

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 442 181**

51 Int. Cl.:

C09C 1/00 (2006.01)

C09C 3/10 (2006.01)

C09C 3/12 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **16.02.2011 E 11154617 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **01.01.2014 EP 2360212**

54 Título: **Procedimiento para producir purpurina**

30 Prioridad:

16.02.2010 DE 102010001971

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

10.02.2014

73 Titular/es:

**SIGMUND LINDNER GMBH (100.0%)
Oberwarmensteinacher Strasse 38
95485 Warmensteinach, DE**

72 Inventor/es:

**PILZ, MANUELA y
SCHUBERT, GUDRUN**

74 Agente/Representante:

PONTI SALES, Adelaida

ES 2 442 181 T3

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

DESCRIPCIÓN

Procedimiento para producir purpurina

- 5 **[0001]** La invención se refiere a un procedimiento para producir purpurina.
- [0002]** Las purpurinas tienen muchos usos para producir un efecto de superficie brillante y se usan, entre otras cosas y en particular, en artículos de cosmética. Para la producción de tales purpurinas se usan láminas o películas de material plástico que se cortan por medio de una operación de corte en partículas individuales comparativamente pequeñas. Si estas láminas se cubren, lo que se produce durante la operación de corte, los bordes cortados pueden debilitarse física y/o químicamente. Cuando se usan, por ejemplo, en productos cosméticos, los componentes presentes en los cosméticos, tales como agua o disolventes, pueden hacer contacto con la purpurina a través de los bordes cortados, lo que debilita la resistencia de los mismos.
- 10 **[0003]** El documento EP 0 708 155 A2 da a conocer un proceso para fabricar partículas sólidas cubiertas con dióxido de silicio mediante la descomposición de componentes de silicio volátiles con vapor de agua y/u oxígeno en presencia de partículas sólidas desplazadas, donde se usan silanos con al menos un residuo alcaniloxi como componentes de silicio.
- 20 **[0004]** El documento EP 0 678 561 A2 describe pigmentos metálicos dos veces pasivados en una fase gaseosa, los cuales se obtienen mediante una descomposición en fase de vapor de componentes de fósforo volátiles y de componentes de silicio volátiles que contienen nitrógeno con vapor de agua y/u oxígeno en presencia de partículas sólidas desplazadas, así como su fabricación.
- 25 **[0005]** Por lo tanto, un objeto de la invención es proporcionar un procedimiento para producir purpurina y purpurinas que sean física y/o químicamente resistentes después de su producción, de manera que puedan usarse, por ejemplo, en cosméticos, sin deteriorar los efectos de superficie.
- [0006]** Este objeto se consigue según la invención mediante las características expuestas en la reivindicación 1 y en la reivindicación 11.
- [0007]** Las reivindicaciones dependientes se refieren a otras configuraciones del procedimiento según la invención y de la purpurina.
- 35 **[0008]** La invención proporciona un procedimiento y una purpurina en la que los bordes cortados están protegidos contra el debilitamiento físico o químico cuando tales purpurinas se usan en suspensiones o en disoluciones, por ejemplo pinturas, cosméticos, etc. En particular, los efectos de superficie y los componentes de color presentes están concebidos para no sufrir ningún deterioro tal como, por ejemplo, cambio de color, incluso cuando se usan en suspensiones, disoluciones tales como pinturas, cosméticos o polímeros.
- 40 **[0009]** Según la invención, las purpurinas se producen usando un denominado proceso de lecho fluidificado en el que, en principio, con el fin de cubrir las partículas, las partículas individuales se cubren con una suspensión o dispersión. En el proceso de lecho fluidificado, conocido por sí mismo, los gránulos o las partículas se fluidifican mediante un flujo de aire, constituyendo el flujo de aire un flujo primario e introduciéndose la capa de material protector destinado a las partículas por medio de un flujo secundario, de modo que la capa de material protector que está en forma de suspensión o dispersión cubre las partículas individuales completamente sobre toda la cara externa. Los procesos de lecho fluidificado y los dispositivos para llevar a cabo los procesos de lecho fluidificado se conocen, por ejemplo, a partir de la publicación y guía de funcionamiento "*Mini Glatt mit Mikrokit*" ("*Mini Glatt con Micro kit*"), octubre de 2003, y a partir de los documentos US 3.241.520 y US 5.632.102.
- 50 **[0010]** Según un primer aspecto, la presente invención está dirigida a un procedimiento para producir purpurina que comprende partículas que tienen un grosor $\geq 1 \mu\text{m}$ a partir de un material inicial predeterminado, partículas que se introducen en un lecho mixto producido mediante un lecho fluidificado, ajustándose el lecho mixto mediante un flujo primario y un flujo secundario, y sellándose las partículas individuales en el lecho mixto en todos los lados con una capa de material protector para encerrar los bordes cortados y rotos, caracterizado porque el lecho mixto se produce mediante un flujo de aire de proceso que se calienta a una temperatura comprendida entre 50 °C y 80 °C, preferentemente a 60 °C aproximadamente.
- 55 **[0011]** En una realización, como material inicial se usa una capa portadora de lámina de plástico dotada a ambos lados de un revestimiento de aluminio y, encima del mismo, de un revestimiento de poliuretano o epóxido, o una capa portadora de una lámina de plástico con un revestimiento de poliuretano o epóxido a ambos lados, o una capa portadora de una lámina de plástico con un revestimiento de aluminio a ambos lados, o una partícula portadora
- 60

de material de vidrio o silicato, o una capa portadora de lámina de aluminio con un revestimiento de poliuretano o epóxido a ambos lados. En caso de que la partícula portadora esté hecha de material de vidrio o silicato, entonces está dotada preferentemente de un revestimiento metálico.

5 **[0012]** Como metales preferidos para el revestimiento metálico puede usarse plata, aluminio y/u oro.

[0013] Preferentemente, las partículas se cortan con una forma preferentemente hexagonal antes de que la operación de sellado con la capa de material protector se lleve a cabo en el lecho mixto.

10 **[0014]** En una realización adicional, una pintura híbrida o una disolución acuosa de poliuretano se introduce en el lecho mixto como una capa de material protector.

[0015] Según la invención, las partículas tratadas en el lecho mixto tienen una longitud diagonal de 50 μm . Como alternativa, las partículas pueden tener una longitud diagonal comprendida entre 61 y 500 μm , preferentemente entre 61 y 150 μm .

15 **[0016]** El lecho mixto se produce mediante un flujo de aire de proceso que se calienta a una temperatura comprendida entre 50 °C y 80 °C, preferentemente a 60 °C aproximadamente.

20 **[0017]** En una realización preferida, la capa de material protector es transparente y/o está dotada de un componente de color o de pigmentos colorantes. Además, las partículas que están cubiertas con una capa de material protector se recuecen preferentemente durante un periodo de tiempo predeterminado a una temperatura comprendida entre 100 °C y 140 °C, preferentemente a 120 °C. Esta operación de recocido dura preferentemente entre 20 y 40 minutos, preferentemente 30 minutos.

25 **[0018]** En un segundo aspecto se da a conocer una purpurina que comprende una capa portadora de lámina de plástico dotada a ambos lados de un revestimiento de aluminio y, sobre el mismo, de un revestimiento de poliuretano o epóxido, o una capa portadora de una lámina de plástico con un revestimiento de poliuretano o epóxido a ambos lados, o una capa portadora de una lámina de plástico con un revestimiento de aluminio a ambos lados, o una partícula portadora de material de vidrio o silicato, o una capa portadora de lámina de aluminio con un revestimiento de poliuretano o epóxido a ambos lados, que está dotado en todos lados de una capa protectora para encerrar los bordes cortados o rotos (15a, 15b), o una purpurina que puede obtenerse mediante el procedimiento descrito anteriormente en este documento.

30 **[0019]** Preferentemente, la capa portadora está dotada a ambos lados de una capa (2a, 2b, 3a, 3b) de aluminio, poliuretano o epóxido, donde el grosor de la capa es preferentemente $\geq 1 \mu\text{m}$.

[0020] Como se ha descrito anteriormente, la partícula portadora de material de vidrio o silicato puede estar dotada de un revestimiento metálico en una realización adicional.

40 **[0021]** La invención se explica a continuación en mayor detalle con referencia a una realización preferida. Las Figs. son vistas en sección a través de purpurinas producidas según la invención, en las que:

Las Figs. 1 a 3 son vistas en sección de una purpurina con una construcción de revestimiento diferente, proporcionándose una lámina de plástico como capa portadora.

Las Figs. 4 y 5 son vistas en sección de una purpurina con capas portadoras de vidrio o lámina de aluminio.

50 **[0022]** El procedimiento según la invención para producir purpurina tiene como objetivo producir un revestimiento homogéneo de partículas de purpurina en todos los lados, con un tamaño comprendido entre 1 μm y 500 μm . Tales partículas que forman las purpurinas comprenden, según una primera realización preferida, una lámina transparente, en particular una lámina de plástico, dotada de un revestimiento a ambos lados, preferentemente de poliuretano, epóxido o aluminio. En este caso, un revestimiento de aluminio se obtiene preferentemente por deposición de vapor bajo vacío. Si una capa de aluminio se aplica a ambos lados de una lámina transparente, en particular una lámina de plástico, según otra realización ésta se cubre preferentemente en cada caso con una capa de poliuretano o epóxido. Las partículas que forman la purpurina se producen a partir de una lámina de aluminio según otra configuración.

60 **[0023]** Las Figs. 1 a 3 ilustran las variantes descritas anteriormente para la formación de las partículas. La lámina de plástico que puede estar coloreada o no coloreada está designada como 1. A ambos lados de la película de plástico 1 según la Fig. 1 hay una capa de aluminio 2a, 2b. Sobre las capas de aluminio 2a, 2b hay capas de poliuretano o epóxido.

5 [0024] Según la Fig. 2, se proporciona una lámina de plástico preferentemente coloreada 1, sobre cuyas dos superficies se proporciona una capa de poliuretano o epóxido designada como 3a, 3b, respectivamente. En la variante según la Fig. 3, el punto inicial es una lámina de plástico 1 que está prevista sobre las dos superficies con las capas 2a, 2b de aluminio.

[0025] Según otra configuración, como la ilustrada en la Fig. 4, partículas de vidrio se usan como materiales iniciales, designadas como 8 en la Fig. 4. Una capa metálica 9 se aplica a esta partícula de vidrio o esta capa metálica 9 se omite.

10 [0026] En el proceso de lecho fluidificado descrito posteriormente, las partículas según las Figs. 1 a 4 están dotadas en su totalidad de un revestimiento, designado como 11 en cada caso.

[0027] En las partículas de vidrio 8 es posible, en principio, usar fragmentos de silicato rotos de manera irregular con un grosor $\geq 1 \mu\text{m}$. La provisión de revestimientos metálicos sobre estas partículas se lleva a cabo mediante una aplicación química o física, por ejemplo deposición en fase vapor.

15 [0028] Si las partículas comprenden una capa portadora en forma de una lámina de plástico 1, como se explicó en relación con las Figs. 1 a 3, las partículas se cortan en una forma preferentemente hexagonal.

20 [0029] Finalmente, como se muestra en la Fig. 5, también es posible usar una lámina de aluminio como capa portadora, designada como 12 en la Fig. 5, y dotada a ambos lados de una capa 3a o 3b de poliuretano o epóxido, o esta capa se omite. Una capa de aluminio 12 de este tipo también se corta preferentemente en una forma hexagonal y después se procesa adicionalmente de la manera descrita posteriormente.

25 [0030] Generalmente, las diferentes partículas iniciales se tratan usando parámetros comparables y se rodean completamente con la capa de material protector en el proceso de lecho fluidificado de modo que todos los bordes cortados o todos los bordes rotos de las partículas iniciales quedan encerrados. La precisa adaptación de los parámetros durante el proceso de lecho fluidificado se consigue a través de las densidades y tamaños de los respectivos materiales.

30 [0031] En la producción de partículas a partir de una lámina de plástico con el revestimiento mencionado anteriormente, las partículas individuales se cortan de la lámina, preferentemente en una forma hexagonal, de manera que los bordes cortados se producen y forman especialmente en la parte lateral de la lámina. Aunque la capa portadora es química y físicamente resistente incluso en lado no cubierto de la misma, por medio de la deposición de aluminio en fase vapor y un revestimiento adicional de poliuretano o epóxido, el efecto óptico deseado se consigue en la superficie opuesta añadiendo color. Ambas superficies son física y químicamente resistentes, aunque en los bordes cortados laterales, debido a un debilitamiento provocado por disolventes, como agua o similares, y a cuando se usa en pinturas y en cosméticos, no es posible impedir que se deteriore la apariencia. Con este fin, las purpurinas están dotadas, por medio de un proceso de lecho fluidificado, de una capa protectora 11 que rodea completamente a las purpurinas en cada caso.

35 [0032] Todas las partículas mostradas en las Figs. 1 a 5 y explicadas anteriormente en mayor detalle están rodeadas, por medio de una unidad de lecho fluidificado en el proceso de lecho fluidificado, con la capa 11 como capa de material protector, de modo que todas las caras externas están completamente encerradas.

45 [0033] Según un ejemplo, usando una unidad de lecho fluidificado WFP-8 de la empresa DMR Prozesstechnologie GmbH (Suiza), cinco kilogramos de partículas de purpurina de poliéster del tipo 2510-52-3 hex están cubiertos con una disolución de silano modificado orgánicamente, es decir, una pintura híbrida transparente. Las partículas de poliéster se produjeron en este caso a partir de una lámina de poliéster que tenía un grosor de 25 μm y que se aluminizó y coloreó sustancialmente de rojo. Las partículas se cortaron a partir de esta lámina, por ejemplo, como partículas hexagonales con un tamaño de 200 μm , medido a lo largo de bordes cortados y paralelos entre sí. El grosor de las partículas está comprendido, por término medio, entre 25 y 35 μm . Estas partículas se arremolinaron en la mencionada unidad mediante aire de proceso que se precalentó a 60 °C con un caudal de aire de 60 m^3/h con el fin de producir un denominado lecho mixto al que se le suministró una disolución de silano modificado orgánicamente mediante un pulverizador inferior, es decir, desde abajo.

50 [0034] La presión primaria (aire de proceso) y la presión secundaria se ajustaron en la proporción 1:2,5 para conseguir un buen humedecimiento de todo el lecho mixto y, por consiguiente, de las partículas de purpurina del lecho mixto. En este caso, las gotas de la pintura híbrida transparente se distribuyeron de manera precisa y se depositaron en el lecho fluidificado de manera uniforme. En este ejemplo, 1000 ml de pintura híbrida transparente se pulverizaron en menos de 60 minutos con el fin de contrarrestar el rápido secado de las gotas sobre las partículas. Una vez transcurrido este tiempo, fue posible retirar de la unidad 5 kg de purpurina cubierta y, mediante una

operación posterior de recocido a 120 °C durante 30 minutos, el revestimiento se reticuló de manera estable. En este caso había un revestimiento homogéneo de todas las partículas de purpurina y, por consiguiente, un revestimiento en la región de los bordes cortados que impide el debilitamiento químico o físico de la purpurina.

5 **[0035]** Dependiendo del tamaño de las partículas y de la densidad de las partículas de las purpurinas que vayan a producirse, habrá que fijar diferentes grados de fluidificación en el lecho fluidificado. Dependiendo del peso de las purpurinas, con partículas de purpurina más grandes se requiere una mayor presión de proceso, con respecto al aire de proceso que produce el remolino y con respecto a la pintura híbrida que se deposita en el lecho fluidificado, que con partículas más pequeñas que forman las purpurinas. Se requiere una gran expansión del lecho fluidificado con el fin de garantizar suficientemente una gran separación entre las partículas de purpurina individuales, de modo que las partículas de purpurina individuales, a las que puede accederse por separado, pueden cubrirse con la capa de material protector y, por otro lado, las partículas no se unen entre sí durante la operación de recubrimiento.

15 **[0036]** Como capa de revestimiento también es posible usar una disolución acuosa de poliuretano en lugar de una pintura híbrida, por ejemplo una disolución de silano modificado orgánicamente que está opcional o preferentemente coloreada.

20 **[0037]** El lecho fluidificado se produce mediante chorros que producen un flujo primario, determinando la presión de este flujo primario la longitud del cono de atomización, y mediante un flujo secundario cuya presión determina el ancho del cono de atomización.

25 **[0038]** Se ha observado que cuanto más pequeñas sean las gotas de la disolución o más fina sea la neblina del pulverizador, más presión primaria habrá que fijar. En caso de partículas relativamente pequeñas, las gotas deben ser tan finas como sea posible. Sin embargo, las gotas más pequeñas se secan más rápidamente que las gotas más grandes, de manera que cuando se producen gotas más pequeñas debe usarse una mayor cantidad de, por ejemplo, pintura híbrida para que la humedad del lecho fluidificado sea uniforme.

30 **[0039]** Como alternativa a los chorros que están dispuestos en la base (pulverizador inferior), estos chorros también pueden estar previstos en otra ubicación dentro de la unidad, por ejemplo, en la región superior de la unidad o en la región lateral (pulverizador superior, pulverizador tangencial).

35 **[0040]** La adición de la capa de material protector en forma de disoluciones de poliuretano o de pinturas híbridas transparentes o coloreadas, preferentemente con disoluciones de silano modificado orgánicamente, se lleva a cabo mediante un sistema de dosificación controlado por tiempo, por ejemplo, una bomba de manguera. El secado o la reticulación se lleva a cabo, dependiendo del disolvente, mediante el aire de proceso que está calentándose o mediante el lecho mixto o fluidificado que está calentándose. Si es necesario, las purpurinas pueden someterse posteriormente a una operación de procesamiento térmico adicional, por ejemplo en forma de polimerización de la capa protectora a temperaturas superiores a 50 °C.

40 **[0041]** Opcionalmente, una adaptación con respecto a las temperaturas puede ser necesaria y también con respecto a los parámetros con los que se lleva a cabo el proceso de lecho fluidificado.

45 **[0042]** El recubrimiento mediante el lecho fluidificado puede repetirse opcionalmente con el fin de llevar a cabo un recubrimiento múltiple de las partículas de purpurina con el fin de, por ejemplo, conseguir propiedades químicas o físicas modificadas de la capa protectora o permitir diferentes propiedades protectoras.

50 **[0043]** Usando el proceso de lecho fluidificado descrito anteriormente, la estructura de múltiples capas está dotada de una capa protectora 11 que cubre todas las superficies de la partícula de purpurina y, por consiguiente, cubre también, en particular, los bordes cortados laterales 15a, 15b, quedando éstos encerrados.

[0044] Conforme a los requisitos, los componentes de color, por ejemplo en forma de pigmentos colorantes, pueden introducirse en la capa protectora 11 o, también, previamente junto con la aplicación de las otras capas 2a a 3b con el fin de proporcionar color a la superficie pertinente.

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento para producir purpurina que comprende partículas que tienen un grosor $\geq 1 \mu\text{m}$ a partir de un material inicial predeterminado, partículas que se introducen en un lecho mixto producido mediante un lecho fluidificado, ajustándose el lecho mixto mediante un flujo primario y un flujo secundario, y sellándose las partículas individuales en el lecho mixto en todos los lados con una capa de material protector para encerrar los bordes cortados y rotos, **caracterizado porque** el lecho mixto se produce mediante un flujo de aire de proceso que se calienta a una temperatura comprendida entre 50 °C y 80 °C, preferentemente a 60 °C aproximadamente.
2. El procedimiento según la reivindicación 1, **caracterizado porque** como material inicial se usa una capa portadora de lámina de plástico dotada a ambos lados de un revestimiento de aluminio y, encima del mismo, de un revestimiento de poliuretano o epóxido, o una capa portadora de una lámina de plástico con un revestimiento de poliuretano o epóxido a ambos lados, o una capa portadora de una lámina de plástico con un revestimiento de aluminio a ambos lados, o una partícula portadora de material de vidrio o silicato, o una capa portadora de lámina de aluminio con un revestimiento de poliuretano o epóxido a ambos lados.
3. El procedimiento según la reivindicación 2, **caracterizado porque** la partícula portadora de material de vidrio o silicato está dotada de un revestimiento metálico.
4. El procedimiento según la reivindicación 1, **caracterizado porque** las partículas se cortan con una forma preferentemente hexagonal antes de que la operación de sellado con la capa de material protector se lleve a cabo en el lecho mixto.
5. El procedimiento según al menos una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado porque** una pintura híbrida o una disolución acuosa de poliuretano se introduce en el lecho mixto como una capa de material protector.
6. El procedimiento según al menos una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado porque** las partículas con una longitud diagonal de 50 μm se tratan en el lecho mixto.
7. El procedimiento según al menos una de las reivindicaciones 1 a 5, **caracterizado porque** partículas con una longitud diagonal comprendida entre 61 y 500 μm , preferentemente entre 61 y 150 μm , se tratan en el lecho mixto.
8. El procedimiento según al menos una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado porque** la capa de material protector es transparente y/o está dotada de un componente de color o de pigmentos colorantes.
9. El procedimiento según al menos una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado porque** las partículas que están cubiertas con una capa de material protector se recuecen durante un periodo de tiempo predeterminado a una temperatura comprendida entre 100 °C y 140 °C, preferentemente a 120 °C.
10. El procedimiento según la reivindicación 9, **caracterizado porque** la operación de recocido dura entre 20 y 40 minutos, preferentemente 30 minutos.
11. Una purpurina, que comprende una capa portadora de lámina de plástico dotada a ambos lados de un revestimiento de aluminio y, sobre el mismo, de un revestimiento de poliuretano o epóxido, o una capa portadora de una lámina de plástico con un revestimiento de poliuretano o epóxido a ambos lados, o una capa portadora de una lámina de plástico con un revestimiento de aluminio a ambos lados, o una partícula portadora de material de vidrio o silicato, o una capa portadora de lámina de aluminio con un revestimiento de poliuretano o epóxido a ambos lados, que está dotado en todos los lados de una capa protectora para encerrar los bordes cortados o rotos (15a, 15b), o que puede obtenerse mediante el procedimiento según una o más de las reivindicaciones 1 a 10.
12. La purpurina según la reivindicación 11, **caracterizada porque** la capa portadora está dotada a ambos lados de una capa (2a, 2b, 3a, 3b) de aluminio, poliuretano o epóxido.
13. La purpurina según la reivindicación 11 o la reivindicación 12, **caracterizada porque** el grosor de capa es $\geq 1 \mu\text{m}$.
14. La purpurina según la reivindicación 11, **caracterizada porque** la partícula portadora de material de vidrio o silicato está dotada de un revestimiento metálico.

