5. Añadir las fases C y D			

5 **Ejemplo 26: Barra en polvo perfumada**

Denominación INCI	Nombre del producto	% p/p	Proveedor
A		100,00	
Dimethicone/ Vinyl Dimethicone Crosspolymer and Silica	Dow Corning 9701 Cosmetic Powder	hasta 100	www.dowcorning.com
Talc	Talc Powder	29,00	www.riedeldehaen.com
Amorphoeus Silica	Spheron P-1500	1,00	www.cheshamchemicals.co.uk
Pigmento de efecto según el ejemplo 2/ 3	-----	0,05 - 8,00	
Fragrance	Moisturadiance	5,00	www.drom.com
Preparación:			
1. Mezclar la fase A en la mezcladora Speedmixer (30 s/ 2000 rpm)			
2. Añadir la fase B a la fase A y mezclar en la mezcladora Speed Mixer (30 s/ 2500 rpm)			
3. Cargar en un recipiente adecuado			

Ejemplo 27: Colorete compacto

Denominación INCI	Nombre del producto	% p/p	Uso designado
A		100,00	
Mica	Silk Mica	hasta 100	www.vwr.com
Nylon 12	Orgasol 2002D/ Nat	3,20	www.atofinchemicals.com
Boron Nitride	Boroneige #1501	3,00	www.esk.com
Talc	Talc Powder	15,00	www.riedeldehaen.com
Zinc Stearate	Kemilub EZ-V	2,00	www.undesa.com
Pigmento de efecto según el ejemplo 2/ 3	-----	0,05 - 8,00	
Octyl Palmitate	Liponate EHP	8,00	www.lipochemicals.com
Preparación: 1. Mezclar la fase A 2. Añadir la fase B y homogeneizar 3. Comprimir el colorete a 150 bar durante 30 s			

REIVINDICACIONES

1. Pigmentos de efecto, que comprenden sustratos en forma de escamas artificiales, que presentan al menos un recubrimiento ópticamente activo, caracterizados porque los pigmentos de efecto presentan una curva granulométrica acumulativa promedio en volumen con los números característicos D_{10} , D_{50} y D_{90} , presentando esta curva granulométrica acumulativa un intervalo ΔD de 0,7 -1,4 y calculándose el intervalo ΔD según la fórmula (I):

$$\Delta D = (D_{90} - D_{10})/D_{50} \quad (I)$$

- 10 y ascendiendo el grosor medio de los sustratos en forma de escamas artificiales a de 500 nm a 2.000 nm.
2. Pigmentos de efecto según la reivindicación 1, caracterizados porque el grosor medio de los sustratos en forma de escamas artificiales asciende a de 750 nm a 1.500 nm.
- 15 3. Pigmentos de efecto según una de las reivindicaciones anteriores, caracterizados porque la desviación estándar del grosor de los sustratos artificiales asciende a del 15 % al 100 %.
- 20 4. Pigmentos de efecto según una de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el al menos un recubrimiento ópticamente activo de los sustratos artificiales comprende óxidos de metal, hidróxidos de metal, hidratos de óxido de metal, subóxidos de metal, metales, fluoruros de metal, nitruros de metal, oxinitruros de metal o mezclas de estos materiales.
- 25 5. Pigmentos de efecto según una de las reivindicaciones anteriores, caracterizados porque el al menos un recubrimiento ópticamente activo de los sustratos artificiales presenta un índice de refracción de al menos $n \geq 1,9$.
- 30 6. Pigmentos de efecto según una de las reivindicaciones anteriores, caracterizados porque el al menos un recubrimiento ópticamente activo presenta un índice de refracción de $n \geq 1,9$ y se selecciona del grupo que consiste en óxido de metal, hidróxido de metal, hidrato de óxido de metal, subóxido de metal y mezclas de los mismos.
- 35 7. Pigmentos de efecto según la reivindicación 6, caracterizados porque los pigmentos de efecto en una aplicación con rasqueta de un barniz, que contiene el 6 % en peso de pigmentos de efecto en un barniz de nitrocelulosa incolora, con respecto al peso total del barniz, con 76 μm de grosor de película húmeda tras cuyo secado presentan un cuantil del 90 % de la distribución del intervalo de color ΔC^*_{90} en el espacio de color a^*-b^* de desde 0,5 hasta 8,0.
- 40 8. Pigmentos de efecto según una de las reivindicaciones anteriores, caracterizados porque la curva granulométrica acumulativa presenta un valor de D_{50} en un intervalo de desde 3 hasta 350 μm .
- 45 9. Pigmentos de efecto según una de las reivindicaciones anteriores, caracterizados porque los sustratos artificiales son esencialmente transparentes y se seleccionan preferiblemente del grupo que consiste en escamas de vidrio, escamas de mica sintética, escamas de SiO_2 , escamas de polímero, oxiclورو de bismuto en forma de escamas, óxidos de aluminio en forma de escamas y mezclas de los mismos.
- 50 10. Pigmentos de efecto según una de las reivindicaciones anteriores, caracterizados porque los sustratos artificiales comprenden escamas de vidrio.
- 55 11. Procedimiento para la producción de pigmentos de efecto según una de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque comprende las siguientes etapas:
- a) clasificar el tamaño de los sustratos artificiales
 - b) recubrir los sustratos artificiales con por lo menos un recubrimiento ópticamente activo.
- 60 12. Procedimiento para la producción de pigmentos de efecto según la reivindicación 11, caracterizado porque el recubrimiento de los sustratos artificiales en la etapa b) tiene lugar tras la clasificación del tamaño de los sustratos artificiales en la etapa a).
- 65 13. Uso de los pigmentos de efecto según una de las reivindicaciones 1 a 11 en productos cosméticos, plásticos y composiciones de recubrimiento tales como pinturas, tintas de impresión, barnices, esmaltes en polvo, pinturas electroforéticas por inmersión.
- 70 14. Uso de los pigmentos de efecto según la reivindicación 13 en productos cosméticos tales como polvos para el cuerpo, polvos para la cara, polvos compactos y sueltos, maquillaje para la cara, crema en polvo, maquillaje en crema, maquillaje en emulsión, maquillaje en cera, base de maquillaje, maquillaje en mousse, colorete, maquillaje de ojos tal como sombra de ojos, rímel, delineador de ojos, delineador de ojos líquido, lápiz para las cejas, barra protectora de labios, barra de labios, brillo de labios, perfilador de labios, composiciones para peluquería tales como

laca para el pelo, mousse para el pelo, gel para el pelo, cera para el pelo, mascarilla para el pelo, tintes para el pelo permanentes o semipermanentes, tintes para el pelo temporales, composiciones protectoras de la piel tales como lociones, geles, emulsiones así como composiciones para esmalte de uñas.

5 15. Composición de recubrimiento, caracterizada porque la composición de recubrimiento contiene pigmentos de efecto según una de las reivindicaciones 1 a 8 y se selecciona preferiblemente del grupo que consiste en producto cosmético, pintura, tinta de impresión, barniz, esmalte en polvo y pintura electroforética por inmersión.

10 16. Plástico, caracterizado porque el plástico contiene pigmentos de efecto según una de las reivindicaciones 1 a 10.

Figura 1:

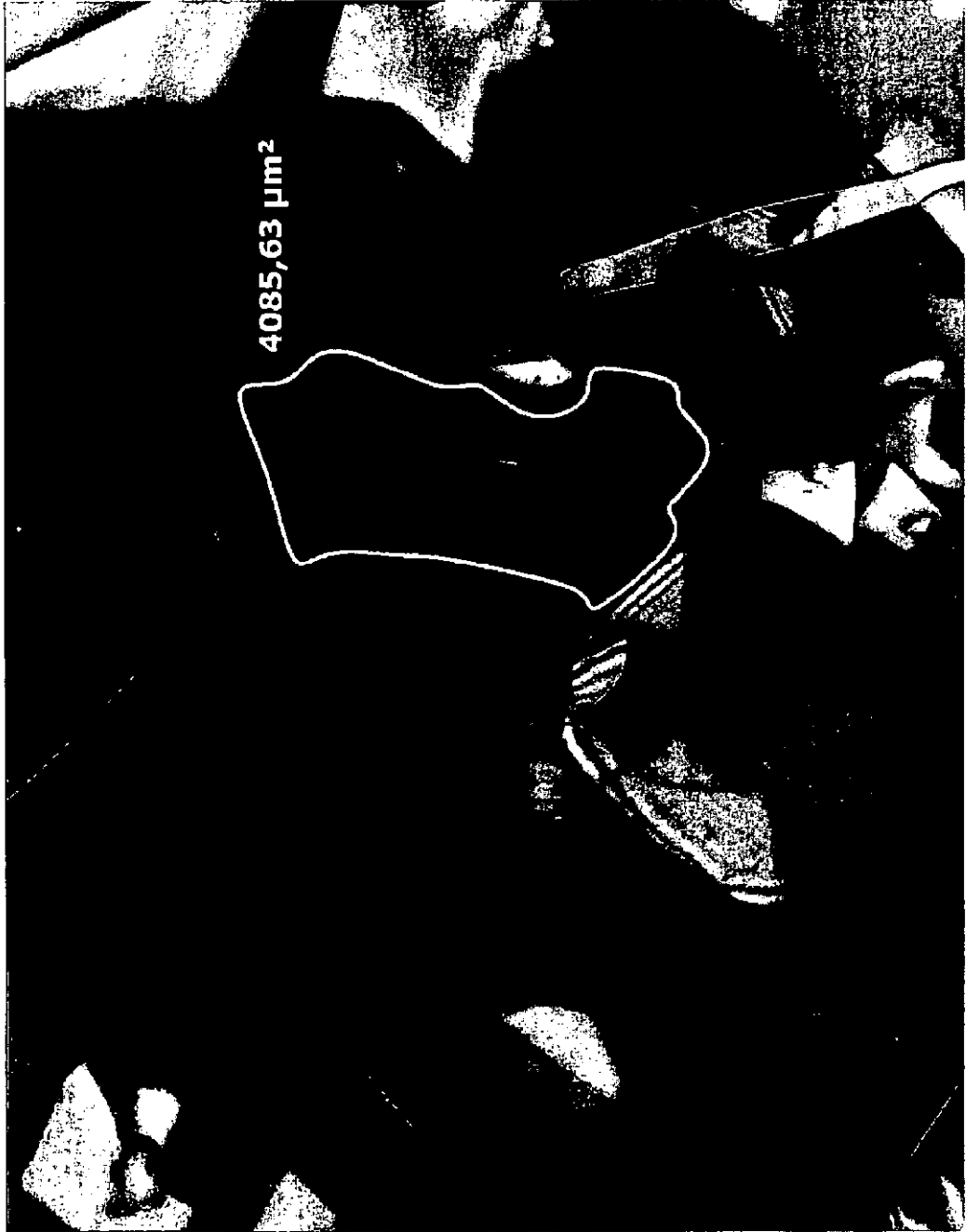


Figura 2:

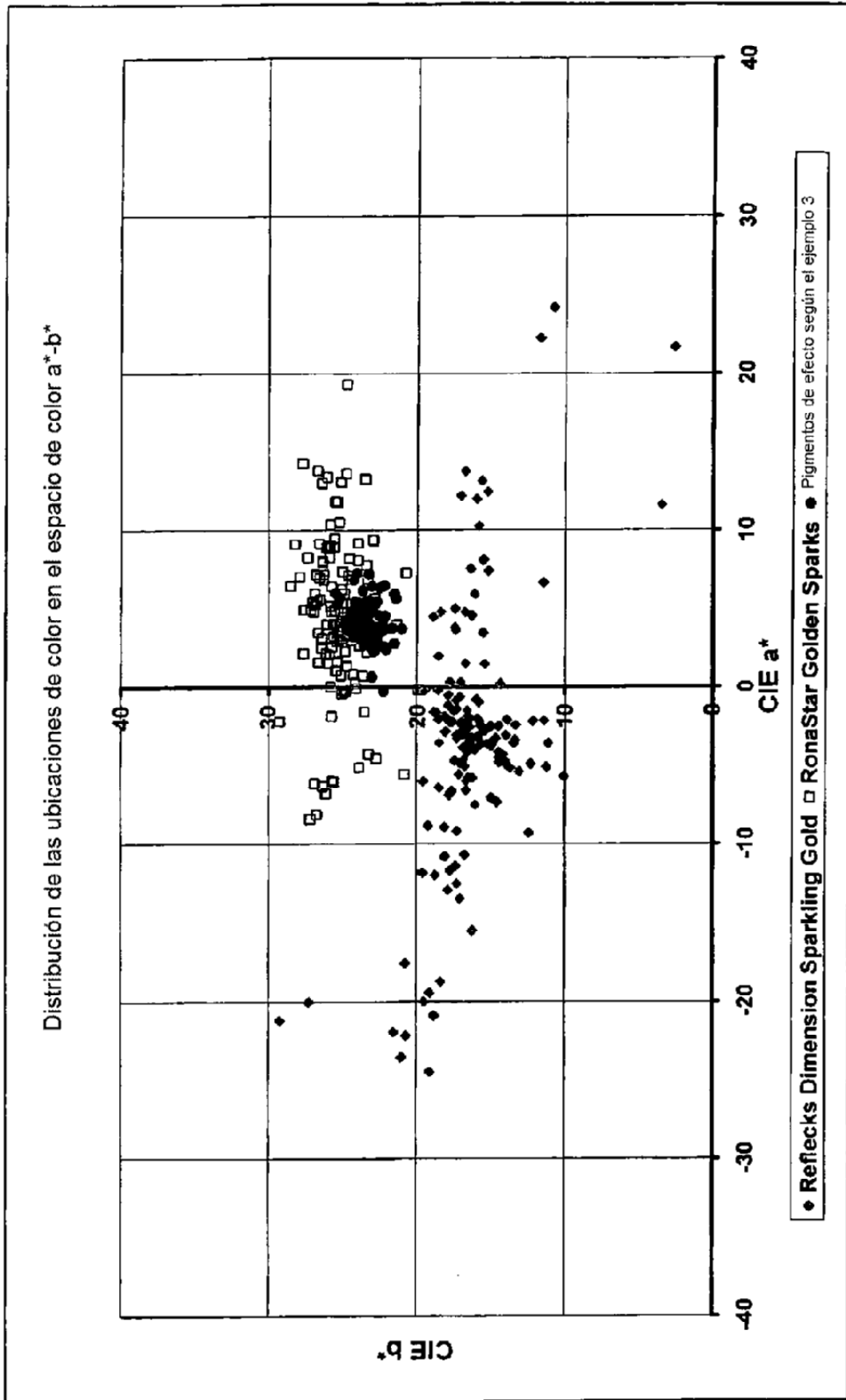
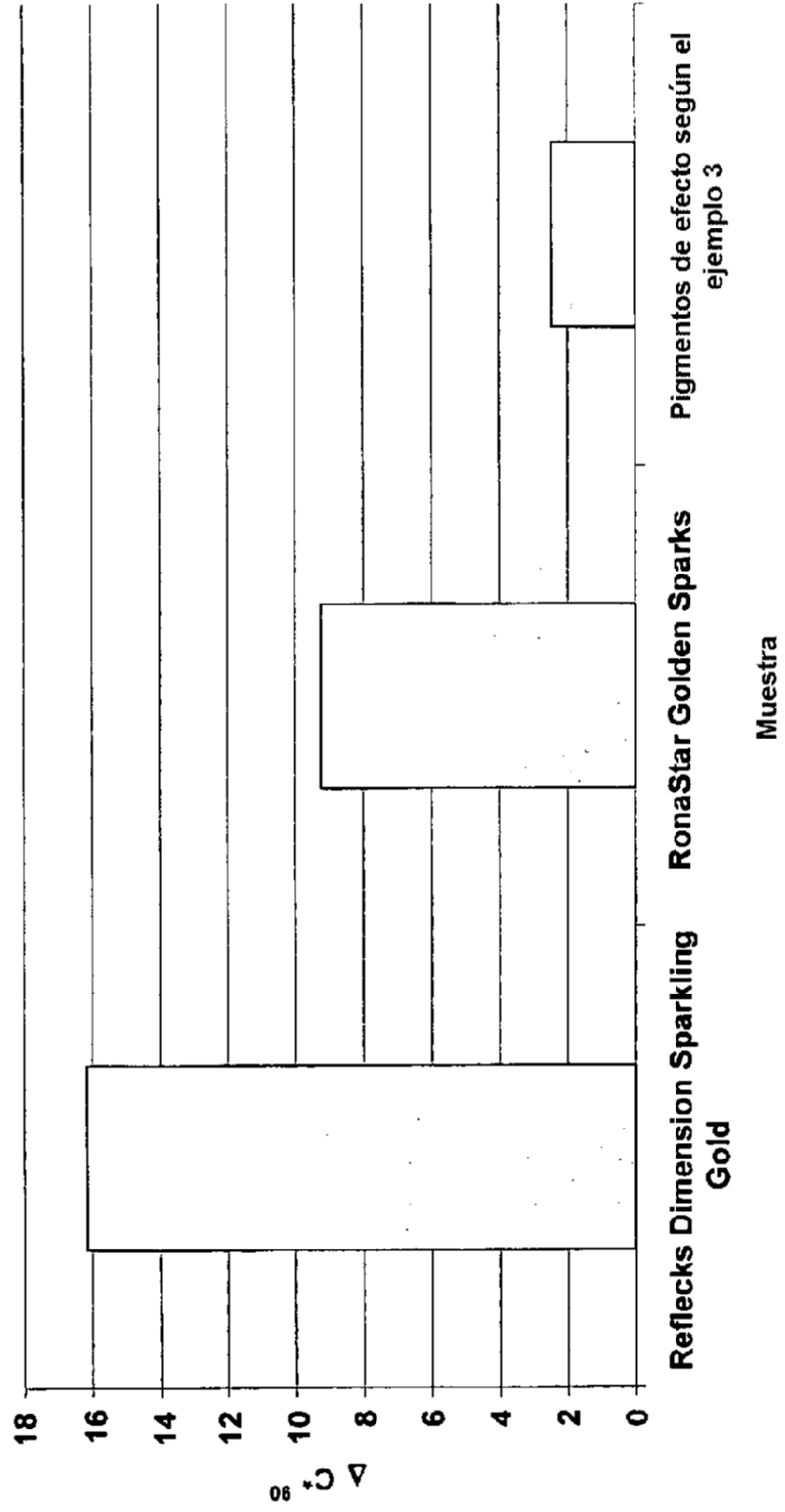


Figura 3:

ΔC^*90 de la distribución del espacio de color



REFERENCIAS CITADAS EN LA DESCRIPCIÓN

Esta lista de referencias citadas por el solicitante únicamente es para comodidad del lector. Dicha lista no forma parte del documento de patente europea. Aunque se ha tenido gran cuidado en la recopilación de las referencias, no se pueden excluir errores u omisiones y la EPO rechaza toda responsabilidad a este respecto.

Documentos de patentes citados en la descripción

- US 3331699 A [0004]
- US 5436077 A[0004]
- US 6045914 A [0005]
- WO 2004055119 A1 [0006]
- WO 2002090448 A2 [0007]
- WO 2006110359 A2 [0008]
- WO 2007114442 A1 [0009]
- US 20060042509 A[0011]
- WO 2006021386 A1 [0060]