

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 682 070**

51 Int. Cl.:

C08J 7/04 (2006.01)

C09C 3/10 (2006.01)

C08J 7/06 (2006.01)

C09C 1/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **13.03.2015** **E 15158975 (1)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **20.06.2018** **EP 2918630**

54 Título: **Purpurina y procedimiento para su fabricación**

30 Prioridad:

14.03.2014 DE 102014204819

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

18.09.2018

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

PSCHIERER, ERWIN

74 Agente/Representante:

CARPINTERO LÓPEZ, Mario

ES 2 682 070 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

Purpurina y procedimiento para su fabricación

5 La invención se refiere a una purpurina que contiene una lámina en esencia exenta de antimonio con base de un poliéster, la cual está revestida de un metal, preferentemente aluminio, así como a un procedimiento para la fabricación de la misma.

Estado de la técnica

10 Las purpurinas se aplican en múltiples ocasiones para producir un efecto superficial brillante y se emplean, entre otras cosas y especialmente, en artículos cosméticos. Para la fabricación de purpurinas de este tipo se emplean láminas o películas de plástico que se cortan, mediante un proceso de corte, en partículas individuales pequeñas en comparación.

Un procedimiento a modo de ejemplo para la fabricación de tales purpurinas se desvela en el documento DE 102010001971 A1. En él se desvelan purpurinas que son revestidas por todos los lados.

15 No obstante, existe además la demanda de purpurinas que presenten un brillo mejorado. Además es deseable facilitar purpurinas con una sensación mejorada en la piel, es decir, tales que, en el caso de una aplicación en productos cosméticos, produzcan una sensación más blanda y más cómoda sobre la piel. Además existe una demanda de purpurinas que hagan posible, en el caso de un proceso de revestimiento, un revestimiento mejorado, más homogéneo y más liso.

20 La invención se basa, por lo tanto, en el objetivo de facilitar purpurinas que presenten un aumento del brillo y una sensación mejorada sobre la piel. Además es objetivo de la invención fabricar purpurinas que hagan posible, en el caso de un revestimiento, un revestimiento más homogéneo y más liso y que se puedan emplear en productos de cosmética por su buena compatibilidad.

Resumen de la invención

25 Hasta ahora para la fabricación de purpurinas con base de poliéster siempre se había empleado un catalizador con base de antimonio. Ha resultado sorprendente que el objetivo de la invención, es decir, purpurinas con brillo mejorado y sensación mejorada sobre la piel, así como purpurinas con comportamientos de revestimiento mejorados, se pueda resolver prescindiendo de tales catalizadores que contienen antimonio en la fabricación de purpurinas con base de poliéster.

30 La presente invención se refiere así a purpurinas que comprenden una lámina con base de un poliéster, la cual está revestida de un metal, preferentemente aluminio, estando la lámina en esencia exenta de antimonio. Además, la invención se refiere a un procedimiento para la fabricación de una purpurina en el que una lámina con base de un poliéster se fabrique con un catalizador exento de antimonio, se revista de un metal, preferentemente aluminio, y después se corte la lámina, o se corte la lámina y después se revista de un metal, preferentemente aluminio.

Otras configuraciones preferidas de la presente invención se deducen de las reivindicaciones dependientes y de la siguiente descripción detallada de la invención.

35 **Descripción detallada de la invención**

40 La presente invención se refiere a una purpurina que contiene una lámina con base de un poliéster, la cual está revestida de un metal, preferentemente aluminio, purpurina en la que la lámina está, en esencia, exenta de antimonio. En este sentido, en esencia exenta de antimonio significa que la lámina presenta un contenido de antimonio inferior a 100 ppm; preferentemente, de menos de 50 ppm; más preferentemente, de menos de 10 ppm; y de forma especialmente preferente, de menos de 5 ppm, en relación con el peso de la lámina. No obstante, no se descarta que la lámina contenga antimonio. Así la lámina puede contener antimonio como impureza inevitable en una cantidad que se sitúa por debajo del límite de contenido mencionado anteriormente. De acuerdo con formas de realización determinadas, la lámina puede ser, además, transparente o en esencia transparente, por ejemplo, con una transmitancia óptica en el intervalo visible de 380 a 780 nm, del 70%, el 80% o el 90% o más. La lámina puede estar, de acuerdo con otras formas de realización, coloreada o no coloreada, no obstante, de acuerdo con formas de realización determinadas, no está coloreada. Además, en formas de realización determinadas, sobre el revestimiento de metal, preferentemente aluminio, o la lámina y el revestimiento de metal se puede aplicar una capa colorante.

50 De acuerdo con formas de realización determinadas, la lámina comprende más del 50% en peso de un poliéster en relación con el peso de la lámina. Los poliésteres adecuados comprenden, en este sentido, polibutilentereftalato (PBT), polietilentereftalato (PET) e isotereftalato de polietileno, así como mezclas de estos. En formas de realización preferidas, la lámina comprende más del 60% en peso de poliéster; más preferentemente, más del 70% en peso; aún más preferentemente, más del 80% en peso; y de forma especialmente preferente, más del 90% en peso. En formas de realización determinadas, la purpurina de acuerdo con la invención comprende como polímero solo una

lámina con base de un poliéster que está en esencia exenta de antimonio.

En este sentido se debe mencionar que todos los datos porcentuales en la descripción se refieren a porcentaje de peso mientras esto no esté señalado de forma especial.

5 Adicionalmente la lámina puede comprender uno o varios polímeros más, los cuales pueden mezclarse o reaccionar con el poliéster, en una cantidad inferior al 50% en peso, en relación con el peso de la lámina. Preferentemente la lámina comprende adicionalmente uno o más polímeros con base de (met)acrilato en una cantidad inferior al 50% en peso. La expresión polímero con base de (met)acrilato comprende, en este sentido, tanto polímeros con base de acrilato como polímeros con base de metacrilato como (co)polímeros con base de acrilato y metacrilato, así como mezclas de estos. Preferentemente la lámina incluye menos del 40% en peso del otro polímero, preferentemente con base de (met)acrilato; más preferentemente, menos del 30% en peso; aún más preferentemente, menos del 20% en peso; y de forma especialmente preferente, menos del 10% en peso. Además, la lámina puede comprender también láminas que se fabrican por coextrusión de diferentes polímeros, así como compuestos de láminas de distintas láminas de polímero. Con ello no se descarta que junto a la lámina con base de un polímero estén incluidas otras láminas de polímero, coextruyéndose o empleándose como compuesto de láminas, preferentemente, sin embargo, no más de 10 láminas; más preferentemente, no más de 5 láminas; y de forma especialmente preferente, no más de 4 láminas. No obstante, en este sentido, la propia purpurina está en esencia exenta de antimonio de acuerdo con formas de realización determinadas, presenta así un contenido de antimonio inferior a 100 ppm; preferentemente, inferior a 50 ppm; más preferentemente, inferior a 10 ppm; y de forma especialmente preferente, inferior a 5 ppm, en relación con el peso de la purpurina. En formas de realización determinadas la purpurina comprende más del 60% en peso de poliéster; más preferentemente, más del 70% en peso; aún más preferentemente, más del 80% en peso; y de forma especialmente preferente, más del 90% en peso. En formas de realización determinadas, la purpurina de acuerdo con la invención comprende como polímero solo poliéster, el cual está en esencia exento de antimonio.

25 De acuerdo con formas de realización preferidas, la lámina se fabrica con un catalizador exento de antimonio. El catalizador exento de antimonio comprende, a este respecto, preferentemente al menos un metal escogido entre Ti, Al o Ge. Ejemplos de tales catalizadores se conocen, por ejemplo, por U.K. Thiele, Chemical Fibers International (Revista internacional de fibras químicas), 54, S. 162-163, 2004 y U.K. Thiele, International Journal of Polymeric Materials (Revista internacional de materiales poliméricos), 50, S. 387-394, 2001, y comprendían, por ejemplo, EcocatT, de la empresa Zimmer AG; TG/19, de la empresa Teck Cominco; Hombifast, de la empresa Sachtleben Chemie; Vertec-C400, de la empresa Johnson & Matthey und Tyzor, de la empresa DuPont.

35 Además, en una purpurina de acuerdo con la invención, la lámina está revestida además de un metal, preferentemente aluminio, plata, oro y/o cobre, preferentemente aluminio. El revestimiento puede efectuarse, en este sentido, de acuerdo con formas de realización determinadas, en un lado, en dos lados opuestos uno al otro, en toda la lámina o de otra forma. Además, de acuerdo con la invención, en la purpurina la capa metálica, por ejemplo, la capa de aluminio, o la lámina y la capa metálica pueden estar revestidas de un revestimiento con base de poliuretano, acrilato, estireno-acrilato o epóxido, preferentemente base de poliuretano, acrilato o estireno-acrilato, o de una solución de revestimiento con base de sol-gel. También en este caso el revestimiento puede estar presente en un lado, en dos lados opuestos uno al otro, en toda la capa metálica, por ejemplo, la capa de aluminio, de la lámina y de la capa metálica, por ejemplo, la capa de aluminio, o de otra forma. Especialmente en tales láminas revestidas se puede observar una superficie de la purpurina más homogénea y más lisa, que se traduce, por ejemplo, también en un brillo más mejorado. También para purpurinas que contienen tales láminas revestidas se mantiene una mejor sensación sobre la piel. Además se ha mostrado que en la fabricación de tales purpurinas revestidas, especialmente también con el empleo de un procedimiento de lecho fluido, se pega menos purpurina a, por ejemplo, la pared de recipiente del recipiente para la fabricación, lo que da como resultado una calidad de revestimiento mejorada y más uniforme de la purpurina. Las purpurinas que se pegan a la pared de recipiente, por el contrario, no están revestidas o no lo están suficientemente. Con ello, en el caso de la fabricación de tales purpurinas revestidas se deduce también un procedimiento de fabricación mejor y más eficiente.

45 Además, la purpurina de acuerdo con la invención puede comprender también otras capas colorantes y/o que producen efectos, como son conocidas para los expertos y que un experto puede revestir de forma adecuada, por ejemplo, a partir de la fase gaseosa o a partir de líquido/solución. De acuerdo con formas de realización preferidas, la purpurina de acuerdo con la invención no es una purpurina iridiscente. Especialmente, para tales purpurinas iridiscentes no está previsto ningún revestimiento metálico, que puede alterar el efecto iridiscente de la purpurina, de forma que el revestimiento metálico de acuerdo con la invención puede ser desventajoso para purpurinas iridiscentes. Además, las purpurinas iridiscentes comprenden generalmente unas 100 capas individuales de láminas, las cuales condicionan el efecto iridiscente, lo que determina una fabricación compleja. También, las purpurinas iridiscentes son demasiado caras. Además, por el gran número de capas y la ausencia de metalización no se puede garantizar que se pueda conseguir el efecto de acuerdo con la invención de un brillo mejorado y una sensación mejorada sobre la piel, así como de un comportamiento de revestimiento mejorado. Especialmente de la ausencia de metalización resulta un brillo más escaso, y del grueso espesor de láminas resulta especialmente una sensación peor sobre la piel.

De acuerdo con formas de realización preferidas, la lámina que se emplea en la fabricación de la purpurina y que,

con ello, está incluida en la purpurina presenta un grosor superior a 5 μm ; preferentemente, superior a 10 μm ; más preferentemente, superior a 12 μm . Especialmente en el caso de estas láminas gruesas en comparación con el estado de la técnica, en la purpurina de acuerdo con la invención se pueden conseguir una superficie de la purpurina homogénea y lisa, más mejorada, y un brillo mejorado. Además, el grosor es preferentemente inferior a 50 μm , por ejemplo, inferior a 40 μm ; preferentemente, inferior a 30 μm ; más preferentemente, inferior a 28 μm ; de forma especialmente preferente, inferior a 25 μm , por ejemplo, también inferior a 20 μm .

Además, se ha desvelado un procedimiento para la fabricación de una purpurina, en cuyo caso se fabrica una lámina con base de un poliéster con un catalizador exento de antimonio, se reviste la lámina de un metal, preferentemente aluminio, y después se corta la lámina, o se corta la lámina y después se reviste de un metal, preferentemente aluminio. Preferentemente, la lámina se reviste primero de un metal, preferentemente aluminio, y después se corta la lámina. Después de cortar la lámina, se producen, con ello, partículas. La forma de corte de la lámina no está restringida, y las partículas pueden cortarse, por ejemplo, con una forma parecida a un hexágono, es decir, una forma que semeja un hexágono. Con la utilización de partículas cortadas de tal forma se producen, por lo tanto, purpurinas con forma parecida a un hexágono; no obstante, se pueden fabricar también purpurinas cuadradas, redondas o rectangulares o purpurinas con cualquier otra forma cortando una forma correspondiente. El tamaño de partícula no está restringido en este sentido y puede comprender, por ejemplo, una longitud diagonal (por ejemplo, para purpurinas con forma parecida a un hexágono) o una longitud o un diámetro de 50 μm y más, 100 μm y más o 150 μm y más.

Por ejemplo, las purpurinas de acuerdo con la invención pueden presentar además un tamaño (longitud diagonal, longitud o diámetro o similar) de 500 μm o menos. En este sentido, la lámina puede presentar un grosor superior a 5 μm ; preferentemente, superior a 10 μm ; más preferentemente, superior a 12 μm , y presentar la composición mencionada anteriormente. Además, el grosor es, preferentemente, inferior a 50 μm , por ejemplo, inferior a 40 μm ; preferentemente, inferior a 30 μm ; más preferentemente, inferior a 28 μm ; y de forma especialmente preferente, inferior a 25 μm , por ejemplo, también inferior a 20 μm . Como catalizadores exentos de antimonio entran en consideración los descritos anteriormente.

De acuerdo con la invención, la lámina se reviste de un metal, preferentemente aluminio. El revestimiento puede efectuarse en un lado, en dos lados opuestos uno al otro, en toda la lámina o de otra forma. Los procedimientos para el revestimiento de las láminas son conocidos para los expertos. Por ejemplo, se puede efectuar un revestimiento por vaporización, por rociado con un aerosol, por lacado o de otra manera, preferentemente por vaporización. El revestimiento de metal se puede efectuar antes o después de cortar la lámina. Preferentemente la metalización se efectúa antes de cortar. Cuando la metalización se efectúa antes de cortar la lámina, en un segundo paso de revestimiento, se puede aplicar, por ejemplo, por lacado, impresión en hueco grabado, etc., un revestimiento de polímero, por ejemplo, con base de poliuretano, de acrilato, de estireno-acrilato o de epóxido. Tal revestimiento de polímero de la lámina metalizada facilita el proceso de corte y da como resultado una fabricación mejorada de partículas mediante el proceso de corte.

Además, en un procedimiento de acuerdo con la invención, la capa metálica, por ejemplo, una capa de aluminio, o la lámina y la capa metálica, la/s cual/es está/n revestidas, dado el caso, de una capa de polímero, pueden ser revestidas, después del corte, con un revestimiento con base de poliuretano, acrilato, estireno-acrilato o epóxido. El revestimiento con un polímero con base de poliuretano, acrilato, estireno-acrilato o epóxido después de cortar la lámina puede efectuarse, por ejemplo, incorporándola en una solución de polímero o por deposición en fase de vapor. Preferentemente el revestimiento se efectúa, después del corte, con un polímero con base de poliuretano, acrilato, estireno-acrilato o epóxido o con una solución de revestimiento con base de sol-gel mediante un procedimiento de lecho fluido, como se desvela, por ejemplo, en el documento DE 102010001971 A1. Las temperaturas de revestimiento adecuadas se sitúan en este caso, por ejemplo, en el intervalo de 40 a 140°C; preferentemente, de 50 a 100°C; más preferentemente, de 60 a 80°C.

En el procedimiento de lecho fluido, fundamentalmente con el fin de revestir partículas, las partículas individuales son revestidas con una suspensión, dispersión o solución. En el procedimiento de lecho fluido, el cual es conocido en sí, se levantan granulados o partículas mediante una corriente de aire, representando la corriente de aire una corriente primaria e introduciéndose el material de revestimiento previsto para las partículas por medio de una corriente secundaria, de forma que el material de revestimiento, el cual existe en la forma de una suspensión o dispersión, recubre las partículas individuales completamente por toda la superficie exterior. Procedimientos de lecho fluido y dispositivos para la implementación de procedimientos de lecho fluido se conocen, por ejemplo, por la publicación de manual de instrucciones "Mini Glatt mit Mikrokit" ("Mini Glatt con Mikrokit"), oct. 2003, así como por los documentos US 3,241,520 y US 5,632,102.

El revestimiento mediante lecho fluido se puede repetir, dado el caso, para realizar un revestimiento múltiple de las purpurinas para conservar, por ejemplo, cualidades químicas o físicas modificadas de la capa protectora o para hacer posibles diferentes cualidades protectoras.

Se ha desvelado, además, el empleo de las purpurinas de acuerdo con la invención en productos cosméticos. Los productos cosméticos comprenden en este sentido, por ejemplo, pastas, pomadas, cremas, laca de uñas, polvos, delineador de ojos líquido, etc., los cuales pueden incluir las purpurinas en cantidades habituales en las

formulaciones. Además, la presente invención se refiere a productos cosméticos que incluyen las purpurinas de acuerdo con la invención.

A continuación se explica la invención más en detalle mediante formas de realización preferidas.

5 Las figuras muestran vistas cortadas a través de la purpurina con la estructura de acuerdo con la invención. En este sentido muestran:

Las figuras 1 a 4, vistas cortadas esquemáticas de una purpurina de acuerdo con la invención con diferente estructura de capas.

10 Las purpurinas de acuerdo con la invención comprenden, por ejemplo, partículas de purpurina con un tamaño de 20 μm a 500 μm y un grosor de 25 μm que, de acuerdo con una primera forma de realización preferida, que está representada en la figura 1, están compuestas por una lámina de poliéster 1 transparente, en esencia exenta de antimonio, la cual está revestida de una capa de aluminio 2 por un lado, y se obtienen cortando la lámina de poliéster exenta de antimonio revestida. Un revestimiento de aluminio es depuesto en fase de vapor, en este sentido, preferentemente en vacío. De acuerdo con otra forma de realización, que está representada en la figura 2, las partículas de poliéster 1 en esencia exentas de antimonio pueden estar revestidas por ambos lados con capas de aluminio 2a, 2b. Un revestimiento de aluminio es depuesto en fase de vapor, en este sentido, preferentemente en vacío. Además, las partículas de poliéster 1 en esencia exentas de antimonio, revestidas por los dos lados con capas de aluminio 2a, 2b, pueden estar revestidas adicionalmente, en otra forma de realización, como se muestra en la figura 3, por todos los lados de forma homogénea con una capa de poliuretano 3. Como alternativa partículas de poliéster en esencia exentas de antimonio, las cuales están revestidas por un lado con una capa de aluminio 2, pueden estar revestidas, en otra forma de realización, como se muestra en la figura 4, por todos los lados de forma homogénea con una capa de poliuretano 3.

En las figuras 1 a 4, la lámina de poliéster en esencia exenta de antimonio puede también, de acuerdo con configuraciones alternativas, estar coloreada, o las partículas de purpurina pueden colorearse después de aplicar la capa metálica.

25 El revestimiento de poliuretano 3 en las figuras 3 y 4 puede fabricarse, por ejemplo, de acuerdo con un procedimiento de lecho fluido.

En este sentido, generalmente las diferentes partículas de partida son tratadas en parámetros comparables y en el procedimiento de lecho fluido son recubiertas completamente con el material de capa protectora, de forma que estén incluidos todos los bordes de corte o bordes de rotura de las partículas de partida. La adaptación exacta de los parámetros durante el procedimiento de lecho fluido resulta de los grosores y tamaños de los materiales respectivos. En las figuras 3 y 4 todas las superficies exteriores de las partículas, con o sin capa de aluminio, están recubiertas de una capa de poliuretano.

35 Por ejemplo, con el empleo de una instalación de lecho fluido, la instalación WFP 8 de la empresa DMR Prozesstechnologie GmbH (Suiza), cinco kilogramos de partículas de purpurina de poliéster en esencia exentas de antimonio, las cuales están revestidos de aluminio, se pueden revestir con una capa de poliuretano. Las partículas de poliéster en esencia exentas de antimonio se fabricaron, en este sentido, a partir de una lámina de poliéster en esencia exenta de antimonio con un grosor de 25 μm , que fue vaporizada con aluminio y pintada de rojo a continuación. Las partículas se cortaron a partir de esta lámina como, por ejemplo, partículas hexagonales con un tamaño de 200 μm , medidas por la longitud de los bordes de corte paralelos unos respecto a otros. El espesor de las partículas es de 25-35 μm de media. Estas partículas se arremolinan en la instalación mencionada mediante un gas de proceso precalentado a 60°C con un caudal de aire de 60 m^3/h para generar un denominado lecho mixto, al cual se suministra mediante vaporización desde el fondo, es decir, desde abajo, una solución acuosa de poliuretano.

45 La presión primaria (aire de proceso) y la presión secundaria se ajustaron en la proporción 1 : 2,5 para conseguir una buena humectación de todo el lecho mixto y, con ello, de las partículas de purpurina presentes en el lecho mixto. En este sentido, las gotitas de la solución de poliuretano se distribuyeron de forma fina y se insuflaron homogéneamente en el lecho fluido. En este ejemplo se inyectaron 1000 ml de solución de poliuretano en 60 minutos para contrarrestar un secado rápido de las gotitas sobre las partículas. Transcurrido este tiempo se pudieron retirar 5 kg de purpurinas revestidas de la instalación, y mediante un recocado subsiguiente de 30 minutos a 120°C, el revestimiento se agregó de forma estable. En este sentido resultó un revestimiento homogéneo de todas las partículas de purpurina.

55 Dependiendo del tamaño de partícula y del grosor de partícula de las purpurinas que se deben producir, se deben ajustar diferentes grados de fluidización dentro del lecho fluido. Dependiendo del peso de las purpurinas, con partículas de purpurina más grandes, es necesaria una presión de proceso superior, tanto en cuanto al aire de proceso que genera el arremolinamiento, como en cuanto a la solución de polímero insuflada en el lecho fluido, que con partículas más pequeñas que forman las purpurinas. Es necesaria una gran dilatación del lecho fluido para garantizar una distancia suficientemente grande entre las partículas individuales de purpurina para que las partículas de purpurina, disponibles separadas, se puedan revestir con el material de capa protectora y, por otro lado, las partículas no se aglutinen durante el revestimiento.

Como material de revestimiento se puede emplear también, en lugar de una solución de poliuretano, una solución acuosa de acrilato o de estireno-acrilato, una solución de revestimiento con base de sol-gel o una solución acuosa de epóxido.

5 La producción del lecho fluido se efectúa mediante toberas que generan una corriente primaria, determinando la presión de esta corriente primaria la longitud del cono de pulverización, y mediante una corriente secundaria, cuya presión establece la anchura del cono de pulverización.

10 Ha resultado que cuanto más pequeñas son las gotitas de solución o cuanto más fina es la palanca de pulverización, tanto más grande se debe ajustar la presión primaria. Con partículas pequeñas las gotitas deberían ser lo más fijas posible. El secado de gotas pequeñas se efectúa, no obstante, más rápido que con gotas más grandes, de forma que al producir gotas más pequeñas se debe trabajar con una cantidad superior de, por ejemplo, solución acuosa de poliuretano para que la humedad en el lecho fluido sea igual.

Como alternativa a toberas dispuestas en el fondo (pulverización desde el fondo), estas toberas pueden preverse también en otro punto dentro de la instalación, por ejemplo, en la zona superior de la instalación o en la zona lateral (pulverización desde arriba, pulverización tangencial).

15 La adición del material de revestimiento en la forma de soluciones de poliuretano u otras soluciones de acuerdo con la invención se efectúa mediante un sistema dosificador controlado por tiempo, por ejemplo, una bomba peristáltica. El secado o el agregado se efectúan, dependiendo del agente de solución, por medio del calentamiento del aire de proceso o el calentamiento del lecho mixto o fluido. En caso necesario, a continuación las purpurinas pueden ser sometidas a un tratamiento térmico adicional, por ejemplo, en la forma de una polimerización de la capa protectora a 20 temperaturas superiores a los 50°C.

Dado el caso puede ser necesaria una adaptación en cuanto a las temperaturas, así como en cuanto a los parámetros con los cuales se implementa el procedimiento de lecho fluido.

25 El revestimiento mediante el lecho fluido se puede repetir, dado el caso, para realizar un revestimiento múltiple de las partículas de purpurina para conservar, por ejemplo, cualidades químicas o físicas modificadas de la capa protectora o para hacer posibles diferentes cualidades protectoras.

Mediante el procedimiento de lecho fluido descrito previamente, la estructura de varias capas es provista de una capa de revestimiento que recubre todas las superficies de la partícula de purpurina.

30 Dependiendo de los requisitos se pueden incorporar componentes de color, por ejemplo, en la forma de pigmentos de color, o a la capa de revestimiento o también previamente unidos a la aplicación de otras capas para prever un tintado en la superficie en cuestión.

35 Las formas de realización, las configuraciones y los perfeccionamientos mencionados previamente se pueden combinar unos con otros discrecionalmente siempre que sea razonable. Otras configuraciones, otros perfeccionamientos y otras implementaciones posibles de la invención comprenden también combinaciones no mencionadas explícitamente de características de la invención descritas, anteriormente o a continuación, respecto a los ejemplos de realización. Especialmente, el experto añadirá también aspectos individuales como mejoras o suplementos respecto a la forma básica respectiva de la presente invención.

A continuación se representa la invención por medio de algunas formas de realización a modo de ejemplo que, no obstante, no la restringen.

40 Se fabricaron partículas de poliéster en esencia exentas de antimonio a partir de una lámina en esencia exenta de antimonio con un grosor de 23 µm, que fue vaporizada con aluminio y revestida con un revestimiento de polímero con base de acrilato. Las partículas se cortaron a partir de esta lámina como partículas hexagonales con tamaños de 150 µm (ejemplo 1), 200 µm (ejemplo 2) y 400 µm (ejemplo 3), medidos por la longitud de los bordes de corte paralelos unos respecto a otros. El espesor de las partículas es de 25-35 µm de media.

45 Las purpurinas fabricadas, de acuerdo con el ejemplo 3, a partir de una lámina exenta de antimonio y una purpurina convencional, que contiene antimonio (PolyFlake, silver ctd., 0.015, Glitterex Corp., USA, ejemplo comparativo 3) fueron probadas en cuanto a su resistencia a deformaciones. Ambas purpurinas presentan un grosor de lámina de 23 µm en un tamaño de partícula de 400 µm.

50 Junto con eso, se examinaron purpurinas con tamaños de partícula de 150 µm y 200 µm en cuanto a la resistencia a deformaciones/estabilidad a deformaciones con carga térmica. En todos los exámenes se implementó respectivamente una determinación por duplicado.

La estabilidad a deformaciones con carga térmica se examina exponiendo la muestra de purpurina en un armario térmico durante un tiempo establecido a una temperatura determinada.

Se emplearon los siguientes parámetros de examen.

1. Carga térmica 15 minutos a 175°C.
2. Carga térmica 5 minutos a 230°C.

La determinación de la resistencia a deformaciones se efectuó, en este sentido, mediante microscopio óptico con un aumento de 25x a 200x.

- 5 Una comparación visual del ejemplo 3 y el ejemplo comparativo con una carga térmica de 230°C durante 5 minutos se debe desprender de las fotografías, realizadas con microscopio óptico, en la figura 5 (ejemplo 3) y la figura 6 (ejemplo comparativo 3). Ya en estas imágenes se puede observar el claro arqueamiento/la clara deformación de las partículas en el ejemplo comparativo. Se ha mostrado que las purpurinas exentas de antimonio se caracterizan por una mejor resistencia a deformaciones con carga térmica. La resistencia a deformaciones implica, en este contexto, que las partículas de purpurina mantienen su forma plana a modo de plaquita, no se curvan con carga térmica y no adoptan una forma arqueada.

En otro examen para la cuantificación de la resistencia a deformaciones se expuso a partículas de purpurina respectivamente a las temperaturas y duraciones señaladas en la tabla 1.

- 15 Para cuantificar la resistencia a deformaciones, esta se evaluó empíricamente, en este sentido, mediante las fotos realizadas con microscopio óptico, de acuerdo con la siguiente escala de evaluación: 0: sin modificación (deformación 0 - 10%)

- 1: escasa deformación / aceptable (deformación 10 - 30%)
- 2: deformación evidente / no aceptable (deformación 30 - 50%)
- 3: pérdida de forma / no aceptable (deformación > 50%)

- 20 Los criterios para la deformación se deben desprender, en este sentido, de la figura 7.

Tabla 1: resultados de examen respecto a resistencia de temperatura

Parámetros de examen	Deformación de purpurina de acuerdo con el ejemplo 3, fabricada exenta de antimonio	Deformación de purpurina de acuerdo con el ejemplo comparativo, que contiene antimonio
175°C / 15 minutos	0	1 a 2
230°C / 30 minutos	1	2

El efecto más evidente se mostró con el tamaño de 400 µm (ejemplo 3), obteniéndose resultados correspondientes también en los otros ejemplos.

- 25 Además la deformación mayor era no solo perceptible visualmente, sino que se mostraba también en la percepción háptica. La naturaleza más bien tridimensional de partículas arqueadas no es deseada en muchas aplicaciones porque, con ello, las purpurinas resultan más ásperas y producen una estructura superficial irregular. Con ello, la estabilidad a deformaciones es un criterio de calidad importante también respecto a la percepción háptica.

- 30 Además la forma de partícula, plana, a modo de plaquita, es la base para que las purpurinas muestren un efecto brillante a modo de espejo y se empleen, con ello, como material que produce efectos. Mediante una forma de partícula arqueada disminuye el efecto de espejo, por lo que el efecto brillo deseado se presenta de forma menos marcada.

- 35 También esto se podría probar con técnicas de medición en relación con el brillo / la luminosidad de la purpurina fabricada exenta de antimonio mediante mediciones de color in el intervalo de color L*a*b, en el que el valor de medición dL* representa una medida de luminosidad. Para ello se empleó un espectrofotómetro CM-3500d, Konica-Minolta, Japón (parámetros de medición: geometría de medición d/8°, tipo de luz D65, observador normal 10°).

En las mediciones se compararon las purpurinas de acuerdo con los ejemplos 1 y 2 con purpurinas que contenían antimonio con tamaños de 150 µm (PolyFlake, silver ctd., 0.006, Glitterex Corp., USA, ejemplo comparativo 1) y 200 µm (PolyFlake, silver ctd., 0.008, Glitterex Corp., USA, ejemplo comparativo 2).

- 40 En las mediciones resultaron valores dL* positivos comparándolos de acuerdo con las siguientes tablas 2 y 3, las cuales muestran los resultados de medición con muestras de purpurina con tamaño de partícula de 200 µm y con tamaño de partícula de 150 µm. Esto significa que la purpurina fabricada exenta de antimonio resulta más luminosa desde el punto de vista del color que una purpurina comparable que contenga antimonio con el mismo tamaño de partícula.

Tabla 2: resultados de examen respecto a luminosidad

	Purpurina del ejemplo comparativo 2	Purpurina del ejemplo 2	Diferencia del ejemplo 2 respecto al ejemplo comparativo 2
L*	58,74	64,53	dL* 5,80
a*	-0,64	-0,71	da* -0,05

(continuación)

	Purpurina del ejemplo comparativo 2	Purpurina del ejemplo 2	Diferencia del ejemplo 2 respecto al ejemplo comparativo 2
b*	-1,73	-0,90	db* 0,83

Tabla 3: resultados de examen respecto a luminosidad

	Purpurina del ejemplo comparativo 1	Purpurina del ejemplo 1	Diferencia del ejemplo 1 respecto al ejemplo comparativo 1
L*	61,25	64,22	dL* 2,97
a*	-0,66	-0,92	da* -0,26
b*	-1,55	-1,17	db* 0,38

Resulta otra ventaja en cuanto a la resistencia a temperatura de las purpurinas fabricadas exentas de antimonio.

- 5 Se examinó la variación de color de muestras de purpurina con carga térmica (armario térmico (120°C / 120 minutos)). La siguiente tabla, la 4, muestra los resultados de la purpurina fabricada exenta de antimonio del ejemplo 1 en comparación con dos muestras de purpurinas, de uso comercial, que contienen antimonio, con un tamaño de partícula de 150 µm (ejemplo comparativo 1 y 1' (1SHB Silver, 0.006, Advance Syntex (P) Ltd., India).

- 10 El valor dE*ab es, en este sentido, una medida de diferencia de color (distancia cromática) de dos muestras, en el presente caso, la muestra respectivamente antes y después de la carga térmica. Cuanto menor es el valor, más parecidos son los colores de dos muestras. La purpurina fabricada exenta de antimonio del ejemplo 1 muestra la variación de color más pequeña con carga térmica, el valor dE*ab es el más bajo.

Tabla 4: variación de color con carga térmica

	Purpurina de acuerdo con el ejemplo 1	Purpurina de acuerdo con el ejemplo comparativo 1	Purpurina de acuerdo con el ejemplo comparativo 1'
Variación de color dE*ab	0,45	1,70	1,43

- 15 Con las purpurinas exentas de antimonio de acuerdo con la invención se pueden conseguir una mejor estabilidad a deformaciones con carga térmica, un mejor brillo y una mejor resistencia a temperatura, lo que no era esperable. Con ello, para la purpurina exenta de antimonio se abren, así, campos de aplicación que requieren de una estabilidad a deformación mejorada con carga térmica.

REIVINDICACIONES

1. Purpurina que comprende una lámina a base de un poliéster, que está revestida de un metal, preferentemente aluminio, presentando la lámina un contenido de antimonio inferior a 100 ppm en relación con el peso de la lámina.
2. Purpurina de acuerdo con la reivindicación 1, fabricándose la lámina con un catalizador exento de antimonio.
- 5 3. Purpurina de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, estando revestida la capa metálica, por ejemplo, una capa de aluminio, o la lámina y la capa metálica de un revestimiento a base de poliuretano, acrilato, estireno-acrilato o epóxido, o de un revestimiento a base de una solución de revestimiento a base de sol-gel.
4. Purpurina de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, comprendiendo la lámina más del 50 % en peso de un poliéster.
- 10 5. Purpurina de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, comprendiendo la lámina adicionalmente un polímero a base de (met)acrilato en una cantidad de menos del 50 % en peso.
6. Purpurina de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, presentando la lámina un grosor de más de 5 μm .
- 15 7. Purpurina de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, comprendiendo el catalizador exento de antimonio al menos un metal elegido entre Ti, Al o Ge.
8. Procedimiento para la fabricación de una purpurina en el que se fabrica una lámina a base de un poliéster con un catalizador exento de antimonio, se reviste con un metal, preferentemente aluminio y después se corta la lámina, o se corta la lámina y después se reviste con un metal, preferentemente aluminio.
9. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 8, presentando la lámina un grosor de más de 5 μm .
- 20 10. Procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 8 o 9, comprendiendo la lámina más del 50 % en peso de un poliéster.
11. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 8 a 10, comprendiendo la lámina adicionalmente un polímero a base de (met)acrilato en una cantidad de menos del 50 % en peso.
- 25 12. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 8 a 11, comprendiendo el catalizador exento de antimonio al menos un metal elegido entre Ti, Al o Ge.
13. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 8 a 12, estando revestida la lámina o la capa metálica, por ejemplo, una capa de aluminio, o la lámina y la capa metálica de un revestimiento a base de poliuretano, acrilato, estireno-acrilato o epóxido, o un revestimiento a base de una solución de revestimiento a base de sol-gel.
14. Empleo de purpurina de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 - 7 en productos cosméticos.
- 30 15. Producto cosmético que comprende una purpurina de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 - 7.

Fig. 1



Fig. 2



Fig. 3



Fig. 4

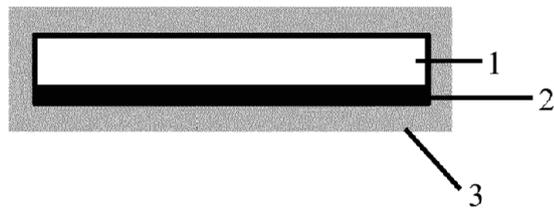


Fig. 5

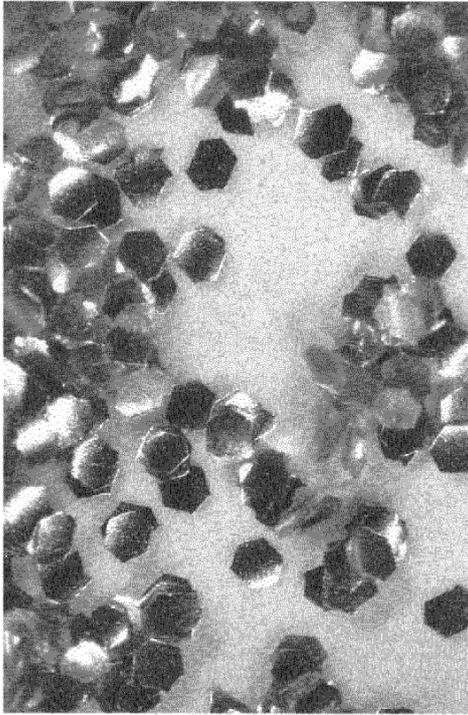


Fig. 6

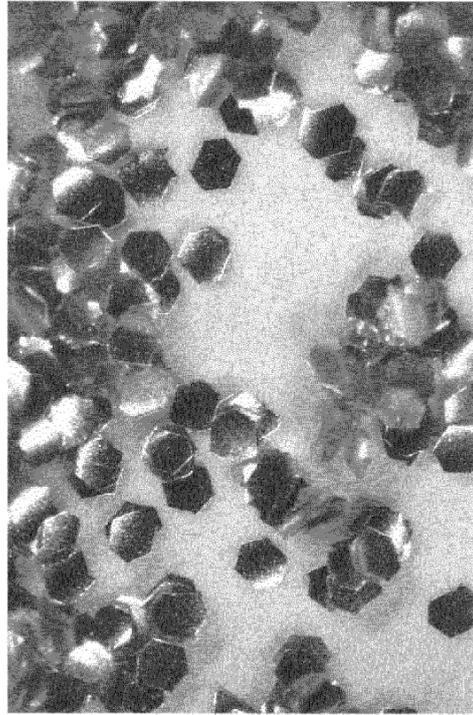


Fig. 7

