

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 804 081**

51 Int. Cl.:

C09C 1/24 (2006.01)

C09C 1/62 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **03.10.2013 PCT/US2013/063245**

87 Fecha y número de publicación internacional: **10.04.2014 WO14055750**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **03.10.2013 E 13844126 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **08.04.2020 EP 2904053**

54 Título: **Pigmentos de efecto que contienen óxido de hierro, fabricación de los mismos y su uso**

30 Prioridad:

05.10.2012 US 201261710191 P

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

03.02.2021

73 Titular/es:

**BASF CORPORATION (100.0%)
100 Park Avenue
Florham Park, NJ 07932, US**

72 Inventor/es:

**WALKER, JUERGEN;
UZUNIAN, GABE;
SCHMID, RAIMUND;
WOSYLUS, ARON y
SCHWIDETZKY, CHRISTOPH**

74 Agente/Representante:

GONZÁLEZ PECES, Gustavo Adolfo

Observaciones:

Véase nota informativa (Remarks, Remarques o Bemerkungen) en el folleto original publicado por la Oficina Europea de Patentes

ES 2 804 081 T3

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

DESCRIPCIÓN

Pigmentos de efecto que contienen óxido de hierro, fabricación de los mismos y su uso

Campo de la divulgación

5 La presente divulgación proporciona pigmentos de efecto que contienen óxido de hierro y procedimientos para la fabricación y el uso de los mismos. El pigmento de efecto que contiene óxido de hierro puede incluir un sustrato en partículas y un revestimiento de óxido de hierro, que puede estar en contacto directo con el sustrato en partículas y que encapsula al menos parcialmente el sustrato en partículas. El pigmento de efecto que contiene óxido de hierro puede funcionar como un colorante, y puede exhibir un brillo prácticamente independiente del ángulo. El procedimiento para proporcionar el pigmento de efecto que contiene óxido de hierro puede incluir depositar una capa de Fe_2O_3 del vapor a partir de vapor de pentacarbonilo de hierro directamente sobre un sustrato en partículas. Una ventaja del pigmento de efecto que contiene óxido de hierro puede ser niveles más bajos de metales tóxicos, tales como plomo y cobalto, que pueden ser deseables para aplicaciones cosméticas, especialmente en la zona de los labios.

Antecedentes

15 En la siguiente descripción de los antecedentes, se hace referencia a ciertas estructuras y/o procedimientos. Sin embargo, las siguientes referencias no deberían interpretarse como una admisión de que estas estructuras y/o procedimientos constituyen la técnica anterior. Los solicitantes se reservan expresamente el derecho de demostrar que dichas estructuras y/o procedimientos no reúnen los requisitos para ser considerados como estado de la técnica.

20 Los pigmentos de efecto están compuestos típicamente por múltiples sustratos en partículas revestidos con una o más capas reflectoras/transmisoras. Típicamente, los pigmentos de efecto son sustratos, tales como mica natural o vidrio, que han sido revestidos con una capa de óxido metálico. Si se usa un óxido de metal incoloro para revestir el sustrato en partículas, entonces el pigmento de efecto puede exhibir un brillo perlado como resultado de la reflexión y la refracción de la luz. Además, los pigmentos de efecto pueden exhibir también efectos de interferencia de color. Si se usan óxidos metálicos coloreados, entonces los efectos observados dependen de la reflexión, la refracción y la absorción.

25 Los pigmentos de efecto se conocen como pigmentos nacarados, y pueden usarse para impartir un brillo nacarado, un brillo metálico y/o un efecto multicolor que se aproxima a la iridiscencia, a un material. Por ejemplo, un pigmento de efecto puede incorporarse a una composición cosmética o de cuidado personal para proporcionar color, iridiscencia, brillo y/o una propiedad táctil agradable. La hoja de datos técnicos "SynCrystal Fire-Red" de ECKART Effect Pigments; Julio de 2012; se refiere a un polvo que fluye libremente con un color de reflexión rojo fuego que comprende plaquetas de fluorfopita sintética revestidas con óxidos de hierro. El documento JP 2010-083727 se refiere a partículas de óxido de hierro con estructura de magnetita escamosa que tienen una longitud promedio de 5-30 μm en la dirección de la superficie de la placa y que tienen una longitud promedio de 0,05-0,5 μm en la dirección del espesor.

35 El documento US 4.344.987 se refiere a pigmentos de mica escamosos revestidos con óxidos metálicos que se preparan mediante la oxidación de carbonilos metálicos vaporizables a óxidos metálicos con oxígeno a una temperatura elevada en presencia de escamas de mica que se mantienen en movimiento. El documento WO 2007/103812 A1 se refiere a un procedimiento para formar un revestimiento de óxido de hierro sobre un sustrato; en el que el procedimiento comprende las siguientes etapas: (a) someter una cámara que contiene una fuente de plasma a vacío; (b) alimentar pentacarbonilo de hierro y O_2 en una cámara que contiene una fuente de plasma, en el que el O_2 se alimenta a la cámara a una tasa al menos 4 veces mayor que la del pentacarbonilo de hierro; (c) someter el sustrato a la cámara, en el que el sustrato está a una temperatura inferior a 250°C , formando de esta manera un revestimiento de óxido de hierro sobre el sustrato, en el que el revestimiento tiene un espesor mayor de 500 Å, y en el que más del 90 por ciento del óxido de hierro está en forma de α -hematita. Se han producido pigmentos de efecto depositando óxido de hierro directamente sobre sustratos, tales como mica. Sin embargo, la deposición de óxido de hierro usando técnicas en húmedo, tales como la deposición acuosa de FeCl_3 para formar un revestimiento de óxido de hierro puede resultar en niveles desventajosos de metales tóxicos y otras impurezas. Además, dichos procedimientos de deposición en húmedo requieren típicamente la calcinación de los pigmentos de efecto a temperaturas superiores a 500°C . Cuando TiO_2 está presente con Fe_2O_3 , la alta temperatura de calcinación puede resultar en la formación de especies de titanato de hierro. Se han producido pigmentos de efecto usando técnicas de deposición química en fase de vapor (CVD) para depositar óxido de hierro sobre sustratos. Sin embargo, no se han explorado ni establecido previamente la pureza de estos pigmentos ni la ausencia de formación de titanato de hierro.

50 Existe una necesidad permanente en la técnica de pigmentos de efecto que contienen óxido de hierro que tengan propiedades mejoradas.

Breve resumen

Las siguientes realizaciones satisfacen y abordan estas necesidades. El siguiente resumen no es una descripción general extensa. No está destinado a identificar elementos clave o críticos de las diversas realizaciones, ni a delinear su alcance.

55 Las realizaciones descritas en la presente memoria se refieren a un pigmento de efecto que contiene óxido de hierro, a un procedimiento para la preparación del mismo y a la aplicación del pigmento de efecto que contiene óxido de hierro, por

ejemplo, en cosmética. El pigmento de efecto que contiene óxido de hierro puede comprender un alto nivel de uno o más de entre hematita, magnetita y maghemita. El pigmento de efecto puede comprender una cantidad sustancialmente nula de titanato de hierro. Además, el pigmento de efecto que contiene óxido de hierro divulgado en la presente memoria puede tener un bajo nivel de impurezas de metales pesados, tales como plomo, presentes en el pigmento de efecto que contiene óxido de hierro.

5

En la presente memoria se proporciona un pigmento de efecto que contiene óxido de hierro que comprende: un sustrato en partículas; y un revestimiento de óxido de hierro que está en contacto directo con el sustrato en partículas y que encapsula al menos parcialmente el sustrato en partículas, en el que el revestimiento de óxido de hierro comprende $\geq 98\%$ de hematita, magnetita o maghemita; y en el que el pigmento de efecto que contiene óxido de hierro comprende: $\leq 30,0$ ppm de Ba, $\leq 15,0$ ppm de Cr, $\leq 10,0$ ppm de Pb y $\leq 10,0$ ppm de Ni. En una realización, el sustrato en partículas puede ser uno o más de entre mica natural, mica sintética, mica natural revestida con TiO_2 , mica sintética revestida con TiO_2 , mica natural revestida con óxido de estaño, mica sintética revestida con óxido de estaño, sílice, alúmina, una escama de vidrio, mica revestida con SiO_2 y mica revestida con SnO_x revestido con TiO_2 en la que x es 1 o 2. El sustrato en partículas comprende fluoroflogopita y el revestimiento de óxido de hierro puede comprender $\geq 98\%$ de hematita. El sustrato en partículas puede comprender fluoroflogopita; y el pigmento de efecto que contiene óxido de hierro puede comprender, además: $\leq 2,0$ ppm de Cd, $\leq 1,0$ ppm de Co, $\leq 20,0$ ppm de Cu, $\leq 1,0$ ppm de Sb, $\leq 2,0$ ppm de Se y $\leq 70,0$ ppm de Zn. El pigmento de efecto que contiene óxido de hierro puede tener un diámetro de aproximadamente $10 \mu\text{m}$ a aproximadamente $300 \mu\text{m}$. El revestimiento de óxido de hierro puede tener un espesor de aproximadamente 1 nm a aproximadamente 200 nm . El sustrato en partículas puede comprender fluoroflogopita; y el revestimiento de óxido de hierro puede comprender $\geq 98\%$ de hematita, magnetita o maghemita, y en el que el pigmento de efecto que contiene óxido de hierro puede comprender: $\leq 12,0$ ppm de Ba, $\leq 15,0$ ppm de Cr, $\leq 1,0$ ppm de Pb y $\leq 8,0$ ppm de Ni.

10

15

20

En la presente memoria se proporciona un procedimiento para la producción de un pigmento de efecto que contiene óxido de hierro, que puede comprender depositar óxido de hierro a partir de un vapor de pentacarbonilo de hierro directamente sobre un sustrato en partículas para formar un revestimiento de óxido de hierro sobre el sustrato en partículas, en el que el revestimiento de óxido de hierro puede estar en contacto directo con el sustrato y encapsula al menos parcialmente el mismo, y el revestimiento de óxido de hierro puede comprender $\geq 98\%$ de hematita, magnetita o maghemita; en el que el sustrato en partículas puede ser uno de entre mica natural, mica sintética, mica natural revestida con TiO_2 , mica sintética revestida con TiO_2 , mica natural revestida con óxido de estaño, mica sintética revestida con óxido de estaño, sílice, alúmina, escamas de vidrio, mica revestida con SiO_2 , mica revestida con SnO_x revestido con TiO_2 , en el que x es 1 o 2; y cualquier combinación de los mismos; y en el que el pigmento de efecto que contiene óxido de hierro comprende: $\leq 30,0$ ppm de Ba, $\leq 15,0$ ppm de Cr, $\leq 10,0$ ppm de Pb y $\leq 10,0$ ppm de Ni. En una realización, la etapa de deposición puede comprender: proporcionar el sustrato en partículas a una cámara de reacción; fluidizar el sustrato en partículas mediante el bombeo de un primer gas inerte al interior de la cámara de reacción; calentar la cámara de reacción de aproximadamente 80°C a aproximadamente 325°C ; bombear un segundo gas al interior de la cámara de reacción, en el que el segundo gas comprende oxígeno; bombear un tercer gas inerte al interior de la cámara de reacción, en el que el tercer gas inerte comprende pentacarbonilo de hierro; y formar un revestimiento de óxido de hierro sobre el sustrato en partículas para producir el pigmento de efecto que contiene óxido de hierro. El primer gas inerte puede bombearse en la cámara de reacción a una velocidad de aproximadamente 1.600 l/h a aproximadamente 2.400 l/h . El tercer gas inerte puede bombearse en la cámara de reacción a una velocidad de aproximadamente 160 l/h a aproximadamente 240 l/h . El revestimiento de óxido de hierro puede tener un espesor de aproximadamente 1 nm a aproximadamente 200 nm . El sustrato puede comprender fluoroflogopita; y el pigmento de efecto que contiene óxido de hierro puede comprender, además: $\leq 2,0$ ppm de Cd, $\leq 1,0$ ppm de Co, $\leq 20,0$ ppm de Cu, $\leq 1,0$ ppm de Sb, $\leq 2,0$ ppm de Se y $\leq 70,0$ ppm de Zn. El sustrato puede comprender fluoroflogopita; y el revestimiento de óxido de hierro puede comprender $\geq 98\%$ de hematita, magnetita o maghemita; y en el que el pigmento de efecto que contiene óxido de hierro puede comprender: $\leq 12,0$ ppm de Ba, $\leq 15,0$ ppm de Cr, $\leq 1,0$ ppm de Pb y $\leq 8,0$ ppm de Ni.

25

30

35

40

45

En la presente memoria se proporciona un producto cosmético, que puede comprender el pigmento de efecto que contiene óxido de hierro descrito anteriormente. En una realización, el producto cosmético es una crema, emulsión, espuma, gel, loción, leche, espuma, ungüento, pasta, polvo, aerosol, suspensión o una combinación de los mismos. El producto cosmético se selecciona de entre el grupo que consiste en: una barra de maquillaje, una base, un maquillaje de teatro, un rímel, una sombra de ojos, un color de cabello, un lápiz de labios, un brillo de labios, un lápiz Kohl, un delineador de ojos, un colorete, un lápiz de cejas, una crema en polvo, un esmalte de uñas, una barra para el brillo de la piel, un spray para el cabello, un polvo para la cara, un maquillaje para piernas, una loción repelente de insectos, un quitaesmalte, una loción de perfume y champú.

50

En la presente memoria se proporciona un procedimiento para cambiar la apariencia de la piel que comprende la aplicación de una cantidad ópticamente eficaz del producto cosmético, descrito anteriormente, a la piel de un individuo que lo necesita.

55

En la presente memoria se proporciona el uso de un pigmento de efecto que contiene óxido de hierro para la preparación de un producto cosmético para mejorar el aspecto y/o la sensación de la piel.

En la presente memoria se proporciona un pigmento de efecto que contiene óxido de hierro, que comprende: un sustrato en partículas; y un revestimiento de óxido de hierro que está en contacto directo con el sustrato en partículas y que encapsula al menos parcialmente el sustrato en partículas, en el que el revestimiento de óxido de hierro comprende $\geq 98\%$ de hematita, magnetita o maghemita; y en el que el pigmento de efecto que contiene óxido de hierro comprende: $\leq 30,0$

60

ppm de Ba, $\leq 15,0$ ppm de Cr, $\leq 10,0$ ppm de Pb, $\leq 10,0$ ppm de Ni, y en el que el pigmento de efecto que contiene óxido de hierro no contiene pseudobrookita. El sustrato en partículas comprende fluoroflogopita y el revestimiento de óxido de hierro comprende $\geq 98\%$ de hematita.

- 5 Debe entenderse que tanto la descripción general anterior como la siguiente descripción detallada son ejemplares y explicativas, y están destinadas a proporcionar una explicación adicional de los pigmentos, los procedimientos y los usos divulgados.

Descripción detallada

Se aplican las siguientes definiciones a lo largo de la memoria descriptiva, a menos que se indique lo contrario.

- 10 El término "pigmento" se refiere a una composición sólida de materia que es coloreada y que no puede disolverse en agua, acetona o hexano durante una hora.

La expresión "pigmento de efecto" se refiere a un pigmento que interactúa con la luz visible mediante reflexión y/o transmisión y/o refracción.

La expresión "sustrato en partículas" se refiere a una composición sólida de materia que tiene una dimensión más grande que es menor de 500 micrómetros.

- 15 La expresión "encapsula al menos parcialmente" significa que al menos aproximadamente el 51% del área superficial del objeto parcialmente encapsulado está cubierto por el material encapsulante.

El término "hematita" se refiere a Fe_2O_3 cristalizado según un sistema reticular trigonal hexagonal (romboédrico). La hematita puede representarse también como $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$.

El término "maghemita" se refiere a $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$, que cristaliza en el sistema reticular isométrico tetartoidal.

- 20 Tal como se usa en la presente memoria, "titanato de hierro" se refiere a un óxido mixto de hierro y titanio de relaciones variables. Un ejemplo no limitativo de un titanato de hierro es la pseudobrookita que tiene una fórmula de Fe_2TiO_5 .

La expresión "mica natural" significa cualquier mica obtenida de la naturaleza.

La expresión "mica sintética" significa mica que ha sido creada mediante medios no naturales, tal como la producción en laboratorio. La fluoroflogopita es una mica sintética ejemplar.

- 25 El término "diámetro", tal como se usa en la presente memoria, se refiere a la dimensión más grande de una partícula, y no indica que una partícula o un sustrato en partículas sea redonda, esférica o escamosa.

El término "aproximadamente" significa $\pm 10\%$ de un número, cuando este término modifica a un número que no es parte de un intervalo. El término aproximadamente significa -10% del límite inferior de un intervalo numérico y $+ 10\%$ del límite superior del intervalo numérico.

- 30 Se entiende que todos y cada uno de los números enteros o parciales entre los intervalos expuestos en la presente memoria están incluidos en la presente memoria.

A menos que se indique lo contrario, todas las mediciones en la memoria descriptiva están en términos de unidades métricas.

- 35 A menos que se indique lo contrario, los artículos definidos "un/una" y "el/la" pueden referirse a uno o más de los objetos modificados por el artículo definido.

Tal como se prevé en la presente divulgación con respecto a las composiciones divulgadas de la materia y los procedimientos, en un aspecto, las realizaciones de la divulgación comprenden los componentes y/o las etapas divulgados en la misma. En otro aspecto, las realizaciones de la divulgación consisten esencialmente en los componentes y/o las etapas divulgados en la misma. En todavía otro aspecto, las realizaciones de la divulgación consisten en los componentes y/o las etapas divulgados en la misma.

- 40 Las realizaciones descritas en la presente memoria se refieren a un pigmento de efecto que contiene óxido de hierro que comprende: un sustrato en partículas; y un revestimiento de óxido de hierro que está en contacto directo con el sustrato en partículas y que encapsula al menos parcialmente el sustrato en partículas. El revestimiento de óxido de hierro comprende $\geq 98\%$ de hematita, magnetita o maghemita. El revestimiento de óxido de hierro comprende también $\leq 30,0$ ppm de Ba; $\leq 15,0$ ppm de Cr; $\leq 10,0$ ppm de Pb; y $\leq 10,0$ ppm de Ni.

El sustrato en partículas puede ser cualquier material sólido que no pueda disolverse en agua, acetona o hexano; tiene un diámetro de aproximadamente 3 a aproximadamente 500 micrómetros; y es lo suficientemente suave como para permitir la observación de efectos de interferencia en el pigmento de efecto que contiene óxido de hierro. Por ejemplo, un sustrato adecuado incluye partículas escamosas con superficies lisas, sustancialmente planas. El sustrato en partículas puede ser

transparente u opaco, e incluye al menos una transmisión del 75%. Los ejemplos de materiales adecuados para el sustrato en partículas incluyen uno o más de: mica natural, mica sintética, mica natural revestida con TiO_2 , mica sintética revestida con TiO_2 , mica natural revestida con óxido de estaño, mica sintética revestida con óxido de estaño, sílice, alúmina, una escama de vidrio, mica revestida con SiO_2 y mica revestida con SnO_x revestido con TiO_2 en la que x es 1 o 2. Sin embargo, los materiales para el sustrato en partículas no están limitados a los materiales indicados anteriormente. Se entiende que cualquiera de los materiales de sustrato en partículas indicados anteriormente podría estar revestido por una o más capas de otro material, como TiO_2 o SnO y TiO_2 y similares para formar, por ejemplo, sílice revestida con TiO_2 . La mica natural puede incluir moscovita natural, sericita natural y flogopita natural. La mica sintética puede incluir fluoroflogopita sintética. En una realización, el sustrato en partículas comprende fluoroflogopita que tiene menos de 5 partes por millón (ppm) de As, Ba, Cd, Co, Cu, Hg, Ni, Pb, Sb, Se y/o Zn, incluyendo menos de 1 ppm de As, Cd, Hg, Pb y/o Sb.

Se ha encontrado que la pureza de los pigmentos de efecto que contienen óxido de hierro puede verse influenciada por el contenido de metales tóxicos tanto del revestimiento de óxido de hierro como del sustrato en partículas y por el procedimiento usado para depositar el revestimiento de óxido de hierro. Por ejemplo, y sin desear limitarse a ninguna teoría particular, un bajo contenido de metal en la mica sintética puede combinarse con la elección del procedimiento de deposición, tal como CVD, para producir pigmentos de efecto que contienen óxido de hierro que tienen cantidades extremadamente bajas de contaminantes metálicos tóxicos. Por consiguiente, una ventaja de un pigmento de efecto que contiene óxido de hierro que comprende mica sintética como un sustrato en partículas puede ser los niveles más bajos de contenido de metal, con relación a la mica natural. Por ejemplo, un tipo de mica sintética es la fluoroflogopita. Controlando los niveles de pureza de cada material de partida y usando una etapa de deposición mediante CVD, se ha descubierto que pueden producirse pigmentos de efecto que contienen óxido de hierro que tienen un contenido de metales tóxicos ventajosamente bajo.

En algunas realizaciones, el sustrato en partículas incluye fluoroflogopita sintética, que se ha descubierto que tiene un beneficio de alta pureza. En una realización, el sustrato en partículas incluye escamas de vidrio (borosilicato), que producen pigmentos de cromas superiores. En otras realizaciones, los sustratos particulados pueden incluir alúmina sintética y sílice, que tienen el beneficio de una superficie más lisa. En una realización, la mica natural sirve como sustrato en partículas como material fuente menos costoso.

El sustrato en partículas usado en la presente divulgación puede conformarse en una forma irregular. Sin embargo, en la presente memoria se hará referencia al sustrato en partículas como teniendo un "diámetro", en el que el diámetro se refiere a la dimensión más grande de la partícula. El sustrato en partículas puede tener un diámetro promedio de aproximadamente 10 micrómetros a 300 micrómetros, de 15 a 250 micrómetros o de 20 a 150 micrómetros. El sustrato en partículas puede tener también una relación de aspecto mayor de aproximadamente 5. El área superficial específica (BET) del sustrato en partículas puede variar de aproximadamente 0,2 a 25 m^2/g , incluyendo 2-15 m^2/g . Sin embargo, se entiende que pueden seleccionarse un diámetro, una relación de aspecto y/o un área superficial específica adecuados del sustrato en partículas en base al uso deseado.

El revestimiento de óxido de hierro incluye $\geq 98\%$ de hematita, magnetita o maghemita, o puede incluir $\geq 99\%$, o puede incluir $\geq 99,5\%$ de hematita, magnetita o maghemita. En una realización, el espesor del revestimiento de óxido de hierro puede variar de aproximadamente 1 nm a aproximadamente 200 nm, de aproximadamente 20 nm a aproximadamente 150 nm, o de aproximadamente 25 a 150 nm. El espesor del revestimiento no está particularmente limitado, siempre y cuando el espesor permita la observación de una gama de colores de interferencia. Ajustando el espesor de la capa de óxido de hierro, el pigmento de efecto que contiene óxido de hierro puede exhibir colores de interferencia, incluyendo bronce, cobre, rojizo y otros conocidos en la técnica.

El revestimiento de óxido de hierro está en contacto directo con un sustrato en partículas y encapsula al menos parcialmente el sustrato en partículas. En otra realización, un promedio de al menos el 95% del revestimiento de óxido de hierro puede estar en contacto directo con el sustrato en partículas. En otra realización, el revestimiento de óxido de hierro puede encapsular un promedio de al menos el 60% del área superficial del sustrato en partículas, un promedio de al menos el 75% del área superficial o un promedio de al menos aproximadamente el 95% del área superficial del sustrato en partículas.

En una realización, el pigmento de efecto que contiene óxido de hierro puede caracterizarse por tener bajas cantidades de metales tóxicos. Tal como se usa en la presente memoria, "metales tóxicos" se refiere a metales tales como As, Ba, Cd, Co, Cu, Hg, Ni, Pb, Sb, Se y/o Zn. En una realización, los "metales tóxicos" se refieren a As, Ba, Cd, Co, Cu, Hg, Ni, Pb, Sb, Se y/o Zn. Por ejemplo, en una realización, el pigmento de efecto que contiene óxido de hierro puede comprender:

1,0-5,0 ppm de As, incluyendo 1,5-3,0 ppm de As;

1,0-30,0 ppm de Ba, incluyendo 3,0-11,0 ppm de Ba;

0,05-15,0 ppm Cr, incluyendo 2,0-7,0 ppm Cr;

0,01-10,0 ppm de Pb, incluyendo 0,05-5,0 ppm de Pb;

1,0-10,0 ppm de Ni, incluyendo 1,5-3,0 ppm de Ni;

0,01-2,0 ppm de Cd, incluyendo 0,05-0,25 ppm de Cd;

0,1-1,0 ppm de Co, incluyendo 0,2-0,50 ppm de Co;

1,0-20,0 ppm de Cu, incluyendo 2,0-12,0 ppm de Cu;

0,01-1,0 ppm de Sb, incluyendo 0,05-0,85 ppm de Sb;

5 0,1-2,0 ppm de Se, incluyendo 0,2-1 ppm de Se; y/o

1,0-70,0 ppm de Zn, incluyendo 5,0-50,0 ppm de Zn.

10 En una realización, el revestimiento de óxido de hierro y/o el pigmento de efecto que contiene óxido de hierro pueden caracterizarse además por contener $\leq 1,0$ ppm de titanato de hierro. En otra realización, el pigmento de efecto que contiene óxido de hierro puede no contener titanato de hierro. En otra realización, el pigmento de efecto que contiene óxido de hierro puede no contener pseudobrookita.

En una realización, el sustrato en partículas puede ser fluoroflogopita y el pigmento de efecto que contiene óxido de hierro puede comprender:

1,0-12,0 ppm de Ba, incluyendo 3,0-11,0 ppm de Ba;

0,05-15,0 ppm Cr, incluyendo 2,0-7,0 ppm Cr;

15 0,01-1,0 ppm de Pb, incluyendo 0,05-0,5 ppm de Pb, y/o

1,0-10,0 ppm de Ni, incluyendo 1,5-7,0 ppm de Ni; y

el revestimiento de óxido de hierro comprende: $\geq 98\%$ de hematita, magnetita o maghemita, incluido $\geq 99\%$, incluyendo 99,5%.

20 Sin desear limitarse a ninguna teoría particular, se cree que las bajas cantidades de metal tóxico en el pigmento de efecto que contiene óxido de hierro divulgado en la presente memoria pueden resultar de la combinación de la pureza del sustrato en partículas y de la deposición mediante CVD de pentacarbonilo de hierro destilado. Por ejemplo, cuando se usa fluoroflogopita como el sustrato en partículas, entonces la deposición mediante CVD de pentacarbonilo de hierro puede evitar la contaminación por plomo, debido a los bajos niveles de trazas de plomo en la mica sintética, el pentacarbonilo de hierro y el procedimiento para hacer reaccionar los dos en una cámara de reacción de CVD sin plomo. En una realización, 25 un pigmento que contiene óxido de hierro contiene ≤ 1 ppm de plomo, que incluyendo $\leq 0,3$ ppm de plomo. Una ventaja del pigmento de efecto que contiene óxido de hierro puede ser su contenido extremadamente bajo de plomo. Para evitar los efectos perjudiciales del plomo, es deseable reducir tanto como sea posible la cantidad de plomo en contacto con la piel, especialmente en la zona de los labios.

30 Las realizaciones en la presente memoria se refieren también a un procedimiento para la producción de un pigmento de efecto que contiene óxido de hierro. El procedimiento comprende depositar un vapor de pentacarbonilo de hierro directamente sobre un sustrato en partículas para formar un revestimiento de óxido de hierro sobre el sustrato en partículas. El sustrato en partículas puede ser uno de mica natural, mica sintética, mica natural revestida con TiO_2 , mica sintética revestida con TiO_2 , mica natural revestida con óxido de estaño, mica sintética revestida con óxido de estaño, sílice, alúmina, 35 escamas de vidrio, mica revestida con SiO_2 , mica revestida con SnO_x revestido con TiO_2 , en la que x es 1 o 2; y cualquier combinación de los mismos. El revestimiento de óxido de hierro depositado está en contacto directo y encapsula al menos parcialmente el sustrato. El revestimiento de óxido de hierro resultante comprende $\geq 98\%$ de hematita, magnetita o maghemita. El pigmento de efecto que contiene óxido de hierro resultante comprende:

$\leq 30,0$ ppm Ba,

$\leq 15,0$ ppm Cr,

40 $\leq 10,0$ ppm de Pb, y

$\leq 10,0$ ppm de Ni.

45 En una realización del procedimiento, la etapa de deposición incluye además: proporcionar el sustrato en partículas en el interior de una cámara de reacción; fluidizar el sustrato en partículas mediante el bombeo de un primer gas inerte a la cámara de reacción; calentar la cámara de reacción de aproximadamente 80°C a aproximadamente 325°C ; y bombear un segundo gas y un tercer gas inerte al interior de la cámara de reacción, en el que el tercer gas inerte comprende pentacarbonilo de hierro; y formar un revestimiento de óxido de hierro sobre el sustrato en partículas para producir el pigmento de efecto que contiene óxido de hierro.

En una realización, la etapa de deposición puede tener lugar como una técnica de deposición química en fase de vapor (CVD), cuando un vapor de pentacarbonilo de hierro puede depositarse directamente sobre un sustrato en partículas para

5 formar un revestimiento de óxido de hierro que encapsula al menos parcialmente el sustrato en partículas. En una realización, la elección del sustrato en partículas para la etapa de deposición no está particularmente limitada, y puede incluir al menos uno de entre mica natural, mica sintética, mica natural revestida con TiO_2 , mica sintética revestida con TiO_2 , mica natural revestida con óxido de estaño, mica sintética revestida con óxido de estaño, sílice, alúmina, escamas de vidrio, mica revestida con SiO_2 , mica revestida con SnO_x revestido con TiO_2 , en la que x es 1 o 2; y cualquier combinación de los mismos. El óxido de estaño puede estar presente o no cuando está presente el dióxido de titanio. Una ventaja del óxido de estaño puede ser que un revestimiento de óxido de estaño funciona como un director de cristal de rutilo para TiO_2 . Un revestimiento de óxido de estaño puede actuar también como un promotor de adhesión sobre un sustrato.

10 Una ventaja del uso de pentacarbonilo de hierro durante la etapa de deposición puede ser que el pentacarbonilo de hierro puede destilarse para eliminar metales tóxicos, tales como plomo. Además, la deposición química en fase de vapor de pentacarbonilo de hierro evita la introducción de impurezas al pigmento de efecto que contiene óxido de hierro.

15 En una realización, la etapa de provisión no está particularmente limitada, siempre y cuando la etapa de provisión introduzca el sustrato en partículas a una cámara de reacción. Por ejemplo, un reactor CVD puede incluir un recipiente hueco que tiene al menos un flujo de gas de entrada y de salida en el recipiente, así como una fuente de calor para calentar el recipiente hueco.

20 La etapa de fluidizar el sustrato en partículas mediante el bombeo de un primer gas al interior de la cámara de reacción no está particularmente limitada, siempre y cuando el flujo del primer gas pueda mover el sustrato en partículas alrededor del interior de la cámara de reacción. El forzar a un gas a mover las partículas de dicha manera similar a un fluido se conoce como "fluidizar" las partículas. Una ventaja de fluidizar los múltiples sustratos en partículas antes de la introducción del pentacarbonilo de hierro es que el flujo de fluido de las partículas permite que las partículas se revistan de manera uniforme en la etapa de deposición.

25 En una realización, el primer gas inerte se bombea en la cámara de reacción a una velocidad de aproximadamente 1.600 l/h a aproximadamente 2.400 l/h, incluyendo de aproximadamente 1.800 a aproximadamente 2.200 l/h. En una realización, el primer gas inerte se bombea en la cámara de reacción a una velocidad de aproximadamente $2 \text{ m}^3/\text{h}$ a aproximadamente $200 \text{ m}^3/\text{h}$, o a una velocidad de aproximadamente 5 a $100 \text{ m}^3/\text{h}$. En una realización, el gas inerte no está particularmente limitado, siempre y cuando el gas inerte no reaccione con el pentacarbonilo de hierro, el sustrato en partículas o el pigmento de efecto que contiene hierro. Por ejemplo, los gases inertes adecuados pueden incluir nitrógeno, helio, argón, monóxido de carbono, dióxido de carbono y otros gases inertes conocidos en la técnica.

30 En una realización, la etapa de calentar la cámara de reacción no está particularmente limitada, siempre y cuando la temperatura en el interior de la cámara de reacción pueda mantenerse de aproximadamente 80°C a aproximadamente 325°C durante la duración de la etapa de deposición y/o la etapa de formación de una etapa de revestimiento de óxido de hierro, incluyendo de aproximadamente 100°C a aproximadamente 275°C , incluyendo de 125°C a 250°C . El calentamiento de la cámara de reacción puede facilitar la reacción del pentacarbonilo de hierro y del sustrato en partículas para formar el pigmento de efecto que contiene óxido de hierro.

35 En una realización, la etapa de bombear un segundo gas al interior de la cámara de reacción, en la que el segundo gas comprende oxígeno, no está particularmente limitada, siempre y cuando el segundo gas permita que haya suficiente oxígeno para permitir la descomposición del carbonilo de hierro una vez que el tercer gas inerte es añadido a la cámara de reacción. En una realización, el segundo gas puede comprender oxígeno, vapor de agua y un gas inerte, tal como nitrógeno, helio, argón, monóxido de carbono, dióxido de carbono y otros gases inertes conocidos en la técnica. En otra realización, el segundo gas puede comprender aire, vapor de agua y un gas inerte, tal como nitrógeno, helio, argón, monóxido de carbono, dióxido de carbono y otros gases inertes conocidos en la técnica. Por ejemplo, puede bombearse una mezcla de aire y un gas inerte, tal como nitrógeno, a través del agua para proporcionar un segundo gas que comprende oxígeno y vapor de agua.

45 La etapa de bombear un segundo gas al interior de la cámara de reacción puede realizarse antes, durante o después de la etapa de bombear un tercer gas a la cámara de reacción.

50 En una realización, la etapa de bombear un tercer gas inerte al interior de la cámara de reacción, en la que el gas inerte comprende pentacarbonilo de hierro no está particularmente limitada, siempre y cuando el pentacarbonilo de hierro se introduzca a la cámara de reacción a una velocidad controlada. En una realización, el tercer gas inerte puede ser nitrógeno, neón, argón, monóxido de carbono, dióxido de carbono u otros gases inertes conocidos en la técnica. En una realización, el tercer gas inerte se bombea al interior de la cámara de reacción a una velocidad de aproximadamente 160 l/h a aproximadamente 240 l/h, incluyendo de aproximadamente 180 a aproximadamente 220 l/h. En una realización, el tercer gas inerte se bombea al interior de la cámara de reacción a una velocidad de aproximadamente $2 \text{ m}^3/\text{h}$ a aproximadamente $30 \text{ m}^3/\text{h}$, de aproximadamente 5 a aproximadamente $25 \text{ m}^3/\text{h}$, o de aproximadamente 10 a aproximadamente $20 \text{ m}^3/\text{h}$. En una realización, el tercer gas inerte puede estar saturado con pentacarbonilo de hierro. En una realización, el tercer gas inerte incluye al menos aproximadamente el 10% en volumen de pentacarbonilo de hierro. En una realización, el tercer gas inerte incluye el 30% en volumen de pentacarbonilo de hierro.

El espesor y las propiedades del revestimiento de óxido de hierro dependen de la composición del tercer gas inerte, de la

velocidad con la que se bombea el tercer gas inerte al interior de la cámara de reacción y de la duración y de temperatura de esta etapa. El control principal del parámetro de espesor es proporcionado por la velocidad y la duración de la adición de pentacarbonilo de hierro.

5 La etapa de formación de un revestimiento de óxido de hierro directamente sobre el sustrato en partículas para producir el pigmento de efecto que contiene óxido de hierro no está particularmente limitada, siempre y cuando el pentacarbonilo de hierro en la cámara de reacción pueda formar un revestimiento de óxido de hierro que encapsule al menos parcialmente el sustrato en partículas. En una realización, la etapa de formación del revestimiento de óxido de hierro puede mantenerse a una temperatura de aproximadamente 80°C a aproximadamente 325°C durante la duración de la etapa de formación. Los intervalos de temperatura ejemplares durante la etapa de formación incluyen también de aproximadamente 100°C a aproximadamente 275°C y aproximadamente de 125°C a 250°C. En una realización, la etapa de formación del revestimiento de óxido de hierro ocurre mientras los gases inertes primero y tercero se bombean al interior de la cámara de reacción, de manera que el revestimiento de óxido de hierro se deposite directamente sobre la superficie del sustrato en partículas mientras las partículas están fluidizadas.

15 En una realización, el procedimiento para la producción del pigmento de efecto que contiene óxido de hierro puede proporcionar, de manera ventajosa, pigmentos de efecto que contienen óxido de hierro caracterizados por tener bajas cantidades de metales tóxicos, tales como As, Ba, Cd, Co, Cu, Hg, Ni, Pb, Sb, Se y/o Zn. Por ejemplo, en una realización, el pigmento de efecto que contiene óxido de hierro comprende:

1,0-5,0 ppm de As, incluyendo 1,5-3,0 ppm de As;

1,0-30,0 ppm de Ba, incluyendo 3,0-11,0 ppm de Ba;

20 0,05-15,0 ppm Cr, incluyendo 2,0-7,0 ppm Cr;

0,01-10,0 ppm de Pb, incluyendo 0,05-5,0 ppm de Pb;

1,0-10,0 ppm de Ni, incluyendo 1,5-3,0 ppm de Ni;

0,01-2,0 ppm de Cd, incluyendo 0,05-0,25 ppm de Cd;

0,1-1,0 ppm de Co, incluyendo 0,2-0,50 ppm de Co;

25 1,0-20,0 ppm de Cu, incluyendo 2,0-12,0 ppm de Cu;

0,01-1,0 ppm de Sb, incluyendo 0,05-0,85 ppm de Sb;

0,1-2,0 ppm de Se, incluyendo 0,2-1 ppm de Se; y/o

1,0-70,0 ppm de Zn, incluyendo 5,0-50,0 ppm de Zn.

30 En una realización, el procedimiento puede producir pigmentos de efecto que contienen óxido de hierro caracterizados por no contener titanato de hierro. En otra realización, el procedimiento puede producir un revestimiento de óxido de hierro y/o un pigmento de efecto que contiene óxido de hierro que contiene $\leq 1,0$ ppm de titanato de hierro. Una ventaja de una realización del procedimiento puede ser que puede formarse $\leq 1,0$ ppm o una cantidad nula de pseudobrookita detectable. En una realización, las fases de titanato de hierro son menos del 0,5% o titanato de hierro, cuando se analizan mediante análisis de rayos X de difracción de polvo. Por el contrario, cuando las películas de óxido de hierro se someten a una etapa de calcinación en presencia de dióxido de titanio, la alta temperatura de calcinación puede resultar en la formación de titanato de hierro. El titanato de hierro puede ser desventajoso, ya que su presencia, por ejemplo, en aplicaciones cosméticas, puede ser cuestionada en términos de su función en la formulación.

35 En una realización del procedimiento, cuando la fluoroflogopita sirve como el sustrato en partículas, entonces el pigmento de efecto que contiene óxido de hierro puede comprender:

40 1,0-12,0 ppm de Ba, incluyendo 3,0-11,0 ppm de Ba;

0,05-15,0 ppm Cr, incluyendo 2,0-7,0 ppm Cr;

0,01-1,0 ppm de Pb, incluyendo 0,05-0,5 ppm de Pb, y/o

1,0-10,0 ppm de Ni, incluyendo 1,5-7,0 ppm de Ni; y

45 el revestimiento de óxido de hierro comprende: $\geq 98\%$ de hematita, magnetita o maghemita, incluyendo $\geq 99\%$ o $\geq 99,5\%$.

En una realización, el pigmento de efecto que contiene óxido de hierro comprende una única capa de Fe_2O_3 . Sin embargo, debe entenderse que pueden añadirse otras capas siempre y cuando tengan diferentes índices de refracción, que sean capaces de funcionar como un pigmento de efecto.

Se contempla que un producto cosmético pueda incluir el pigmento de efecto que contiene óxido de hierro descrito en la presente memoria. Una ventaja de un producto cosmético, incluyendo lápiz de labios y brillo labial, puede ser la introducción de bajos niveles de metales tóxicos en la zona del labio. En una realización, el producto cosmético puede ser una crema, emulsión, espuma, gel, loción, leche, espuma, ungüento, pasta, polvo, aerosol, suspensión o una combinación de los mismos. El tipo de cosmético puede incluir una barra de maquillaje, base, maquillaje de teatro, rímel, sombra de ojos, color de cabello, lápiz de labios, brillo de labios, lápiz kohl, delineador de ojos, colorete, lápiz de cejas, crema en polvo, esmalte de uñas, barra para el brillo de la piel, spray para el cabello, polvos para la cara, maquillaje para las piernas, loción repelente de insectos, quitaesmalte de uñas, loción de perfume y champú, así como otros cosméticos conocidos en la técnica. Para una revisión de aplicaciones cosméticas, véase COSMETICS: SCIENCE AND TECHNOLOGY, 2nd Ed., Eds: M. S. Balsam and Edward Sagarin, Wiley-Interscience (1972), y deNavarre, THE CHEMISTRY AND SCIENCE OF COSMETICS, 2nd Ed., Vols. 1 y 2 (1962), Van Nostrand Co. Inc., Vols. 3 y 4 (1975), Continental Press, ambos de los cuales se incorporan a la presente memoria por referencia.

La cantidad de pigmento que contiene óxido de hierro presente en una composición cosmética depende del producto cosmético que se está creando y de la forma final del producto cosmético. Una persona experta en la materia podrá determinar la cantidad apropiada de pigmento a usar en base a las propiedades deseadas de la formulación cosmética; sin embargo, una composición cosmética puede comprender de aproximadamente el 0,005 al 99,9%, de aproximadamente el 0,05 a aproximadamente el 50%, o de aproximadamente el 0,1 a aproximadamente el 10% en peso del pigmento que contiene óxido de hierro, en base al peso total de la composición cosmética.

Opcionalmente, la composición cosmética comprende al menos un agente auxiliar cosméticamente aceptable. Los agentes auxiliares cosméticamente aceptables incluyen, pero no se limitan a, vehículos, excipientes, emulsionantes, tensioactivos, conservantes, fragancias, aceites de perfume, espesantes, polímeros, formadores de gel, colorantes, pigmentos de absorción, agentes fotoprotectores, reguladores de la consistencia, antioxidantes, antiespumantes, antiestáticos, resinas, disolventes, promotores de la solubilidad, agentes neutralizantes, estabilizadores, agentes esterilizantes, propulsores, agentes secantes, opacificadores, ingredientes cosméticamente activos, polímeros capilares, acondicionadores para el cabello y la piel, polímeros de injerto, polímeros que contienen silicona solubles o dispersables en agua, blanqueadores, agentes para el cuidado, colorantes, agentes de tintado, agentes de bronceado, humectantes, agentes reengrasantes, colágeno, hidrolizados de proteínas, lípidos, emolientes y suavizantes, agentes de tintado, agentes de bronceado, blanqueadores, sustancias endurecedoras de queratina, ingredientes antimicrobianos activos, ingredientes de fotofiltro activos, ingredientes repelentes activos, sustancias hiperémicas, sustancias queratolíticas y queratoplásticas, ingredientes anticaspa activos, antiflogísticos, sustancias queratinizantes, ingredientes activos que actúan como antioxidantes y/o eliminadores de radicales libres, humectantes de la piel o sustancias humectantes, ingredientes reengrasantes activos, ingredientes desodorizantes activos, ingredientes seboestáticos activos, extractos de plantas, antieritematosos o ingredientes antialérgicos activos y mezclas de los mismos. Las formulaciones cosméticas son conocidas en la técnica. Véanse, por ejemplo, las publicaciones US N° 20080196847 y 20100322981.

Los procedimientos para la aplicación de realizaciones de un producto cosmético que incluye pigmentos de efecto que contienen óxido de hierro descritos en la presente memoria no están particularmente limitados, siempre y cuando los procedimientos apliquen una cantidad ópticamente efectiva del producto cosmético descrito en la presente memoria a la piel de un individuo que lo necesite. Se entiende que una cantidad ópticamente efectiva es una cantidad capaz de ser detectada por el ojo humano.

40 Ejemplos

Los productos, composiciones y procedimientos se describen en detalle con referencia a los siguientes ejemplos experimentales. Estos ejemplos se proporcionan solo con propósitos ilustrativos, y no están destinados a ser limitativos, a menos que se especifique lo contrario. De esta manera, los productos, composiciones y procedimientos de la divulgación no deberían interpretarse en modo alguno como limitados a los siguientes ejemplos, sino que debería interpretarse que abarcan todas y cada una de las variaciones que resultan evidentes como resultado de la enseñanza proporcionada en la presente memoria.

50 Ejemplo 1: Revestimiento de D-Mica con Fe₂O₃

En primer lugar, se trataron térmicamente 600g de un material de torta de filtro de d-mica a 110°C y a continuación se desaglomeró usando un mezclador de cuchilla giratoria. El material tratado se alimentó en un reactor de lecho fluidizado con una altura de 100 cm y un diámetro interior de 15 cm. Para mantener la fluidización, se bombearon aproximadamente 2.000 l/h de N₂ al reactor, bien como gas necesario para la fluidización o bien para introducir los compuestos químicos necesarios. A continuación, se aumentó la temperatura a 184°C de temperatura interna. Mediante derivaciones, se añadieron de manera continua 150 l/h de aire diluido con 1.000 l/h de N₂ y 400 l/h de nitrógeno húmedo en agua (el nitrógeno se bombeó a través de un baño de agua a 50°C antes de pasar al reactor) después de alcanzar la temperatura de 174°C. Después de alcanzar parámetros constantes de fluidización y de temperatura, se alimentó Fe(CO)₅ a través de una corriente de gas nitrógeno de 200 l/h, lo que resultó en una cantidad de Fe(CO)₅ de 30 - 50 ml/h. Durante 20 h, se alimentaron 1.050 ml de Fe(CO)₅ al reactor. La progresión del color se evaluó tomando muestras. Después de alcanzar un color rojo, se detuvo la dosificación de Fe(CO)₅. El reactor se enfrió a temperatura ambiente y se extrajo del reactor una cantidad de 1.185 g de mica revestida con óxido de hierro.

Ejemplo 2: Revestimiento de mica sintética (Phlogopit) con Fe₂O₃

Se alimentaron 1.000 g de mica sintética en un reactor de lecho fluidizado con una altura de 100 cm y un diámetro interior de 15 cm. Para mantener la fluidización se bombearon aproximadamente 2.000 l/h de N₂ al reactor, bien como gas necesario para la fluidización o bien para introducir los compuestos químicos necesarios. La temperatura se aumentó a continuación a 182°C de temperatura interna. Mediante derivación, se añadieron de manera continua 150l/h de aire diluido con 1.000 l/h de N₂ y 400 l/h de nitrógeno húmedo en agua (el nitrógeno se bombeó a través de un baño de agua a 50°C antes de pasar al reactor) después de alcanzar la temperatura de 178°C. Después de alcanzar parámetros constantes de fluidización y de temperatura, se alimentó Fe(CO)₅ a través de una corriente de gas nitrógeno, lo que resultó en una cantidad de Fe(CO)₅ de 30 - 50 ml/h. Durante 20,5 h, se alimentaron 1.560 ml de Fe(CO)₅ al reactor. La progresión del color se evaluó tomando muestras. Después de alcanzar un color rojo, se detuvo la dosificación de Fe(CO)₅. El reactor se enfrió a temperatura ambiente y se extrajo del reactor una cantidad de 1.807 g de mica revestida con óxido de hierro.

Ejemplo 3: Revestimiento de "z"-mica con Fe₂O₃

Se alimentaron 600 g de mica sintética en un reactor de lecho fluidizado con una altura de 100 cm y un diámetro interior de 15 cm. Para mantener la fluidización, se bombearon aproximadamente 2.000 l/h de N₂ al reactor, bien como gas necesario para la fluidización o bien para introducir los compuestos químicos necesarios. La temperatura se aumentó a continuación a 174°C de temperatura interna. Mediante derivación, se añadieron de manera continua 150l/h de aire diluido con 1.000 l/h de N₂ y 400 l/h de nitrógeno húmedo en agua (el nitrógeno se bombeó a través de un baño de agua a 50°C antes de pasar al reactor) después de alcanzar la temperatura de 173°C. Después de alcanzar parámetros constantes de fluidización y de temperatura, se alimentó Fe(CO)₅ a través de una corriente de gas nitrógeno, lo que resultó en una cantidad de Fe(CO)₅ de 30 - 50 ml/h. Durante 15,5 h, se alimentaron 710 ml de Fe(CO)₅ al reactor. La progresión del color se evaluó tomando muestras. Después de alcanzar un color rojo, se detuvo la dosificación de Fe(CO)₅. El reactor se enfrió a temperatura ambiente y se extrajo del reactor una cantidad de 961 g de mica revestida con óxido de hierro.

Las muestras de los Ejemplos 1, 2 y 3 se analizaron usando técnicas de análisis elemental apropiadas para cada metal. La técnica usada para As, Cd, Cr, Co, Ni, Pb, Se, Sb fue espectrometría de masas con plasma acoplado inductivamente (ICP-MS), mientras que Ba, Zn, Cu se analizaron mediante espectroscopía de emisión óptica con plasma acoplado inductivamente (ICP-OES). El mercurio (Hg) se analizó mediante espectroscopía de absorción atómica de vapor frío. Los datos se muestran en la Tabla 1.

Tabla 1

Cantidad de metal tóxico en sustrato en partículas (ppm)	Ejemplo 1 (mica sintética) (ppm)	Ejemplo 2 (mica D natural) (ppm)	Ejemplo 3 (mica Z natural) (ppm)
Arsénico	<1,01	0,28	0,65
Bario	1,1	26	6,2
Cadmio	<1,01	<0,22	<0,22
Cobalto	<4,05	0,9	0,65
Cromo	<4,05	14,0	9,5
Cobre	<4,05	1,8	1,5
Mercurio	<0,04	<0,04	<0,04
Níquel	<4,05	1,5	1,5
Plomo	<1,01	8,0	3,1
Antimonio	<1,01	9,4	<0,22
Selenio	<4,05	<0,87	<0,89
Zinc	<4,05	69	37

La Tabla 2 muestra una comparación entre los datos de disolución total de varias muestras revestidas mediante CVD y la ruta acuosa tradicional en una serie de materiales. Tanto la mica sintética como la mica natural se usaron como sustratos. Todas las muestras revestidas mediante CVD muestran un perfil de metales pesados claramente más bajo en comparación con las muestras revestidas mediante la ruta acuosa en varios elementos, concretamente, Ba, Co, Cr y Ni. Los niveles de los otros elementos son comparables para ambos procedimientos.

Tabla 2

Cantidad de metal tóxico en pigmentos de efecto que contienen óxido de hierro	Ejemplo 1 (CVD sobre mica sintética) (ppm)	Ejemplo 2 (CVD sobre mica natural) (ppm)	Ejemplo 3 (CVD sobre mica natural) (ppm)	Ejemplo 4 (acuoso sobre mica natural) (ppm)	Ejemplo 5 (acuoso sobre mica natural) (ppm)
Arsénico	3,1	2,3	3,6	4,0	1,8
Bario	11,0	27,0	11,0	117,5	47,0
Cadmio	<0,25	<0,25	<0,25	1,7	<0,2
Cobalto	0,35	0,48	0,76	99,8	19,0
Cromo	14,0	6,1	6,5	31,9	19,0
Cobre	7,49	11,5	15,2	9,5	6,7
Mercurio	<0,10	<0,10	<0,10	1,6	<0,04
Níquel	6,1	2,3	2,6	32,7	50,0
Plomo	0,30	8,6	4,5	<4	5,9
Antimonio	<0,25	<0,25	<0,25	2,0	<0,2
Selenio	0,83	0,72	1,00	4,0	<0,90
Zinc	47	67	68	55,1	55,0

5 Cuando se comparan entre sí las muestras revestidas con pentacarbonilo de hierro, sorprendentemente, la muestra de mica sintética muestra niveles más altos de Cr y Ni que las otras dos muestras, y niveles claramente más bajos de Cu, Pb y Zn.

Tal como puede verse en la Tabla 1, la mica sintética proporciona algunas ventajas en los niveles de metales pesados, especialmente en los niveles de Ba, Cr, Pb y Zn.

Ejemplo 4: Lápiz de labios en crema

10 Para producir un lápiz de labios, todos los ingredientes de la Fase A se pesaron en un recipiente y se calentaron a $85 \pm 3^\circ\text{C}$, agitando hasta que se fundieron y se uniformaron. La fase B se dispersó previamente y se añadió a la fase A, manteniendo la temperatura a $82 \pm 3^\circ\text{C}$ durante 30 minutos con agitación suave. La mezcla se enfrió a $75 \pm 3^\circ\text{C}$ y se añadió fragancia. A continuación, la masa se vertió a un recipiente o componentes. Véase la Tabla 3.

Tabla 3

Fase	Ingredientes	% p/p
A.	Aceite de semilla de Crambe Abyssinica (FANCOR ABYSSINIAN OIL) ¹ (c.s. al 100%)	17,86
	Cera de Euphorbia Cerifera (Candelilla) (Candelilla Wax SP 75) ²	3,00
	Cera de Copernicia Cerifera (Carnauba) (Carnauba Wax SP 63) ²	1,50
	Cera de abejas (Beeswax White SP 422) ²	1,00
	Ceresina (Ceresine Wax White SP 252) ²	6,00
	Cera Microcristalina (MULTIWAX 180-W) ²	1,50
	Alcohol oleico (NOVOL) ³	3,00
	Palmitato de isosterilo (JEECHEM ISP) ⁴	4,25
	Triglicérido caprílico/cáprico	8,25

Fase	Ingredientes	% p/p
	Poliaciladipato-2 de bis-diglicerilo (SOFTISAN 649) ⁵	2,00
	Alcohol lanolínico acetilado (MOD JEELAN) ⁴	2,50
	Tristearato de sorbitano (JEECHEM STS) ⁴	1,75
	Ozokerita (Ozokerite Wax White SP 1026) ²	6,75
	Monolaurato de glicerilo (ULTRAPURA GML) ⁶	1,00
	Antioxidantes	c.s.
	Conservantes	c.s.
	Absorbentes de UV	c.s.
B.	Estolida de hierba de la pradera (MEADOWESTOLIDE) ²	2,00
	Tetraisoestearato de pentaeritrito (CRODAMOL PTIS) ³	6,00
C.	Aceite de semilla de Crambe Abyssinica (FANCOR ABYSSINIAN OIL) ¹	20,00
	Rojo 21*	1,14
	GV32085-068 (Mica sintética revestida con óxido de hierro mediante CVD) ⁷	10,50
D.	Fragancia	c.s.
Proveedores y propietarios de marcas 1. Fancor Ltd. 2. Strahl & Pitsch, Inc. 3. CRODA 4. Jeen International Corporation 5. SASOL 6. Ultra Chemical, Inc. 7. BASF		

Ejemplo 5: Base en crema

5 En la Tabla 4 se muestra una formulación de base en crema. Se añadieron agua DI y glicol MPDIOL al recipiente principal y se inició la homogeneización. Se roció VEEGUM y se homogeneizó hasta la uniformidad. A continuación, se roció KELTROL CG-T y se homogeneizó hasta la uniformidad. En un recipiente separado, toda la Fase B se calentó a 60-70°C y se mezcló hasta la uniformidad. Bajo homogeneización, la Fase B se añadió a la Fase A a 70°C. La Fase C se pulverizó en un equipo de mezclado apropiado y se añadió a la Fase AB bajo homogeneización hasta que se consiguió un color uniforme. La masa se transfirió al mezclado mediante barrido y se enfrió a 40°C.

10 Se añadieron agua DI y glicol MPDIOL al recipiente principal y se inició la homogeneización. Se roció VEEGUM y se homogeneizó hasta la uniformidad. A continuación, se roció KELTROL CG-T y se homogeneizó hasta la uniformidad. En un recipiente separado, toda la Fase B se calentó a 60-70°C y se mezcló hasta la uniformidad. Bajo homogeneización, la Fase B se añadió a la Fase A a 70°C. La Fase C se pulverizó en un equipo de mezclado apropiado y se añadió a la Fase AB bajo homogeneización hasta que se consiguió un color uniforme. La masa se transfirió al mezclado mediante barrido y se enfrió a 40°C.

15

Tabla 4

Fase	Ingredientes	% p/p
A.	Agua DI (c.s. al 100%)	60,60

ES 2 804 081 T3

Fase	Ingredientes	% p/p
	Metilpropanodiol (MPDIOL Glicol) ¹	5,00
	Silicato de aluminio y magnesio (VEEGUM) ²	0,60
	Goma de xantano (KELTROL CG-T) ³	0,40
B.	Olivato de cetearilo (y) olivato de sorbitán (OLIVEM 1000) ⁴	4,00
	Aceite de oliva hidrogenado (y) Aceite de fruta Olea Europaea (Oliva) (y) nosaponificables de aceite Olea Europaea (Oliva) (OLIWAX) ⁴	2,00
	Triglicérido caprílico/cáprico (y) di-PPG-3 miristil éter adipato (e) isoestearato de sorbitán (CRODASPERSE) ⁵	7,00
	Estolida de hierba de la pradera (y) delta-lactona de Meadowfoam (MEADOWDERM 100) ⁶	2,00
	Neopentanoato de isodecilo (CERAPHYL SLK) ⁷	5,00
	Antioxidantes	c.s.
	Conservantes	c.s.
C.	Caolín (HUBER 90) ⁸	0,50
	Metacrilato de polimetilo (PMMA H) ⁹	4,00
	Mearlmica® SVA (Mica (y) Lauroil Lisina) ¹⁰	3,00
	GV32085-068 (Mica sintética revestida con óxido de hierro mediante CVD) ¹⁰	5,52
Proveedores y Propietarios de Marcas 1. Lyondell Chemical Company 2. RT Vanderbilt, Inc 3. CP Kelco 4. B & T Company 5. CRODA 6. Fancor Ltd. 7. ISP 8. J.M. Huber Corporation 9. Especialidades Brenntag, Inc 10. BASF		

Ejemplo 6: Esmalte de uñas

La Tabla 5 muestra una fórmula de esmalte de uñas. Para producir el esmalte de uñas, la Fase A se añadió a un recipiente de tamaño apropiado equipado con un mezclador de hélice. La Fase B se añadió a la Fase A mientras se mezclaba hasta que el lote fue uniforme. La masa se llenó en contenedores.

5

Tabla 5

Fase	Ingredientes	% p/p
A	Base de esmalte de uñas (acetato de butilo (y) tolueno (y) nitrocelulosa (y) tosilamida/resina de formaldehído (y) alcohol isopropílico (y) ftalato de dibutilo (y) acetato de etilo (y) alcanfor (y) alcohol n-butílico (y) sílice (y) hectorita de Quaterinum-18)	97,90

ES 2 804 081 T3

Fase	Ingredientes	% p/p
B.	Óxidos de hierro (negro, 4,0 - 6,0% sin tolueno/soluciones de color sin formaldehído)	0,10
	Flamenco® Winter Sparkle 130Q (Mica (y) dióxido de titanio) ¹	0,75
	GV32085-068 (Mica sintética revestida con óxido de hierro mediante CVD) ¹	1,25
Proveedores y Propietarios de Marcas		
1. BASF		

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento de producción de un pigmento de efecto que contiene óxido de hierro que comprende depositar óxido de hierro a partir de un vapor de pentacarbonilo de hierro destilado directamente sobre un sustrato en partículas para formar un revestimiento de óxido de hierro sobre el sustrato en partículas, en el que el revestimiento de óxido de hierro está en contacto directo con el sustrato y encapsula al menos parcialmente el mismo, y el revestimiento de óxido de hierro comprende $\geq 98\%$ de hematita, magnetita o maghemita;

en el que el pigmento de efecto que contiene óxido de hierro comprende:

$\leq 30,0$ ppm de Ba determinado por disolución total e ICP-OES,

$\leq 15,0$ ppm de Cr determinado por disolución total e ICP-MS,

$\leq 10,0$ ppm de Pb determinado por disolución total e ICP-MS, y

$\leq 10,0$ ppm de Ni determinado por disolución total e ICP-MS.

2. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que el sustrato en partículas es uno o más de entre mica natural, mica sintética, mica natural revestida con TiO_2 , mica sintética revestida con TiO_2 , mica natural revestida con óxido de estaño, mica sintética revestida con óxido de estaño, sílice, alúmina, una escama de vidrio, mica revestida con SiO_2 y mica revestida con TiO_2 revestido con SnO_x , en la que x es 1 o 2.

3. Procedimiento según la reivindicación 1 o 2, en el que la etapa de deposición comprende:

proporcionar el sustrato en partículas en el interior de una cámara de reacción;

fluidizar el sustrato en partículas mediante el bombeo de un primer gas inerte al interior de la cámara de reacción;

calentar la cámara de reacción de aproximadamente 80°C a aproximadamente 325°C ;

bompear un segundo gas al interior de la cámara de reacción, en el que el segundo gas comprende oxígeno;

bompear un tercer gas inerte al interior de la cámara de reacción, en el que el tercer gas inerte comprende pentacarbonilo de hierro destilado; y

formar un revestimiento de óxido de hierro sobre el sustrato en partículas para producir el pigmento de efecto que contiene óxido de hierro;

opcionalmente, en el que el primer gas inerte se bombea en la cámara de reacción a una velocidad de aproximadamente 1.600 l/h a aproximadamente 2.400 l/h y el tercer gas inerte se bombea en la cámara de reacción a una velocidad de aproximadamente 160 l/h a aproximadamente 240 l/h.

4. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1-3, en el que el sustrato comprende fluoroflogopita; y el pigmento de efecto que contiene óxido de hierro comprende, además:

$\leq 2,0$ ppm de Cd determinado por disolución total e ICP-MS,

$\leq 1,0$ ppm de Co determinado por disolución total e ICP-MS,

$\leq 20,0$ ppm de Cu determinado por disolución total e ICP-OES,

$\leq 1,0$ ppm de Sb determinado por disolución total e ICP-MS,

$\leq 2,0$ ppm de Se determinado por disolución total e ICP-MS, y

$\leq 70,0$ ppm de Zn determinado por disolución total e ICP-OES,

y/o

en el que el pigmento de efecto que contiene óxido de hierro comprende:

$\leq 12,0$ ppm de Ba determinado por disolución total e ICP-OES,

$\leq 15,0$ ppm de Cr determinado por disolución total e ICP-MS,

$\leq 1,0$ ppm de Pb determinado por disolución total e ICP-MS, y

$\leq 8,0$ ppm de Ni determinado por disolución total e ICP-MS.

5. Pigmento de efecto que contiene óxido de hierro obtenido mediante un procedimiento según una cualquiera de las

reivindicaciones 1 a 4 que comprende:

un sustrato en partículas; y

5 un revestimiento de óxido de hierro que está en contacto directo con el sustrato en partículas y que encapsula al menos parcialmente el sustrato en partículas, en el que el revestimiento de óxido de hierro comprende $\geq 98\%$ de hematita, magnetita o maghemita; y

en el que el pigmento de efecto que contiene óxido de hierro comprende:

$\leq 30,0$ ppm de Ba determinado por disolución total e ICP-OES,

$\leq 15,0$ ppm de Cr determinado por disolución total e ICP-MS,

$\leq 10,0$ ppm de Pb determinado por disolución total e ICP-MS, y

10 $\leq 10,0$ ppm de Ni determinado por disolución total e ICP-MS.

6. Pigmento de efecto que contiene óxido de hierro según la reivindicación 5, en el que el sustrato en partículas es uno o más de entre mica natural, mica sintética, mica natural revestida con TiO_2 , mica sintética revestida con TiO_2 , mica natural revestida con óxido de estaño, mica sintética revestida con óxido de estaño, sílice, alúmina, una escama de vidrio, mica revestida con SiO_2 y mica revestida con TiO_2 revestido con SnO_x en la que x es 1 o 2.

15 7. Pigmento de efecto que contiene óxido de hierro según la reivindicación 5, en el que el sustrato en partículas comprende fluoroflogopita y el revestimiento de óxido de hierro comprende $\geq 98\%$ de hematita.

8. Pigmento de efecto que contiene óxido de hierro según la reivindicación 5 o 6, en el que el sustrato en partículas comprende fluoroflogopita; y el pigmento de efecto que contiene óxido de hierro comprende, además:

$\leq 2,0$ ppm de Cd determinado por disolución total e ICP-MS,

20 $\leq 1,0$ ppm de Co determinado por disolución total e ICP-MS,

$\leq 20,0$ ppm de Cu determinado por disolución total e ICP-OES,

$\leq 1,0$ ppm de Sb determinado por disolución total e ICP-MS,

$\leq 2,0$ ppm de Se determinado por disolución total e ICP-MS, y

$\leq 70,0$ ppm de Zn determinado por disolución total e ICP-OES;

25 opcionalmente en el que el pigmento de efecto que contiene óxido de hierro comprende:

$\leq 12,0$ ppm de Ba determinado por disolución total e ICP-OES,

$\leq 15,0$ ppm de Cr determinado por disolución total e ICP-MS,

$\leq 1,0$ ppm de Pb determinado por disolución total e ICP-MS, y

$\leq 8,0$ ppm de Ni determinado por disolución total e ICP-MS.

30 9. Pigmento de efecto que contiene óxido de hierro según una cualquiera de las reivindicaciones 5 a 8, en el que el pigmento de efecto que contiene óxido de hierro tiene un diámetro de aproximadamente $10 \mu\text{m}$ a aproximadamente $300 \mu\text{m}$ y/o el revestimiento de óxido de hierro tiene un espesor de aproximadamente 1 nm a aproximadamente 200 nm .

10. Producto cosmético que comprende el pigmento de efecto que contiene óxido de hierro según cualquiera de las reivindicaciones 5-9.

35 11. Producto cosmético según la reivindicación 10, en el que el producto cosmético es una crema, emulsión, espuma, gel, loción, leche, espuma, ungüento, pasta, polvo, aerosol, suspensión o una combinación de los mismos, o el producto cosmético se selecciona de entre el grupo que consiste en: una barra de maquillaje, base, maquillaje de teatro, rímel, sombra de ojos, color de cabello, lápiz de labios, brillo de labios, lápiz kohl, delineador de ojos, colorete, lápiz de cejas, crema en polvo, esmalte de uñas, barra para el brillo de la piel, spray para el cabello, polvo para la cara, maquillaje para
40 piernas, loción repelente de insectos, quitaesmalte, loción de perfume y champú.

12. Procedimiento para cambiar la apariencia de la piel que comprende aplicar una cantidad ópticamente efectiva del producto cosmético según la reivindicación 10 a la piel de un individuo que lo necesita.

13. Pigmento de efecto que contiene óxido de hierro que comprende:

un sustrato en partículas; y

un revestimiento de óxido de hierro que está en contacto directo con el sustrato en partículas y que encapsula al menos parcialmente el sustrato en partículas, en el que el revestimiento de óxido de hierro comprende $\geq 98\%$ de hematita, magnetita o maghemita; y

en el que el pigmento de efecto que contiene óxido de hierro comprende:

- 5 $\leq 30,0$ ppm de Ba determinado por disolución total e ICP-OES,
- $\leq 15,0$ ppm de Cr determinado por disolución total e ICP-MS,
- $\leq 10,0$ ppm de Pb determinado por disolución total e ICP-MS, y
- $\leq 10,0$ ppm de Ni determinado por disolución total e ICP-MS, y

en el que el pigmento de efecto que contiene óxido de hierro no contiene pseudobrookita.

- 10 14. Pigmento de efecto que contiene óxido de hierro según la reivindicación 13, en el que el sustrato en partículas comprende fluoroflogopita y el revestimiento de óxido de hierro comprende $\geq 98\%$ de hematita.