

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 587 998**

51 Int. Cl.:

C09C 1/00 (2006.01)

C09D 5/36 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **01.02.2005** **E 05002070 (0)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **25.05.2016** **EP 1564261**

54 Título: **Pigmento de interferencia**

30 Prioridad:

09.02.2004 DE 102004006360

28.10.2004 DE 102004052544

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

28.10.2016

73 Titular/es:

**MERCK PATENT GMBH (100.0%)
FRANKFURTER STRASSE 250
64293 DARMSTADT, DE**

72 Inventor/es:

**SCHMIDT, CHRISTOPH, DR.;
DELP, TANJA y
SCHOEN, SABINE, DR.**

74 Agente/Representante:

CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel

ES 2 587 998 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

Pigmento de interferencia

La presente invención se refiere a pigmentos de interferencia con una variación cromática intensa a base de sustratos transparentes con bajo índice de refracción en forma de escamas y a su uso, en particular en pinturas, barnices, tintas de impresión, plásticos, como dopantes para el marcado láser de plásticos y papeles, como aditivo en el sector alimentario y farmacéutico y en formulaciones cosméticas.

Los pigmentos de brillo o de efecto se utilizan en muchos campos de la técnica, en particular en el campo de los barnices para automoción, el recubrimiento decorativo, en plásticos, en pinturas, en tintas de impresión así como en formulaciones cosméticas.

Los pigmentos de brillo, que muestran un cambio de color en función del ángulo entre varios colores de interferencia, son de especial interés debido a su gama de colores para barnices para automoción así como en documentos a prueba de falsificación.

A este respecto, tienen una importancia especial los pigmentos nacarados con base mineral, tal como se conocen, por ejemplo, por los documentos US 2003/047115 A1, EP-A-1 469 041, WO 98/53011 A, EP-A-0 753 545 y WO 03/006558. Los pigmentos nacarados se producen mediante el recubrimiento de un portador inorgánico en forma de escamas con una capa con alto índice de refracción, en la mayoría de los casos oxidica. El color de estos pigmentos se genera mediante la reflexión parcial selectiva en función de la longitud de onda y la interferencia de la luz reflejada o transmitida en las interfaces medio/óxido u óxido/sustrato.

El color de interferencia de estos pigmentos está determinado por el grosor de la capa de óxido, por ejemplo el tono de color de un pigmento verde se produce mediante una única capa con alto índice de refracción en sentido óptico, cuyo grosor óptico genera un pico de reflexión en la región de longitud de onda visible a aproximadamente 500 nm. Esta longitud de onda la percibe el ojo humano como el color verde. Sin embargo, en el caso de un pico de primer orden, la curva de intensidad es tan ancha, que en toda la región de la luz visible se refleja tanta luz, que el ojo humano percibe una impresión muy clara, pero incolora.

Según las reglas conocidas de la óptica de capas finas, en particular del tratamiento antirreflectante de componentes ópticos, la intensidad de la luz reflejada aumenta enormemente en el caso de disponer varias capas con índices de refracción altos y bajos alternos con respecto a una capa individual. Así, mediante la aplicación de un sistema de capas de TiO_2 - SiO_2 - TiO_2 sobre partículas de mica, se eleva la intensidad de la luz reflejada en comparación con un sistema de una sola capa de TiO_2 aproximadamente un 60%. Por consiguiente, el perfil de la luz reflejada por interferencia se vuelve considerablemente más pronunciado, de modo que para un sistema de varias capas de este tipo debe esperarse un color de reflexión intenso y brillante. Pigmentos de este tipo se describen en el documento DE 196 18 569 A1.

Por el estado de la técnica se conocen, por ejemplo, pigmentos de interferencia verdes a base de escamas de mica. Las escamas de mica tienen por regla general una varianza muy amplia del grosor de capa y por tanto se comportan de manera neutra con respecto al color de interferencia. Con ello, los pigmentos nacarados, que presentan un único revestimiento de mica con un alto índice de refracción, representan sistemas ópticos de una sola capa, es decir, el color de interferencia está determinado exclusivamente por el grosor de capa de la capa de óxido metálico con alto índice de refracción. Por tanto, el margen de creación de color de un pigmento verde de mica/óxido metálico está muy limitado. Además, debido a su estructura de capas, las partículas de mica tienen irregularidades en la superficie, que generan dispersión y con ello reducen la transparencia y la calidad de color del producto. Además, la mica muestra un color propio marrón grisáceo más o menos pronunciado. Esta propiedad reduce aún más la transparencia e influye de manera no deseada en el color de absorción de los medios de aplicación.

Por tanto, el objetivo de la presente invención es poner a disposición un pigmento de interferencia, en particular un pigmento de interferencia verde, que se caracteriza en particular por una elevada transparencia, un color propio blanco puro y un cambio de color intenso en función del ángulo, que va más allá de un efecto de color exclusivo, por ejemplo un efecto verde, efecto azul, etc.

Sorprendentemente se ha encontrado ahora que una escama transparente real con bajo índice de refracción recubierta con una capa de TiO_2 delgada, como, por ejemplo, una escama de SiO_2 , genera una impresión de color intensa, por ejemplo verde, y al mismo tiempo presenta un cambio de color intenso en función del ángulo extraordinario e intenso: la variación cromática no tiene lugar obligatoriamente como es habitual en el caso de las pinturas de interferencia de colores de onda larga a colores de onda corta, sino que también puede tener lugar en el sentido contrario, por ejemplo del verde que es de onda más corta al rojo que es de onda más larga. Esto se consigue mediante un recubrimiento de escamas delgadas, como, por ejemplo, escamas de SiO_2 , con una capa de TiO_2 , cuyo grosor se adapta exactamente al grosor de las escamas.

En comparación con los pigmentos recubiertos de manera sencilla, por ejemplo pigmentos verdes, a base de mica, los pigmentos según la invención muestran las siguientes propiedades:

- una transparencia excelente en el medio de aplicación

- un color propio blanco puro

5 - un color de interferencia intenso, por ejemplo verde,

- un brillo muy claro

- una variación cromática intensa

10 - en el caso de una adaptación adecuada de los grosores de capa del sustrato y del recubrimiento es posible realizar una variación cromática de colores de onda larga con un ángulo de observación muy inclinado a colores de onda corta con un ángulo de observación plano, en particular en el caso de pigmentos de interferencia verdes de verde a rojo.

Además de por estas propiedades, los pigmentos según la invención se caracterizan, con respecto a los pigmentos de interferencia conocidos, por las siguientes características:

- un efecto de brillo intenso

15 - una tonalidad amarilla azulada que puede adaptarse del color verde.

Dicha tonalidad de color puede variarse en amplios intervalos mediante la adaptación del grosor de capa de TiO_2 y mediante la elección de escamas transparentes, como, por ejemplo, escamas de SiO_2 , de diferentes grosores, sin que se pierda la impresión de un pigmento de interferencia.

20 Por tanto, según la reivindicación 1 son objeto de la invención pigmentos de interferencia altamente cromáticos, en particular verdes, a base de sustratos transparentes con bajo índice de refracción en forma de escamas, que presentan un recubrimiento con alto índice de refracción compuesto por TiO_2 con un grosor de capa de 70 - 160 nm y opcionalmente una capa protectora externa.

25 Además es objeto de la invención el uso de los pigmentos de interferencia según la invención en pinturas, barnices, tintas de impresión, plásticos, pastas para botones, materiales cerámicos, vidrios, para el recubrimiento de semillas, como aditivo para la soldadura con láser de plásticos, como dopantes en el marcado por láser o en la soldadura por láser de plásticos y papeles, como aditivo para la coloración en el sector alimentario y farmacéutico, y en particular en formulaciones cosméticas. Además, los pigmentos según la invención también son adecuados para la producción de preparaciones de pigmentos así como para la producción de preparaciones secas, como, por ejemplo, gránulos, plaquitas, pastillas, briquetas, etc. Las preparaciones secas son adecuadas en particular para tintas de impresión y para formulaciones cosméticas.

30 Sustratos de base adecuados para los pigmentos de interferencia según la invención son sustratos con un índice de refracción $< 1,9$, por ejemplo escamas de SiO_2 en forma de escamas, como se describen, por ejemplo, en el documento WO 93/08237. Adicionalmente, además de dichas escamas de SiO_2 , es adecuado cualquier sustrato transparente en forma de escamas conocido por el experto en la técnica, como, por ejemplo, escamas de Al_2O_3 , escamas de vidrio, mica natural o sintética, y partículas de plástico en forma de escamas. Los sustratos preferidos de manera muy especial son las escamas de SiO_2 . Las propiedades especiales, como la tonalidad de color que puede adaptarse y en particular su dependencia del ángulo, se generan de manera decisiva por un grosor medio definido con una distribución de grosores estrecha.

La desviación estándar del grosor de las escamas de sustrato asciende a $\leq 6\%$ con respecto a su grosor medio.

40 Grosor medio = suma de todos los valores de grosor / número de mediciones

La desviación estándar se refiere a la desviación porcentual del 66% de los valores de medición individuales con respecto al valor calculado del grosor medio.

45 El tamaño del sustrato de base no es en sí crítico y puede adaptarse al respectivo propósito de aplicación. Por regla general, los sustratos transparentes en forma de escamas tienen un grosor medio de entre 0,2 y 0,8 μm . La extensión en las otras dos dimensiones asciende a entre 5 y 100 μm , y se encuentra de manera muy especialmente preferible a 5 - 60 μm .

Para conseguir un efecto de color intenso, por ejemplo un efecto verde o azul, con una tonalidad de color en función del ángulo superpuesta, es importante que el grosor medio de las escamas individuales se encuentre dentro de una desviación estándar de $\leq 6\%$.

5 Preferiblemente, la proporción dimensional (*aspect ratio*: proporción de diámetro/grosor) del sustrato asciende a 1 - 1000, en particular a 3 - 500 y de manera muy especialmente preferible a 5 - 200.

El grosor de la capa de TiO_2 y del sustrato es fundamental para las propiedades ópticas del pigmento. El grosor de la capa tiene que ajustarse de manera exacta y estar adaptado al grosor medio de las escamas de sustrato. El grosor de la capa de TiO_2 asciende a 70 - 160 nm.

10 Los pigmentos según la invención pueden producirse fácilmente generando una capa de interferencia de TiO_2 con alto índice de refracción con un grosor definido de manera exacta y una superficie lisa en los sustratos en forma de escamas de partículas finas. El TiO_2 está presente en fase de rutilo. En particular se prefieren las escamas de SiO_2 , que están cubiertas con una capa de rutilo.

15 Como sustratos con bajo índice de refracción son adecuados todos los materiales transparentes inorgánicos y orgánicos, que pueden producirse en forma de escamas de partículas finas con una distribución de grosores estrecha y presentan un índice de refracción $\leq 1,8$. Como sustratos orgánicos se tienen en cuenta, entre otros, polímeros, como por ejemplo poliésteres (por ejemplo PET), policarbonatos, poliimididas, polimetacrilatos. Sustratos inorgánicos especialmente preferidos son pigmentos de interferencia, en particular a base de SiO_2 , Al_2O_3 , monocristales en forma de escamas y escamas de vidrio, que también pueden estar cubiertos con una capa de SiO_2 delgada.

20 La capa de óxido metálico se aplica preferiblemente mediante química húmeda, pudiendo emplearse los procedimientos de recubrimiento de química húmeda desarrollados para la producción de pigmentos nacarados. Procedimientos de este tipo se describen, por ejemplo, en los documentos DE 14 67 468, DE 19 59 988, DE 20 09 566, DE 22 14 545, DE 22 15 191, DE 22 44 298, DE 23 13 331, DE 25 22 572, DE 31 37 808, DE 31 37 809, DE 31 51 343, DE 31 51 354, DE 31 51 355, DE 32 11 602, DE 32 35 017 o también en otras publicaciones y documentos de patente adicionales conocidos por el experto en la técnica.

25 En el recubrimiento en húmedo se suspenden las partículas de sustrato en agua y se mezclan con una o varias sales de titanio hidrolizables a un valor de pH adecuado para la hidrólisis, que se selecciona de tal manera que los óxidos metálicos u óxidos metálicos hidratados precipiten directamente sobre las escamas, sin que se produzcan precipitaciones secundarias considerables. El valor de pH se mantiene habitualmente constante mediante una adición simultánea de una base y/o un ácido. A continuación se separan los pigmentos, se lavan y se secan a 50-150°C y dado el caso se calcinan durante 0,1-3 h, pudiendo optimizarse la temperatura de calcinación con respecto al recubrimiento presente en cada caso. Por regla general, las temperaturas de calcinación se encuentran entre 250 y 1000°C, preferiblemente entre 350 y 950°C.

30 Además, el recubrimiento también puede tener lugar en un reactor de lecho fluidizado mediante recubrimiento en fase gaseosa, pudiendo emplearse de manera correspondiente, por ejemplo, los procedimientos propuestos en los documentos EP 0 045 851 A1 y EP 0 106 235 A1 para la producción de pigmentos nacarados.

35 El tono de color de los pigmentos puede variarse en límites muy amplios, obteniendo el efecto de interferencia, por ejemplo efecto de interferencia verde, mediante la diferente elección de las cantidades de cobertura o de los grosores de capa que resultan de esto. A este respecto, la variación cromática en función del ángulo de, por ejemplo, verde en el caso de ángulos de observación muy inclinados a rojo en el caso de ángulos de observación planos se mantiene en su mayor parte. A este respecto, la varianza del tono de color se refiere, en particular, al porcentaje amarillo o azul. La adaptación fina para un determinado tono de color puede conseguirse más allá de la mera elección de cantidades mediante la adaptación visual o controlada desde el punto de vista de la técnica de medición del color deseado.

40 Para aumentar la estabilidad con respecto a la luz, el agua y los agentes atmosféricos a menudo es recomendable, en función del campo de aplicación, someter el pigmento terminado a un recubrimiento adicional o tratamiento adicional. Como recubrimientos adicionales o tratamientos adicionales se tienen en cuenta, por ejemplo, los procedimientos descritos en los documentos DE-PS 22 15 191, DE-OS 31 51 354, DE-OS 32 35 017 o DE-OS 33 34 598. Mediante este recubrimiento posterior se aumenta adicionalmente la estabilidad química o se facilita la manipulación del pigmento, en particular la incorporación a diferentes medios. Para mejorar la humectabilidad, dispersabilidad y/o compatibilidad con los medios de aplicación pueden aplicarse recubrimientos funcionales de Al_2O_3 o ZrO_2 o sus mezclas o fases mixtas sobre la superficie de los pigmentos. Además son posibles recubrimientos adicionales orgánicos, u orgánicos/inorgánicos combinados, por ejemplo con silanos, como se describe, por ejemplo, en los documentos EP 0090259, EP 0 634 459, WO 99/57204, WO 96/32446, WO 99/57204, U.S. 5,759,255, U.S. 5,571,851, WO 01/92425 o en J.J. Ponjee, Philips Technical Review, vol. 44, n.º 3, 81 y

siguientes, y P.H. Harding J.C. Berg, J. Adhesion Sci. Technol. vol. 11 n.º 4, págs. 471-493.

Los pigmentos de interferencia según la invención pueden manipularse de manera sencilla y fácil. Los pigmentos pueden incorporarse mediante una simple agitación en el sistema de aplicación. No son necesarias una trituración y una dispersión complejas de los pigmentos.

- 5 Dado que los pigmentos de interferencia según la invención combinan un brillo intenso con alta transparencia y un color propio blanco puro, con ellos pueden conseguirse efectos especialmente eficaces en los diferentes medios de aplicación sin influir considerablemente en el color de absorción.

10 Resulta evidente que, para los diferentes propósitos de aplicación, los pigmentos de interferencia también pueden usarse ventajosamente mezclados con colorantes orgánicos, pigmentos orgánicos u otros pigmentos, como, por ejemplo, pigmentos blancos, de varios colores y negros transparentes y opacos, así como con óxidos de hierro en forma de escamas, pigmentos orgánicos, pigmentos holográficos, LCP (polímeros de cristal líquido), y pigmentos de brillo transparentes, de varios colores y negros convencionales a base de escamas de mica y SiO₂ recubiertas con óxido metálico, etc. Los pigmentos de interferencia pueden mezclarse en cualquier razón con pigmentos y cargas habituales en el mercado.

- 15 En las diferentes aplicaciones, el pigmento según la invención también puede combinarse con agentes colorantes adicionales de cualquier tipo, por ejemplo sustancias colorantes y pigmentos de absorción orgánicos y/o inorgánicos, pigmentos de interferencia de múltiples capas, como por ejemplo Timiron[®], Sicopearl[®] (BASF AG), ChromaFlair[®] (Flex Products Inc.), pigmentos de BiOCl, esencia de perla, pigmentos metálicos, por ejemplo de la empresa Eckart. A este respecto, las razones de mezclado y la concentración no presentan ningún límite.

20 Los pigmentos según la invención son compatibles con un gran número de sistemas de colores, preferiblemente del campo de los barnices, pinturas y tintas de impresión. Para la producción de las tintas de impresión para, por ejemplo, el huecograbado, la impresión flexográfica, la impresión offset, el barnizado de sobrepresión offset, son adecuados un gran número de aglutinantes, en particular los tipos solubles en agua, como se comercializan, por ejemplo, por las empresas BASF, Marabu, Pröll, Sericol, Hartmann, Gebr. Schmidt, Sicpa, Aarberg, Siegberg, GSB-Wahl, Follmann, Ruco o Coates Screen INKS GmbH. Las tintas de impresión pueden estar constituidas a base de agua o a base de disolvente. Además, los pigmentos también son adecuados para el marcado láser de papel y plásticos, así como para aplicaciones en el sector agrícola, por ejemplo para láminas para invernaderos, así como por ejemplo para la coloración de lonas.

30 El pigmento de interferencia según la invención puede usarse para la pigmentación de barnices, tintas de impresión, plásticos, láminas agrícolas, recubrimiento de semillas, coloraciones de alimentos, pastas para botones, recubrimiento de fármacos o formulaciones cosméticas, como pintalabios, esmaltes de uñas, polvos compactos, champús, jabones, polvos sueltos y geles. La concentración de la mezcla de pigmento en el sistema de aplicación que va a pigmentarse se encuentra por regla general entre el 0,1 y el 70% en peso, preferiblemente entre el 0,1 y el 50% en peso y en particular entre el 0,5 y el 10% en peso, con respecto al contenido en cuerpos sólidos total del sistema. Por regla general depende del caso de aplicación concreto. En los plásticos que contienen el pigmento de interferencia verde según la invención, preferiblemente en cantidades de desde el 0,01 hasta el 50% en peso, en particular del 0,1 al 7% en peso, pueden conseguirse efectos de destello especialmente pronunciados.

En el sector de los barnices, en particular en el barniz para automoción, el pigmento de interferencia también se utiliza para estructuras de 3 capas en cantidades del 0,1-20% en peso, preferiblemente del 1 al 10% en peso.

- 40 En el barniz, el pigmento de interferencia según la invención tiene la ventaja de que el brillo pretendido se consigue mediante un barnizado de una sola capa (sistema de una sola capa o recubrimiento de base en la estructura de 2 capas). En comparación con los barnizados, que contienen por ejemplo un pigmento de múltiples capas a base de mica o un pigmento nacarado convencional, basado en un sustrato con una distribución de grosores amplia, en lugar del pigmento según la invención, los barnizados con el pigmento según la invención muestran un efecto en profundidad más claro y un efecto de brillo pronunciado más intensamente.

50 El pigmento de interferencia según la invención también puede utilizarse ventajosamente en la cosmética decorativa y de cuidado. La concentración de uso va desde el 0,01% en peso en el champú hasta el 100% en peso en los polvos sueltos. En el caso de una mezcla de los pigmentos de interferencia con cargas esféricas, por ejemplo SiO₂, la concentración puede encontrarse al 0,01-70% en peso en la formulación. Los productos cosméticos, como por ejemplo esmaltes de uñas, polvos compactos, champús, polvos sueltos y geles, se caracterizan por efectos de color especialmente interesantes y una variación cromática intensa. El efecto de cambio de color en función del ángulo en el esmalte de uñas puede aumentarse claramente con respecto a los esmaltes de uñas convencionales con ayuda de los pigmentos según la invención.

Además, el pigmento según la invención puede utilizarse en sales de baño, pastas de dientes y para refinar

alimentos, por ejemplo coloración de una masa y/o recubrimientos de caramelos, gominolas, como por ejemplo ositos de goma, bombones, regaliz, productos de confitería, barras de caramelo, flanes, gaseosas, limonadas, etc., o como recubrimiento, por ejemplo en grajeas y comprimidos en el sector farmacéutico.

5 El pigmento según la invención puede mezclarse además con cargas habituales en el mercado. Como cargas pueden mencionarse, por ejemplo, mica natural y sintética, polvo de nailon, resinas de melanina puras o cargadas, talco, vidrios, caolín, óxidos o hidróxidos de aluminio, magnesio, calcio, cinc, BiOCl, sulfato de bario, sulfato de calcio, carbonato de calcio, carbonato de magnesio, carbono, así como combinaciones físicas o químicas de estas sustancias. No existen limitaciones con respecto a la forma de partícula de la carga. Según los requisitos, puede ser, por ejemplo, en forma de escamas, esférica o acicular.

10 Naturalmente, los pigmentos de interferencia según la invención en las formulaciones también pueden combinarse con cualquier tipo de materias primas y adyuvantes cosméticos. A estos pertenecen, entre otros, aceites, grasas, ceras, formadores de películas, conservantes y en general adyuvantes que determinan propiedades desde el punto de vista de la técnica de aplicación, como, por ejemplo, espesantes y sustancias aditivas reológicas, como por ejemplo bentonitas, hectoritas, dióxidos de silicio, silicatos de Ca, gelatinas, hidratos de carbono de alto peso molecular y/o sustancias auxiliares tensioactivas, etc.

Las formulaciones que contienen los pigmentos de interferencia según la invención pueden pertenecer al tipo lipófilo, hidrófilo o hidrófobo. En el caso de formulaciones heterogéneas con fases acuosas y no acuosas diferenciadas, los pigmentos según la invención pueden estar contenidos en cada caso en solo una de las dos fases o también estar distribuidos por ambas fases.

20 Los valores de pH de las formulaciones pueden encontrarse entre 1 y 14, preferiblemente entre 2 y 11, y de manera especialmente preferible entre 5 y 8.

25 Las concentraciones de los pigmentos según la invención en la formulación no presentan ningún límite. Según el caso de aplicación, pueden encontrarse entre el 0,001 (productos de aclarado, por ejemplo geles de ducha) y el 100% (por ejemplo artículos con efecto brillo para aplicaciones especiales). Los pigmentos según la invención pueden combinarse además también con principios activos cosméticos. Principios activos adecuados son, por ejemplo, repelentes de insectos, filtros de protección UV A/BC (por ejemplo OMC, B3, MBC), principios activos antienviejecimiento, vitaminas y sus derivados (por ejemplo vitamina A, C, E, etc.), autobronceadores (por ejemplo DHA, Erytrolyse, entre otros) así como principios activos cosméticos adicionales como, por ejemplo, bisabolol, LPO, ectoína, Emblica, alantoína, bioflavonoides y sus derivados.

30 En la pigmentación de sistemas de aglutinantes, por ejemplo para pinturas y tintas de impresión para el huecogrado, la impresión offset o la serigrafía, o como producto intermedio para tintas de impresión, la utilización de los pigmentos de interferencia según la invención en forma de pastas, gránulos, pastillas, etc. altamente pigmentados ha demostrado ser especialmente adecuada. Por regla general, el pigmento se incorpora a la tinta de impresión en cantidades del 2-35% en peso, preferiblemente del 5-25% en peso, y en particular del 8-20% en peso.

35 Las tintas de impresión offset pueden contener los pigmentos en hasta el 40% en peso y más. Los productos intermedios para las tintas de impresión, por ejemplo en forma de gránulos, como pastillas, briquetas, etc., contienen además del aglutinante y aditivos hasta el 98% en peso del pigmento según la invención. Las tintas de impresión que contienen el pigmento según la invención muestran tonos de color más puros, en particular tonos de color verde, que los pigmentos de efecto convencionales. Los grosores de partícula de los pigmentos de interferencia según la

40 invención son relativamente reducidos y conllevan por tanto una capacidad de impresión especialmente buena.

Los pigmentos de interferencia según la invención son además adecuados para la producción de preparaciones secas y preparaciones de pigmento fluidas, en particular para tintas de impresión, que contienen uno o varios pigmentos según la invención, aglutinantes y opcionalmente uno o varios aditivos.

45 Por consiguiente, también son objeto de la invención formulaciones que contienen el pigmento de interferencia según la invención.

En particular, son objeto de la invención formulaciones que, además del pigmento de interferencia según la invención, contienen al menos un componente seleccionado de agentes de absorción, agentes astringentes, sustancias antimicrobianas, antioxidantes, antitranspirantes, agentes antiespumantes, principios activos anticasma, antiestáticos, aglutinantes, sustancias aditivas biológicas, blanqueantes, formadores de quelatos, agentes desodorantes, emolientes, emulsionantes, estabilizadores de la emulsión, sustancias colorantes, agentes hidratantes, formadores de películas, sustancias olorosas, sustancias aromatizantes, repelentes de insectos, conservantes, agentes contra la corrosión, aceites cosméticos, disolventes, agentes oxidantes, componentes vegetales, sustancias tampón, agentes reductores, tensioactivos, gases propelentes, agentes opacificantes, filtros UV y absorbentes de UV, agentes de desnaturalización, reguladores de la viscosidad, perfume y vitaminas.

Los siguientes ejemplos pretenden explicar la invención, pero sin limitarla.

Ejemplos

Ejemplo 1: Pigmento de interferencia con variación cromática de verde intenso a rojo

5 Se suspenden 100 g de escamas de SiO₂ (tamaño de partícula 5-50 μm, grosor medio 450 nm, desviación estándar del grosor: aproximadamente el 5%) en 2 l de agua completamente desmineralizada y se calienta con agitación intensa hasta 80°C. A esta mezcla se le dosifica a pH 1,6 una disolución de 12 g de SnCl₄ x 5 H₂O y 40 ml de ácido clorhídrico (37%) en 360 ml de agua completamente desmineralizada. A continuación se dosifica a un valor de pH de 1,6 una cantidad de 460 ml de disolución de TiCl₄ (400 g de TiCl₄/l). El valor de pH se mantiene constante durante la adición de la disolución de SnCl₄ x 5 H₂O y las disoluciones de TiCl₄ en cada caso con disolución de NaOH (32%). A 10 continuación se ajusta el valor de pH con solución cáustica (32%) a 5,0 y se agita adicionalmente durante 15 minutos. Para el tratamiento final se separa el pigmento mediante filtración, se lava con 20 l de agua completamente desmineralizada, se seca a 110°C y se calcina durante 30 min a 850°C. Se obtiene un pigmento de interferencia con un color verde brillante intenso, brillo intenso y alta transparencia. Con la transición a ángulos de observación planos, el pigmento muestra un color de interferencia rojo.

15 **Ejemplos de aplicación**

Ejemplo A: gel de ducha

Fase A

Materia prima	Fuente de suministro	Denominación INCI	[%]
Pigmento del ejemplo 1	Merck KGaA		0,10
Keltrol T	Kelco	Goma xantana	0,75
Agua, desmineralizada		Aqua (agua)	64,95

Fase B

Materia prima	Fuente de suministro	Denominación INCI	[%]
Plantacare 2000 UP	Cognis GmbH	Glucósido de decilo	20,00
Texapon ASV 50	Cognis GmbH	Laureth sulfato de sodio, Laureth-8 sulfato de sodio, Laureth sulfato de magnesio, Laureth-8 sulfato de magnesio, Oleth sulfato de sodio, Oleth sulfato de magnesio	3,60
Bronidox L	Cognis GmbH	Propilenglicol, 5-bromo-5-nitro-1,3-dioxano	0,20
Aceite aromático Everest 79658 SB (esparcido)	Haarmann & Reimer GmbH	Perfume	0,05
1% FD&C azul n.º 1 en agua	BASF AG	Aqua (agua), CI 42090 (FD&C azul n.º 1)	0,20

Fase C

Materia prima	Fuente de suministro	Denominación INCI	[%]
Ácido cítrico monohidratado	Merck KGaA/Rona®	Ácido cítrico	0,15
Agua, desmineralizada		Aqua (agua)	10,00

20 Producción:

Para la fase A, mezclar con agitación el pigmento de interferencia en el agua. Entremezclar lentamente Keltril T con agitación y agitar hasta que se disuelva. Añadir las fases B y C sucesivamente y a este respecto agitar lentamente hasta que todo esté distribuido de manera homogénea. Ajustar el valor de pH a de 6,0 a 6,4.

Ejemplo B: - esmalte de uñas

Materia prima	Fuente de suministro	Denominación INCI	[%]
Pigmento del ejemplo 1	Merck KGaA		2,00

ES 2 587 998 T3

Materia prima	Fuente de suministro	Denominación INCI	[%]
Esmalte de uñas tixotrópico - Base 1348	International Lacquers S.A.	Tolueno, acetato de etilo, acetato de butilo, nitrocelulosa, resina de tosilamida/formaldehído, ftalato de dibutilo, alcohol isopropílico, hectorita de estearalconio, alcanfor, copolímero de acrilatos, benzofenona-1	98,00

Producción:

Se pesa el pigmento de interferencia junto con la base de barniz, se mezcla bien con una espátula a mano y a continuación se agita durante 10 min a 1000 rpm.

Ejemplo C: - sistema de barniz

90% en peso de hidroesmalte BG/S incoloro (barniz acuoso de la empresa Ernst Diegel GmbH)

10% en peso de pigmento de interferencia verde del ejemplo 1

5 Barnizado mediante pulverización a 80°C

Secar previamente durante 5 min a 80°C

Calcinar durante 20 min a 180°C

Ejemplo D: - plástico

10 Se humecta de manera uniforme 1 kg de producto granulado de poliestireno en una mezcladora basculante con 5 g de agente adherente. A esto se le añaden entonces 42 g de pigmento de interferencia verde del ejemplo 1 y se mezcla durante 2 min. Este producto granulado se procesa en una máquina de fundición por inyección en las condiciones habituales para dar escamas escalonadas con las medidas 4 x 3 x 0,5 cm. Las escamas escalonadas se caracterizan por su efecto de destello pronunciado.

Ejemplo E: - coloración de golosinas

15 Producto de partida: caramelos efervescentes blancos

Disolución de pulverización:

94% de disolución de goma laca alcohólica de la empresa Kaul

6% de pigmento de interferencia del ejemplo 1

20 Se pulverizan los caramelos efervescentes con un pigmento de interferencia/disolución de goma laca hasta que se consigue la aplicación de color deseada. Es posible un secado posterior con aire frío.

REIVINDICACIONES

- 5 1. Pigmentos de interferencia a base de sustratos transparentes con bajo índice de refracción en forma de escamas con un índice de refracción $< 1,9$, caracterizados porque la desviación estándar del grosor de las escamas de sustrato es $\leq 6\%$ con respecto a su grosor medio, ascendiendo el grosor medio a entre $0,2$ y $0,8 \mu\text{m}$, y ascendiendo la extensión en las otras dimensiones a entre 5 y 100 mm , y presentando estos un recubrimiento con alto índice de refracción compuesto por TiO_2 en la fase de rutilo con un grosor de capa de $70 - 160 \text{ nm}$ sobre los sustratos en forma de escamas y presentando opcionalmente una capa protectora externa.
- 10 2. Pigmentos de interferencia según la reivindicación 1, caracterizados porque el sustrato transparente en forma de escamas es una escama de SiO_2 , una escama de Al_2O_3 , una escama de mica natural o sintética o una escama de vidrio.
3. Pigmentos de interferencia según la reivindicación 1 ó 2, caracterizados porque el sustrato en forma de escamas es una escama de SiO_2 .
- 15 4. Procedimiento para la producción de los pigmentos de interferencia según una o varias de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque el recubrimiento de los sustratos tiene lugar mediante química húmeda por medio de la descomposición hidrolítica de sales metálicas en medio acuoso o por medio de la descomposición térmica según el procedimiento de CVD o PVD.
- 20 5. Uso de los pigmentos de interferencia según una o varias de las reivindicaciones 1 a 3, en pinturas, pastas para botones, barnices, tintas de impresión, tintas de impresión de seguridad, plásticos, materiales cerámicos, vidrios, para el recubrimiento de semillas, como dopantes para el marcado láser de plásticos y papeles, como aditivo para la soldadura con láser de plásticos, como aditivo para la coloración en el sector alimentario y farmacéutico, en formulaciones cosméticas y para la producción de preparaciones de pigmentos y preparaciones secas.
6. Preparaciones de pigmentos que contienen uno o varios aglutinantes, opcionalmente uno o varios aditivos y uno o varios pigmentos de interferencia según una o varias de las reivindicaciones 1 a 3.
- 25 7. Preparaciones secas tales como pastillas, gránulos, plaquitas, briquetas que contienen pigmentos de interferencia según una o varias de las reivindicaciones 1 a 3.