



(10) **DE 10 2010 049 375 A1** 2012.04.26

(12)

Offenlegungsschrift

(21) Aktenzeichen: **10 2010 049 375.9**

(22) Anmeldetag: **26.10.2010**

(43) Offenlegungstag: **26.04.2012**

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

C09D 7/12 (2006.01)

A61K 8/19 (2006.01)

A61Q 90/00 (2009.01)

A23L 1/275 (2006.01)

(71) Anmelder:
Merck Patent GmbH, 64293, Darmstadt, DE

(72) Erfinder:
**Mathias, Marcus, 64579, Gernsheim, DE; Saatze,
Meike, 67575, Eich, DE**

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

(54) Bezeichnung: **Pigmente**

(57) Zusammenfassung: Die vorliegende Erfindung betrifft Pigmente auf der Basis von mehrfach beschichteten plättchenförmigen Substraten, die sich dadurch auszeichnen, dass auf dem Substrat mindestens 8 Schichten [Schichten (A)–(H)] sind, wobei sich direkt auf der Oberfläche des Substrats eine SiO₂-Schicht (= Schicht A) befindet, sowie deren Verwendung u. a. in Farben, Lacken, Automobillacken, Pulverlacken, Druckfarben, Sicherheitsdruckfarben, Kunststoffen, keramischen Materialien, Gläsern, Papier, in Tonern für elektro-photographische Druckverfahren, im Saatgut, in Gewächshausfolien und Zeltplanen, als Absorber bei der Lasermarkierung von Papier und Kunststoffen, in kosmetischen Formulierungen, zur Herstellung von Pigmentanteigungen mit Wasser, organischen und/oder wässrigen Lösemitteln, zur Herstellung von Pigmentpräparationen und Trockenpräparaten.

Beschreibung

[0001] Die vorliegende Erfindung betrifft Pigmente auf der Basis von mehrfach beschichteten plättchenförmigen Substraten, die sich dadurch auszeichnen, dass sie auf der Oberfläche mindestens 8 Schichten aufweisen, sowie deren Verwendung, u. a. in Farben, Lacken, Druckfarben, Kunststoffen und in kosmetischen Formulierungen.

[0002] Mehrschichtpigmente werden als Glanz- oder Effektpigmente in vielen Bereichen der Technik eingesetzt, insbesondere in der dekorativen Beschichtung, im Kunststoff, in Farben, Lacken, Druckfarben sowie in kosmetischen Formulierungen. Pigmente, die einen winkelabhängigen Farbwechsel zwischen mehreren Interferenzfarben zeigen, sind aufgrund ihres Farbenspiels von besonderem Interesse für Autolacke, fälschungssichere Wertschriften und in der dekorativen Kosmetik. Interferenzpigmente bestehen in der Regel aus plättchenförmigen Trägern, die mit dünnen Metalloxidschichten belegt sind. Die optische Wirkung dieser Pigmente beruht auf der gerichteten Reflexion von Licht an den vorwiegend parallel ausgerichteten Plättchen. Dabei entstehen durch Reflexion des Lichtes an den Grenzflächen von Schichten mit unterschiedlichem Brechungsindex Interferenzfarben (G. Pfaff in High Performance Pigments, Wiley-VCH Verlag, Weinheim, 2002, Kap. 7, Special Effect Pigments).

[0003] Aus dem Stand der Technik sind Verfahren zur Herstellung von Mehrschichtpigmenten bekannt, mit deren Hilfe alternierende Schichten mit hoher und niedriger Brechzahl auf feinteilige Substrate aufgebracht werden können. Derartige Pigmente auf Basis von mehrfach beschichteten plättchenförmigen Substraten sind z. B. aus der U.S. 4,434,010, JP H7-759, U.S. 3,438,796, U.S. 5,135,812, DE 44 05 494, DE 44 37 753, DE 195 16 181 und DE 195 15 988, DE 196 18 565, DE 197 46 067 sowie aus der Literatur z. B. aus EURO COSMETICS, 1999, Nr. 8, S. 284 bekannt.

[0004] Die aus dem Stand der Technik bekannten Mehrschichtpigmente zeigen aber den Nachteil, dass sie in der Regel zu wenig deckend sind.

[0005] Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist es daher Mehrschichtpigmente bereitzustellen, die den oben angegebenen Nachteil nicht aufweisen.

[0006] Überraschenderweise wurden nun Mehrschichtpigmente auf der Basis plättchenförmiger Substrate gefunden, die bezüglich ihrer koloristischen aber auch ihrer anwendungstechnischen Eigenschaften deutlich verbesserte Eigenschaften, insbesondere ein relativ hohes Deckvermögen verbunden mit hoher Reflektivität, zeigen als die Mehrschichtpigmente aus dem Stand der Technik. Dies konnte durch eine innere Strukturierung von mindestens 6 hochbrechenden Schichten auf dem Substrat realisiert werden.

[0007] Gegenstand der Erfindung sind daher Mehrschichtpigmente auf der Basis von mehrfach beschichteten plättchenförmigen Substraten, die auf dem Substrat mindestens 8 Schichten [Schichten (A)–(H)] aufweisen, wobei sich direkt auf der Oberfläche des Substrats eine SiO₂-Schicht (= Schicht A) befindet.

[0008] Die erfindungsgemäßen Mehrschichtpigmente zeichnen sich gegenüber den Mehrschichtpigmenten aus dem Stand der Technik durch

- eine deutlich erhöhte Helligkeit und damit eine hohe Reflektivität,
- einen stärkeren Glanz,
- ein sehr gutes Haftvermögen auf der Haut,
- ein höheres Deckvermögen

aus.

[0009] Die erfindungsgemäßen Pigmente sind den Mehrschichtpigmenten aus dem Stand der Technik nicht nur hinsichtlich ihrer optischen Eigenschaften, wie Glanz und Farbstärke, sondern auch in ihren anwendungstechnischen Eigenschaften, wie z. B. der mechanischen Stabilität und der Photostabilität, deutlich überlegen.

[0010] Gegenstand der Erfindung ist weiterhin die Verwendung der erfindungsgemäßen Pigmente in Farben, Lacken, insbesondere Automobillacken, Pulverlacken, Druckfarben, Sicherheitsdruckfarben, Kunststoffen, keramischen Materialien, Gläsern, Papier, in Tonern für elektrophotographische Druckverfahren, im Saatgut, in Gewächshausfolien und Zeltplanen, als Absorber bei der Lasermarkierung von Papier und Kunststoffen, in kosmetischen Formulierungen. Weiterhin sind die erfindungsgemäßen Pigmente auch zur Herstellung von Pigmentanteigungen mit Wasser, organischen und/oder wässrigen Lösemitteln, Pigmentpräparationen sowie

zur Herstellung von Trockenpräparaten, wie z. B. Granulaten, Chips, Pellets, Briketts, etc., geeignet. Die Trockenpräparate sind insbesondere für Druckfarben und in der Kosmetik geeignet.

[0011] Geeignete Basissubstrate für die erfindungsgemäßen Pigmente sind farblose oder selektiv oder nicht selektiv absorbierende plättchenförmige Substrate. Geeignete Substrate sind insbesondere Schichtsilikate wie natürlicher und/oder synthetischer Glimmer, Talkum, Kaolin, plättchenförmige Eisen- oder Aluminiumoxide, Glas-, SiO_2 -, TiO_2 -, Graphitplättchen, synthetische trägerfreie Plättchen, Titanitrid, Titansilicid, Liquid crystal polymers (LCPs), holographische Pigmente, BiOCl und plättchenförmige Mischoxide oder deren Gemische. Besonders bevorzugte Substrate sind Glasplättchen, natürliche oder synthetische Glimmerplättchen und Al_2O_3 -Plättchen.

[0012] Insbesondere bevorzugt sind Glasplättchen aufgrund ihrer besonders glatten Oberfläche und ihres sehr hohen Reflexionsvermögens.

[0013] Geeignete Gläser sind alle dem Fachmann bekannten Gläser, beispielsweise Silikatgläser, wie Kalknatronglas, Borosilikatglas, Aluminosilikatglas, Bleikristallglas, E-, A-, C-, ECR-Glas, Duranglas, Fensterglas, Laborglas, etc. Derartige Gläser werden aus Sand, Kalk, Tonerde, Borverbindungen, Pottasche, Soda, usw. erschmolzen und in einem geformten Zustand erstarren gelassen. Geeignete Glasplättchen bestehen vorzugsweise aus C-, E-, ECR- oder Borosilikatglas. Es können selbstverständlich auch Gemische von verschiedenen Glasplättchen eingesetzt werden, die sich nur in der Glaszusammensetzung unterscheiden. Insbesondere bevorzugt sind Substratplättchen aus Calcium-Aluminiumborosilikat oder ECR-Glas.

[0014] Durch den Zusatz von anorganischen Farbstoffen können die Glasplättchen bei der Herstellung gezielt eingefärbt werden. Geeignete Farbstoffe sind solche, die bei der Schmelztemperatur des Glases sich nicht zersetzen. Das Farbstoff wird in der Regel in Mengen von 0,1–50 Gew.%, insbesondere von 0,2–25 Gew.% und ganz besonders bevorzugt von 0,5–10 Gew.%, der Glasschmelze zugesetzt.

[0015] Geeignete Färbemittel sind insbesondere die Kationen oder komplexe Anionen der Elemente Cu, Cr, Mn, Fe und Co und/oder deren Kombinationen. Durch den Zusatz der Ionen können intensive Blau-, Grün-, Gelb-, Orange- oder Rotfärbungen erhalten werden. Geeignete Färbemittel sind weiterhin TiO_2 oder elementare Edelmetalle.

[0016] Der Brechungsindex geeigneter Glasplättchen liegt vorzugsweise bei 1,45–1,80, insbesondere bei 1,50–1,70.

[0017] Die chemische Zusammensetzung der Glasplättchen ist aufgrund der Belegung mit einer SiO_2 -Schicht (Schicht (A)) allerdings von untergeordneter Bedeutung für die weiteren Beschichtungen und die resultierenden anwendungstechnischen Eigenschaften der Pigmente. Durch die SiO_2 -Belegung wird die Glasoberfläche vor chemischer Veränderung wie Quellung, Auslaugen von Glasbestandteilen oder Auflösung in den aggressiven sauren Belegungsauflösungen geschützt.

[0018] Die Größe der Basissubstrate ist an sich nicht kritisch und kann auf den jeweiligen Anwendungszweck abgestimmt werden. In der Regel haben die plättchenförmigen Substrate eine Dicke zwischen 0,005 und 10 μm , insbesondere zwischen 0,1 und 2 μm . Die Ausdehnung in den beiden anderen Bereichen beträgt üblicherweise 1–500 μm , vorzugsweise 2–300 μm und insbesondere 20–200 μm . Bevorzugte kleinere Partikelgrößen sind weiterhin solche im Bereich von 1–100 μm , insbesondere 5–60 μm und 1–15 μm .

[0019] Besonders bevorzugt sind Glasplättchen mit einer durchschnittlichen Dicke von < 2 μm . Dickere Plättchen können in den gängigen Druckverfahren und bei anspruchsvollen Lackierungen in der Regel nicht eingesetzt werden. Vorzugsweise besitzen die Glasplättchen mittlere Dicken von < 1 μm , insbesondere von < 0,9 μm , ganz besonders bevorzugt von < 0,7 μm . Insbesondere bevorzugt sind Glasplättchen mit Dicken von 200–1000 nm. Der Durchmesser der Glasplättchen liegt vorzugsweise bei 5–300 μm , insbesondere bevorzugt bei 10–300 μm . Glasplättchen mit diesen Dimensionen sind kommerziell im Handel erhältlich.

[0020] Mehrschichtpigmente basierend auf synthetischen Glimmerplättchen weisen vorzugsweise folgende Partikelgrößenverteilungen auf:

D_{10} = 1–40 μm , vorzugsweise 4–25 μm

D_{50} = 5–80 μm , vorzugsweise 8–55 μm

D_{90} = 10–150 μm , vorzugsweise 15–100 μm .

[0021] Mehrschichtpigmente basierend auf natürlichen Glimmerplättchen weisen vorzugsweise folgende Partikelgrößenverteilungen auf:

$D_{10} = 1\text{--}15\ \mu\text{m}$, vorzugsweise $1\text{--}11\ \mu\text{m}$

$D_{50} = 3\text{--}30\ \mu\text{m}$, vorzugsweise $6\text{--}23\ \mu\text{m}$

$D_{90} = 5\text{--}80\ \mu\text{m}$, vorzugsweise $11\text{--}47\ \mu\text{m}$.

[0022] Mehrschichtpigmente basierend auf Glasplättchen weisen vorzugsweise folgende Partikelgrößenverteilungen auf:

$D_{10} = 10\text{--}50\ \mu\text{m}$, vorzugsweise $14\text{--}33\ \mu\text{m}$

$D_{50} = 20\text{--}100\ \mu\text{m}$, vorzugsweise $33\text{--}81\ \mu\text{m}$

$D_{90} = 50\text{--}200\ \mu\text{m}$, vorzugsweise $79\text{--}175\ \mu\text{m}$.

[0023] Die Charakterisierung der Teilchengrößenverteilung findet mittels Laserbeugung statt. In der vorliegenden Anmeldung wird die Teilchengrößenverteilung mit dem Gerät Malvern Mastersizer 2000 bestimmt.

[0024] Bevorzugte Mehrschichtpigmente weisen folgende Schichtenfolgen auf dem Substrat auf:

(A) eine Schicht aus SiO_2 ,

(B) eine farblose Beschichtung mit einem Brechungsindex $n \geq 1,8$,

(C) eine farblose Beschichtung mit einem Brechungsindex $n \geq 1,8$, wobei die Schicht (C) chemisch nicht identisch ist mit der Schicht (B),

(D) eine farbige Beschichtung mit einem Brechungsindex $n \geq 1,8$,

(E) eine farblose Beschichtung mit einem Brechungsindex $n < 1,8$,

(F) eine farblose Beschichtung mit einem Brechungsindex $n \geq 1,8$,

(G) eine farblose Beschichtung mit einem Brechungsindex $n \geq 1,8$, wobei die Schicht (G) chemisch nicht identisch ist mit der Schicht (F),

(H) eine farbige Beschichtung mit einem Brechungsindex $n \geq 1,8$

und optional

(I) eine äußere Schutzschicht.

[0025] Weiterhin bevorzugt sind Mehrschichtpigmente, die folgenden Schichtenaufbau auf dem Substratplättchen aufweisen:

(A) eine Schicht aus SiO_2 ,

(A1) eine farblose Beschichtung mit einem Brechungsindex $n < 1,8$,

(B) eine farblose Beschichtung mit einem Brechungsindex $n \geq 1,8$,

(C) eine farblose Beschichtung mit einem Brechungsindex $n \geq 1,8$, wobei die Schicht (C) chemisch nicht identisch ist mit der Schicht (B),

(D) eine farbige Beschichtung mit einem Brechungsindex $n \geq 1,8$,

(E) eine farblose Beschichtung mit einem Brechungsindex $n < 1,8$,

(F) eine farblose Beschichtung mit einem Brechungsindex $n \geq 1,8$,

(G) eine farblose Beschichtung mit einem Brechungsindex $n \geq 1,8$, wobei die Schicht (G) chemisch nicht identisch ist mit der Schicht (F),

(H) eine farbige Beschichtung mit einem Brechungsindex $n \geq 1,8$

und optional

(I) eine äußere Schutzschicht.

[0026] Die Dicke der Schicht (A) auf dem Substrat kann in Abhängigkeit vom gewünschten Effekt in weiten Bereichen variiert werden. Die Schicht (A) weist vorzugsweise Dicken von $3\text{--}150\ \text{nm}$, insbesondere von $5\text{--}100\ \text{nm}$, und ganz besonders bevorzugt von $10\text{--}50\ \text{nm}$, auf.

[0027] Die SiO_2 -Schicht kann auch mit Rußpartikeln, anorganischen Farbpigmenten, und/oder Metallpartikeln dotiert sein, sofern diese Dotierung an Luft oder unter Inertgas bei Temperaturen $> 700^\circ\text{C}$ stabil ist. Der Anteil an Dotiermittel in der SiO_2 -Matrix beträgt dann $1\text{--}30\ \text{Gew.}\%$, vorzugsweise $2\text{--}20\ \text{Gew.}\%$, insbesondere $5\text{--}20\ \text{Gew.}\%$.

[0028] Die niedrigbrechende Beschichtung (A1), sofern vorhanden, besteht vorzugsweise aus niedrigbrechende Materialien, wie z. B. Al_2O_3 , $\text{AlO}(\text{OH})$, B_2O_3 , MgF_2 , MgSiO_3 oder ein Gemisch der Verbindungen. Insbesondere bevorzugt besteht die Schicht (A1) aus Al_2O_3 .

[0029] Die Schicht (A1) weist vorzugsweise Dicken von $1\text{--}50\ \text{nm}$, insbesondere von $1\text{--}30\ \text{nm}$, und ganz besonders bevorzugt von $1\text{--}15\ \text{nm}$, auf.

[0030] Vorzugsweise bestehen die hochbrechenden Schichten (B), (C), (F) und (G) aus farblosen Metalloxiden, wie z. B. TiO_2 , ZrO_2 , SnO_2 , ZnO .

[0031] Das Titandioxid kann in der hochbrechenden Beschichtung in der Rutil- oder in der Anatasmodifikation vorliegen, vorzugsweise liegt es als Rutil vor. Die Verfahren zur Herstellung von Rutil sind im Stand der Technik beispielsweise beschrieben in der U.S. 5,433,779, U.S. 4,038,099, U.S. 6,626,989, DE 25 22 572 C2, EP 0 271 767 B1. Vorzugsweise wird vor der TiO_2 -Auffällung auf das Glimmerplättchen eine dünne Zinndioxidschicht (< 10 nm) aufgebracht, die als Additiv dient um das TiO_2 als Rutilphase zu erhalten.

[0032] Die Dicke der hochbrechenden Schichten richtet sich nach der gewünschten Interferenzfarbe.

[0033] Die Schicht (B) weist vorzugsweise Dicken von 1–50 nm, insbesondere von 1–30 nm, und ganz besonders bevorzugt von 1–15 nm, auf.

[0034] Die Schicht (C) weist vorzugsweise Dicken von 5–300 nm, insbesondere von 10–200 nm, und ganz besonders bevorzugt von 20–120 nm, auf.

[0035] Die Schicht (F) weist vorzugsweise Dicken von 1–50 nm, insbesondere von 1–30 nm, und ganz besonders bevorzugt von 1–15 nm, auf.

[0036] Die Schicht (G) weist vorzugsweise Dicken von 5–300 nm, insbesondere von 10–200 nm, und ganz besonders bevorzugt von 20–120 nm, auf.

[0037] Vorzugsweise handelt es sich bei den Schichten (D) und (H) um farbige Metalloxidschichten, die insbesondere aus Fe_2O_3 , Fe_3O_4 , Cr_2O_3 , Fe_2TiO_5 , Ce_2O_3 , CoO , Co_3O_4 , VO_2 , V_2O_3 , NiO , ferner aus Titansuboxiden (TiO_2 teilweise reduziert mit Oxidationszahlen von < 4 bis 2 wie die niederen Oxide Ti_3O_5 , Ti_2O_3 bis zu TiO), Titanoxynitriden, $\text{FeO}(\text{OH})$ oder Fe_2SiO_4 bestehen. Besonders bevorzugt handelt es sich bei den Schichten (D) und (H) jeweils um eine Schicht aus Eisenoxid, insbesondere aus Fe_2O_3 .

[0038] Die Schichtdicken der Schichten (D) und (H) können gleich oder verschieden sein. Vorzugsweise besitzt die Schicht (D) Dicken von 1–100 nm, insbesondere von 5–50 nm, und ganz besonders bevorzugt von 5–20 nm. Die Schicht (H) hat vorzugsweise Dicken von 1–100 nm, insbesondere 5–50 nm, und ganz besonders bevorzugt von 5–20 nm.

[0039] Die Dicke der einzelnen Schichten (A)–(H) mit hohem bzw. niedrigem Brechungsindex ist wichtig für die optischen Eigenschaften des Pigments.

[0040] Als farblose niedrigbrechende Materialien für die Schicht (E) sind vorzugsweise Metalloxide bzw. die entsprechenden Oxidhydrate, wie z. B. SiO_2 , Al_2O_3 , $\text{AlO}(\text{OH})$, B_2O_3 , Verbindungen wie MgF_2 , MgSiO_3 oder ein Gemisch der genannten Metalloxide, geeignet.

[0041] Die Schicht (E) hat vorzugsweise Dicken von 5–500 nm, insbesondere von 10–400 nm, und ganz besonders bevorzugt von 40–300 nm.

[0042] Besonders bevorzugte Interferenzpigmente werden nachfolgend genannt:

- Glimmerplättchen (natürlich) + SiO_2 + SnO_2 + TiO_2 + Fe_2O_3 + SnO_2 + TiO_2 + Fe_2O_3
- Glimmerplättchen (synthetisch) + SiO_2 + SnO_2 + TiO_2 + Fe_2O_3 + SnO_2 + TiO_2 + Fe_2O_3 .
- Glimmerplättchen (natürlich) + SiO_2 + Al_2O_3 + SnO_2 + TiO_2 + Fe_2O_3 + SnO_2 + TiO_2 + Fe_2O_3
- Glimmerplättchen (synthetisch) + SiO_2 + Al_2O_3 + SnO_2 + TiO_2 + Fe_2O_3 + SnO_2 + TiO_2 + Fe_2O_3
- Glasplättchen + SiO_2 + SnO_2 + TiO_2 + Fe_2O_3 + SnO_2 + TiO_2 + Fe_2O_3
- Glasplättchen + SiO_2 + Al_2O_3 + SnO_2 + TiO_2 + Fe_2O_3 + SnO_2 + TiO_2 + Fe_2O_3
- Al_2O_3 -Plättchen + SiO_2 + SnO_2 + TiO_2 + Fe_2O_3 + SnO_2 + TiO_2 + Fe_2O_3
- Al_2O_3 -Plättchen + SiO_2 + Al_2O_3 + SnO_2 + TiO_2 + Fe_2O_3 + SnO_2 + TiO_2 + Fe_2O_3 .

[0043] Sofern die erfindungsgemäßen Pigmente eine finale Schicht (I) aufweisen, sind die folgenden Mehrschichtpigmente bevorzugt:

- Glimmerplättchen (natürlich) + SiO_2 + SnO_2 + TiO_2 + Fe_2O_3 + SnO_2 + TiO_2 + Fe_2O_3 + SiO_2
- Glimmerplättchen (synthetisch) + SiO_2 + SnO_2 + TiO_2 + Fe_2O_3 + SnO_2 + TiO_2 + Fe_2O_3 + SiO_2
- Glimmerplättchen (natürlich) + SiO_2 + Al_2O_3 + SnO_2 + TiO_2 + Fe_2O_3 + SnO_2 + TiO_2 + Fe_2O_3 + SiO_2
- Glimmerplättchen (synthetisch) + SiO_2 + Al_2O_3 + SnO_2 + TiO_2 + Fe_2O_3 + SnO_2 + TiO_2 + Fe_2O_3 + SiO_2

- Glasplättchen + SiO₂ + SnO₂ + TiO₂ + Fe₂O₃ + SnO₂ + TiO₂ + Fe₂O₃ + SiO₂.
- Glasplättchen + SiO₂ + Al₂O₃ + SnO₂ + TiO₂ + Fe₂O₃ + SnO₂ + TiO₂ + Fe₂O₃ + SiO₂
- Al₂O₃-Plättchen + SiO₂ + SnO₂ + TiO₂ + Fe₂O₃ + SnO₂ + TiO₂ + Fe₂O₃ + SiO₂
- Al₂O₃-Plättchen + SiO₂ + Al₂O₃ + SnO₂ + TiO₂ + Fe₂O₃ + SnO₂ + TiO₂ + Fe₂O₃ + SiO₂.

[0044] Unter den bevorzugten Mehrschichtpigmenten sind die Pigmente basierend auf Glasplättchen, ferner auf Al₂O₃-Plättchen, besonders bevorzugt.

[0045] Unter hochbrechenden Beschichtungen sind die Schichten mit einem Brechungsindex von $\geq 1,8$, unter niedrigbrechenden Schichten solche mit $n < 1,8$ in dieser Anmeldung zu verstehen.

[0046] Die erfindungsgemäßen Mehrschichtpigmente lassen sich in der Regel relativ leicht herstellen.

[0047] Die Metalloxidschichten werden vorzugsweise nasschemisch aufgebracht, wobei die zur Herstellung von Perlglanzpigmenten entwickelten nasschemischen Beschichtungsverfahren angewendet werden können. Derartige Verfahren sind z. B. beschrieben in DE 14 67 468, DE 19 59 988, DE 20 09 566, DE 22 14 545, DE 22 15 191, DE 22 44, 298, DE 23 13 331, DE 15 22 572, DE 31 37 808, DE 31 37 809, DE 31 51 343, DE 31 51 354, DE 31 51 355, DE 32 11 602, DE 32 35 017 oder auch in weiteren dem Fachmann bekannten Patentdokumenten und sonstigen Publikationen.

[0048] Bei der Nassbeschichtung werden die Substratplättchen in Wasser suspendiert und mit ein oder mehreren hydrolysierbaren Metallsalzen oder einer Wasserglaslösung bei einem für die Hydrolyse geeigneten pH-Wert versetzt, der so gewählt wird, dass die Metalloxide bzw. Metalloxidhydrate direkt auf den Plättchen ausgefällt werden, ohne dass es zu Nebenfällungen kommt. Der pH-Wert wird üblicherweise durch gleichzeitiges Zudosieren einer Base und/oder Säure konstant gehalten. Anschließend werden die Pigmente abgetrennt, gewaschen und bei 50–150°C für 6–18 h getrocknet und gegebenenfalls 0,5–3 h gegläht, wobei die Glühtemperatur im Hinblick auf die jeweils vorliegende Beschichtung optimiert werden kann. In der Regel liegen die Glühtemperaturen zwischen 600 und 1000°C, vorzugsweise zwischen 600 und 900°C. Falls gewünscht, können die Pigmente nach Aufbringen einzelner Beschichtungen abgetrennt, getrocknet und ggf. gegläht werden, um dann zur Auffällung der weiteren Schichten wieder resuspendiert zu werden.

[0049] Die Auffällung der SiO₂-Schicht auf das Substrat erfolgt in der Regel durch Zugabe einer Kalium- oder Natronwasserglas-Lösung bei einem geeigneten pH-Wert.

[0050] Weiterhin kann die Beschichtung auch in einem Wirbelbettreaktor durch Gasphasenbeschichtung erfolgen, wobei z. B. die in EP 0 045 851 und EP 0 106 235 zur Herstellung von Perlglanzpigmenten vorgeschlagenen Verfahren entsprechend angewendet werden können.

[0051] Der Farbton der Mehrschichtpigmente kann in sehr weiten Grenzen durch die unterschiedliche Wahl der Belegungsmengen bzw. der daraus resultierenden Schichtdicken variiert werden. Die Feinabstimmung für einen bestimmten Farbton kann über die reine Mengenwahl hinaus durch visuell oder messtechnisch kontrolliertes Anfahren der gewünschten Farbe erreicht werden.

[0052] Zur Erhöhung der Licht-, Wasser- und Wetterstabilität empfiehlt es sich häufig, in Abhängigkeit vom Einsatzgebiet, das fertige Pigment einer Nachbeschichtung oder Nachbehandlung zu unterziehen. Als Nachbeschichtungen bzw. Nachbehandlungen kommen beispielsweise die in den DE-PS 22 15 191, DE-OS 31 51 354, DE-OS 32 35 017 oder DE-OS 33 34 598 beschriebenen Verfahren in Frage. Durch diese Nachbeschichtung (Schicht I) wird die chemische und photochemische Stabilität weiter erhöht oder die Handhabung des Pigments, insbesondere die Einarbeitung in unterschiedliche Medien, erleichtert. Zur Verbesserung der Benetzbarkeit, Dispergierbarkeit und/oder Verträglichkeit mit den Anwendermedien können beispielsweise funktionelle Beschichtungen aus Al₂O₃ oder ZrO₂ oder deren Gemische auf die Pigmentoberfläche aufgebracht werden. Weiterhin sind organische Nachbeschichtungen möglich, z. B. mit Silanen, wie beispielsweise beschrieben in der EP 0090259, EP 0 634 459, WO 99/57204, WO 96/32446, WO 99/57204, U.S. 5,759,255, U.S. 5,571,851, WO 01/92425 oder in J. J. Ponjeé, Philips Technical Review, Vol. 44, No. 3, 81 ff. und P. H. Harding J. C. Berg, J. Adhesion Sci. Technol. Vol. 11 No. 4, S. 471–493. Die Schicht (I) weist vorzugsweise Dicken von 0,1–100 nm, insbesondere von 0,1–50 nm und ganz besonders bevorzugt von 0,1–30 nm auf.

[0053] In einer bevorzugten Ausführungsform besteht die Schicht (I) aus einer SiO₂-Schicht. Diese Schicht kann sowohl kalziniert als auch nicht kalziniert sein. Vorzugsweise handelt es sich um eine kalzinierte SiO₂-Schicht.

[0054] Da die erfindungsgemäßen Mehrschichtpigmente einen starken Glanz mit intensiven Interferenzfarben und einer ansprechenden Pulverfarbe verbinden, lassen sich mit ihnen besonders wirksame Effekte in den verschiedenen Anwendungsmedien erzielen, z. B. in kosmetischen Formulierungen, wie z. B. Nagellacken, Lippenstiften, Pressspudern, Gelen, Lotionen, Seifen, Zahnpasten, in Lacken wie z. B. Autolacken, Industrielacken und Pulverlacken sowie in Druckfarben, Saatguteinfärbungen, Kunststoffen und in der Keramik.

[0055] Die Konzentration des erfindungsgemäßen Pigments im zu pigmentierenden Anwendungssystem liegt in der Regel zwischen 0,1 und 100 Gew.%, vorzugsweise zwischen 0,1 und 70 Gew.% und insbesondere zwischen 0,5 und 10 Gew.%, bezogen auf den Gesamtfestkörpergehalt des Systems. Sie ist in der Regel abhängig vom konkreten Anwendungsfall.

[0056] Es versteht sich von selbst, dass für die verschiedenen Anwendungszwecke die erfindungsgemäßen Mehrschichtpigmente auch vorteilhaft in Abmischung mit einem oder mehreren Farbmitteln, z. B. Effektpigmenten ausgewählt aus der Gruppe der Perlglanzpigmente, Interferenzpigmente, goniochromatischen Pigmente, BiOCl-Plättchen, Mehrschichtpigmente, Metallpigmente, Glanzpigmenten, und/oder organischen Farbstoffen, und/oder organischen Farbpigmenten und anderen Pigmenten, wie z. B. transparenten und deckenden Weiß-, Bunt- und Schwarzpigmenten sowie mit plättchenförmigen Eisenoxiden, holographischen Pigmenten, LCPs (Liquid Crystal Polymers) und herkömmlichen transparenten, bunten und schwarzen Glanzpigmenten auf der Basis von metalloxidbeschichteten Glimmer- und SiO₂-Plättchen, etc., verwendet werden können. Die erfindungsgemäßen Mehrschichtpigmente können in jedem Verhältnis mit einem Farbmittel gemischt werden. Das Gewichtsverhältnis Mehrschichtpigment zu Farbmittel kann je nach Farbausprägung 1:99 zu 99:1 sein.

[0057] Als Farbmittel kommen vor allem Perlglanzpigmente insbesondere auf Basis von natürlichem oder synthetischem Glimmer, SiO₂-Plättchen, Fe₂O₃-Plättchen, Glasplättchen oder Al₂O₃-Plättchen, die mit einer oder mehreren Metalloxidschichten umhüllt sind, Metalleffektpigmente (Al-Plättchen, Bronzen), optisch variable Pigmente (OVP's), Flüssigkristallpolymerpigmente (LCP's) oder holographische Pigmente in Frage.

[0058] Zu den sphärischen Farbmitteln zählen insbesondere TiO₂, eingefärbtes SiO₂, CaSO₄, Eisenoxide, Chromoxide, Ruß, organische Farbpigmente, wie z. B. Anthrachinon-Pigmente, Chinacridon-Pigmente, Diketopyrrolopyrrol-Pigmente, Phthalocyanin-Pigmente, Azopigmente, Isoindolin-Pigmente. Bei den nadelförmigen Pigmenten handelt es sich vorzugsweise um BiOCl, eingefärbte Glasfasern, α-FeOOH, organische Farbpigmente, wie z. B. Azopigmente, β-Phthalocyanin CI Blue 15,3, Cromophtalgelb 8GN (Ciba-Geigy), Irgalith Blau PD56 (Ciba-Geigy), Azomethinkupferkomplex CI Yellow 129, Irgazingelb 5GT (Ciba-Geigy).

[0059] Geeignete organische Farbpigmente und Farbstoffe sind natürlichen oder synthetischen Ursprungs, wie z. B. Chromoxid, Ultramarin.

[0060] Die erfindungsgemäßen Mehrschichtpigmente können selbstverständlich auch mit Füllstoffen in jedem Gewichtsverhältnis miteinander abgemischt werden bzw. eingesetzt werden. Als Füllstoffe sind z. B. zu nennen synthetische organische Polymere, Polymethylmethacrylat, Methylmethacrylat Cross-Polymer, natürlicher und synthetischer Glimmer, Nylon-Pulver, reine oder gefüllte Melaminharze, Talkum, SiO₂, Glaspulver, Glaskugeln, Kaolin, Oxide oder Hydroxide von Aluminium, Magnesium, Calcium, Zink, BiOCl, Bariumsulfat, Calciumsulfat, Calciumcarbonat, Magnesiumcarbonat, basische Erdalkalicarbonate, wie z. B. Calcium- oder Magnesiumcarbonat, Kohlenstoff, sowie physikalische oder chemische Kombinationen dieser Stoffe. Bezüglich der Partikelform der Füllstoffe gibt es keine Einschränkungen. Sie kann den Anforderungen gemäß z. B. unregelmäßig, plättchenförmig, sphärisch oder nadelförmig sein.

[0061] Ebenso können nanoskalige Dielektrika, insbesondere in kosmetischen Formulierungen zur Verbesserung des Hautgefühls, den Mehrschichtpigmenten beigemischt werden. Beispiele für derartige Beimischungen sind Al₂O₃, SiO₂, ZnO oder TiO₂, die üblicherweise in Mengen von 0,01–15 Gew.% der Formulierung zugegeben werden.

[0062] Die erfindungsgemäßen Mehrschichtpigmente sind mit einer Vielzahl von Farbsystemen kompatibel, vorzugsweise aus dem Bereich der Lacke, Farben und Druckfarben. Für die Herstellung der Druckfarben für z. B. den Tiefdruck, Flexodruck, Offsetdruck, Offsetüberdrucklackierung, ist eine Vielzahl von Bindern, insbesondere wasserlösliche Typen, geeignet, wie sie z. B. von den Firmen BASF, Marabu, Pröll, Sericol, Hartmann, Gebr. Schmidt, Sicpa, Aarberg, Sieberg, GSB-Wahl, Follmann, Ruco oder Coates Screen INKS GmbH vertrieben werden. Die Druckfarben können auf Wasserbasis oder Lösemittelbasis aufgebaut sein. Weiterhin sind die erfindungsgemäßen Mehrschichtpigmente auch für die Lasermarkierung von Papier und Kunststoffen,

sowie für Anwendungen im Agrarbereich, z. B. für Gewächshausfolien, sowie z. B. für die Farbgebung von Zeltplanen, geeignet.

[0063] Bei der Pigmentierung von Bindemittelsystemen z. B. für Farben und Druckfarben für den Tiefdruck, Offsetdruck oder Siebdruck, oder als Vorprodukt für Druckfarben, hat sich der Einsatz der erfindungsgemäßen Mehrschichtpigmente in Form von hochpigmentierten Pasten, Granulaten, Pellets, etc., als besonders geeignet erwiesen. Das erfindungsgemäße Pigment wird in der Regel in die Druckfarbe in Mengen von 2–35 Gew.%, vorzugsweise 5–25 Gew.%, und insbesondere 8–20 Gew.% eingearbeitet. Offsetdruckfarben können die Pigmente bis zu 40 Gew.% und mehr enthalten. Die Vorprodukte für die Druckfarben, z. B. in Granulatform, als Pellets, Briketts, etc., enthalten neben dem Bindemittel und Additiven bis zu 98 Gew.% des erfindungsgemäßen Pigments. Die Druckfarben enthaltend das erfindungsgemäße Pigment zeigen in der Regel reinere Farbtöne als mit herkömmlichen Effektpigmenten.

[0064] Die erfindungsgemäßen Mehrschichtpigmente sind weiterhin geeignet zur Herstellung von fließfähigen Pigmentpräparationen und Trockenpräparaten, insbesondere für Druckfarben, enthaltend ein oder mehrere erfindungsgemäße Pigmente, Bindemittel und optional ein oder mehrere Additive.

[0065] In Kunststoffen enthaltend das erfindungsgemäße Mehrschichtpigment, vorzugsweise in Mengen von 0,01 bis 50 Gew.%, insbesondere 0,1 bis 7 Gew.%, lassen sich besonders ausgeprägte Farbeffekte erzielen.

[0066] Im Lackbereich, insbesondere im Automobillack, wird das Mehrschichtpigment, auch für 3-Schichtaufbauten in Mengen von 0,1–20 Gew.%, vorzugsweise 1 bis 10 Gew.%, eingesetzt.

[0067] Weiterhin kann das erfindungsgemäße Pigment zur Veredlung von Lebensmitteln, z. B. Masse-Einfärbung und/oder Überzüge von Bonbons, Weingummi, wie z. B. Gummibärchen, Pralinen, Lakritze, Konfekt, Zuckerstangen, Puddings, Brausegetränke, Limonaden, etc., oder als Überzug, z. B. bei Dragees und Tabletten im Pharmabereich, eingesetzt werden.

[0068] Das erfindungsgemäße Mehrschichtpigment kann auch vorteilhaft in der dekorativen und pflegenden Kosmetik eingesetzt werden. Die Einsatzkonzentration reicht von 0,01 Gew.% im Shampoo bis zu 100 Gew.% bei losen Pudern. Bei einer Mischung der erfindungsgemäßen Pigmente mit Füllstoffen, vorzugsweise mit sphärischen Füllstoffen, wie z. B. SiO₂, kann die Konzentration bei 0,01–70 Gew.% in der kosmetischen Formulierung liegen. Die kosmetischen Produkte, wie z. B. Nagellacke, Presspuder, Shampoos, lose Puder und Gele, zeichnen sich durch besonders interessante Farbeffekte und einen hohen Glanz aus.

[0069] Den Konzentrationen der erfindungsgemäßen Mehrschichtpigmente in der Formulierung sind keine Grenzen gesetzt. Sie können – je nach Anwendungsfall – zwischen 0,001 (rinse-off-Produkte, z. B. Duschgele) und 100% (z. B. Glanzeffekt-Artikel für besondere Anwendungen) liegen.

[0070] Aufgrund des guten Skin Feelings und der sehr guten Hautadhäsion sind die erfindungsgemäßen Pigmente sowohl für Personal Care Applications, wie z. B. Body Lotions, Emulsionen, Shampoos, Seifen, etc., als auch insbesondere für die dekorative Kosmetik geeignet.

[0071] Selbstverständlich können die erfindungsgemäßen Mehrschichtpigmente in den Formulierungen auch mit jeder Art von Roh- und Hilfsstoffen sowie Wirkstoffen kombiniert werden. Dazu gehören u. a. Wasser, Alkohole, Polyole, polare und unpolare Öle, Fette, Wachse, Filmbildner, Polymere, Co-Polymere, Tenside, Radikalfänger, Antioxidantien, wie z. B. Vitamin C oder Vitamin E, Stabilisatoren, Geruchsverstärker, Silikonöle, Emulgatoren, Duftstoffe, Lösemittel wie z. B. Ethanol, Ethylacetat oder Butylacetat, Konservierungsmittel und allgemein anwendungstechnische Eigenschaften bestimmende Hilfsstoffe, wie z. B. Verdicker und rheologische Zusatzstoffe wie etwa Bentonite, Hektorite, Siliciumdioxide, Ca-Silicate, Gelatine, hochmolekulare Kohlenhydrate und/oder oberflächenaktive Hilfsmittel, etc.

[0072] Geeignete Wirkstoffe sind z. B. Insect Repellents, anorganische UV-Filter, wie z. B. TiO₂, UV A/BC-Schutzfilter (z. B. OMC, B3, MBC), auch in verkapselter Form, Anti-Ageing-Wirkstoffe, Vitamine und deren Derivate (z. B. Vitamin A, C, E, etc.), Selbstbräuner (z. B. DHA, Erythrolyse, u. a.) sowie weitere kosmetische Wirkstoffe, wie z. B. Bisabolol, LPO, VTA, Ectoin, Emblica, Allantoin, Bioflavanoide und deren Derivate.

[0073] Organische UV-Filter werden in der Regel in einer Menge von 0,5 bis 10 Gew.%, vorzugsweise 1 bis 8 Gew.%, anorganische Filter von 0,1 bis 30 Gew.% in kosmetische Formulierungen eingearbeitet.

[0074] Die erfindungsgemäßen Zubereitungen können darüber hinaus weitere übliche hautschonende oder hautpflegende Wirkstoffe enthalten. Dies können prinzipiell alle dem Fachmann bekannten Wirkstoffe sein. Besonders bevorzugte Wirkstoffe sind Pyrimidincarbonsäuren und/oder Aryloxime.

[0075] Unter den kosmetischen Anwendungen ist insbesondere die Verwendung von Ectoin und Ectoin-Derivaten zur Pflege von gealterter, trockener oder gereizter Haut zu nennen. So wird in der europäischen Patentanmeldung EP-A-0 671 161 insbesondere beschrieben, dass Ectoin und Hydroxyectoin in kosmetischen Zubereitungen wie Pudern, Seifen, tensidhaltigen Reinigungsprodukten, Lippenstiften, Rouge, Make-Up, Pflegecremes und Sonnenschutzpräparaten eingesetzt werden.

[0076] Bei Selbstbräunungscremes, -lotionen, -sprays, etc. enthaltend beispielsweise den Selbstbräuner DHA (Dihydroxyaceton) und ein Effektpigment mit abschließender TiO_2 -Schicht, z. B. ein mit TiO_2 (Anatas) beschichtetes Glasplättchen, wird das DHA langsam in der Formulierung abgebaut. Kosmetische Formulierungen enthaltend DHA und das erfindungsgemäße Pigment, insbesondere ein Pigment mit einer finalen Schicht (I) aus SiO_2 , zeichnen sich dadurch aus, dass das DHA in seiner Wirkung voll erhalten bleibt.

[0077] Die die erfindungsgemäßen Mehrschichtpigmente enthaltenden Formulierungen können dem lipophilen, hydrophilen oder hydrophoben Typ angehören. Bei heterogenen Formulierungen mit diskreten wässrigen und nicht-wässrigen Phasen können die erfindungsgemäßen Pigmente in jeweils nur einer der beiden Phasen enthalten oder auch über beide Phasen verteilt sein.

[0078] Die pH-Werte der Formulierungen können zwischen 1 und 14, bevorzugt zwischen 2 und 11 und besonders bevorzugt zwischen 5 und 8 liegen.

[0079] Als Anwendungsform der kosmetischen Formulierungen seien z. B. genannt Lösungen, Suspensionen, Emulsionen, PIT-Emulsionen, Pasten, Salben, Gele, Cremes, Lotionen, Puder, Seifen, tensidhaltige Reinigungspräparate, Öle, Aerosole und Sprays. Weitere Anwendungsformen sind z. B. Sticks, Shampoos und Duschbäder. Der Zubereitung können neben den erfindungsgemäßen Pigmenten beliebige übliche Trägerstoffe, Hilfsstoffe und gegebenenfalls weitere Wirkstoffe zugesetzt werden.

[0080] Salben, Pasten, Cremes und Gele können die üblichen Trägerstoffe enthalten, z. B. tierische und pflanzliche Fette, Wachse, Paraffine, Stärke, Tragant, Cellulosederivate, Polyethylenglykole, Silicone, Bentonite, Kieselsäure, Talkum und Zinkoxid oder Gemische dieser Stoffe.

[0081] Puder und Sprays können die üblichen Trägerstoffe enthalten, z. B. Milchzucker, Talkum, Kieselsäure, Aluminiumhydroxid, Calciumsilikat und Polyamid-Pulver oder Gemische dieser Stoffe. Sprays können zusätzlich die üblichen Treibmittel, z. B. Chlorfluorkohlenwasserstoffe, Propan/Butan oder Dimethylether, enthalten.

[0082] Lösungen und Emulsionen können die üblichen Trägerstoffe wie Lösungsmittel, Lösungsvermittler und Emulgatoren, z. B. Wasser, Ethanol, Isopropanol, Ethylcarbonat, Ethylacetat, Benzylalkohol, Benzylbenzoat, Propylenglykol, 1,3-Butylglykol, Öle, insbesondere Baumwollsaatöl, Erdnussöl, Maiskeimöl, Olivenöl, Rizinusöl und Sesamöl, Glycerinfettsäureester, Polyethylenglykole und Fettsäureester des Sorbitans oder Gemische dieser Stoffe enthalten.

[0083] Suspensionen können die üblichen Trägerstoffe wie flüssige Verdünnungsmittel, z. B. Wasser, Ethanol oder Propylenglykol, Suspendiermittel, z. B. ethoxylierte Isostearylalkohole, Polyoxyethylensorbitester und Polyoxyethylensorbitanester, mikrokristalline Cellulose, Aluminiummetahydroxid, Bentonit, Agar-Agar und Tragant oder Gemische dieser Stoffe enthalten.

[0084] Seifen können die üblichen Trägerstoffe wie Alkalisalze von Fettsäuren, Salze von Fettsäurehalbestern, Fettsäureeweißhydrolysaten, Isothionate, Lanolin, Fettalkohol, Pflanzenöle, Pflanzenextrakte, Glycerin, Zucker oder Gemische dieser Stoffe enthalten.

[0085] Tensidhaltige Reinigungsprodukte können die üblichen Trägerstoffe wie Salze von Fettalkoholsulfaten, Fettalkoholethersulfaten, Sulfobernsteinsäurehalbestern, Fettsäureeweißhydrolysaten, Isothionate, Imidazolinderivate, Methyltaurate, Sarkosinate, Fettsäureamidethersulfate, Alkylamidobetaine, Fettalkohole, Fettsäureglyceride, Fettsäurediethanolamide, pflanzliche und synthetische Öle, Lanolinderivate, ethoxylierte Glycerinfettsäureester oder Gemische dieser Stoffe enthalten.

[0086] Gesichts- und Körperöle können die üblichen Trägerstoffe wie synthetische Öle wie z. B. Fettsäureester, Fettalkohole, Silikonöle, natürliche Öle wie Pflanzenöle und ölige Pflanzenauszüge, Paraffinöle, Lanolinöle oder Gemische dieser Stoffe enthalten.

[0087] Die kosmetischen Zubereitungen können in verschiedenen Formen vorliegen. So können sie z. B. eine Lösung, eine wasserfreie Zubereitung, eine Emulsion oder Mikroemulsion vom Typ Wasser-in-Öl (W/O) oder vom Typ Öl-in-Wasser (O/W), eine multiple Emulsion, beispielsweise vom Typ Wasser-in-Öl-in-Wasser (W/O/W), ein Gel, einen festen Stift, eine Salbe oder auch ein Aerosol darstellen. Es ist auch vorteilhaft, Ectoine in verkapselter Form darzureichen, z. B. in Kollagenmatrices und anderen üblichen Verkapselungsmaterialien, z. B. als Celluloseverkapselungen, in Gelatine, Wachsmatrices oder liposomal verkapselt. Insbesondere Wachsmatrices wie sie in der DE-OS 43 08 282 beschrieben werden, haben sich als günstig herausgestellt. Bevorzugt werden Emulsionen. O/W-Emulsionen werden besonders bevorzugt. Emulsionen, W/O-Emulsionen und O/W-Emulsionen sind in üblicher Weise erhältlich.

[0088] Weitere Ausführungsformen stellen ölige Lotionen auf Basis von natürlichen oder synthetischen Ölen und Wachsen, Lanolin, Fettsäureestern, insbesondere Triglyceriden von Fettsäuren, oder ölig-alkoholische Lotionen auf Basis eines Niedrigalkohols, wie Ethanol, oder eines Glycerols, wie Propylenglykol, und/oder eines Polyols, wie Glycerin, und Ölen, Wachsen und Fettsäureestern, wie Triglyceriden von Fettsäuren, dar.

[0089] Feste Stifte bestehen aus natürlichen oder synthetischen Wachsen und Ölen, Fettalkoholen, Fettsäuren, Fettsäureestern, Lanolin und anderen Fettkörpern.

[0090] Bei den kosmetischen Ölen handelt es sich vorzugsweise um Mineralöl, hydriertes Polyisobuten, synthetisches oder aus Naturprodukten hergestelltes Squalan, kosmetische Ester oder Ether, die verzweigt oder unverzweigt, gesättigt oder ungesättigt sein können, pflanzliche Öle oder Gemische davon.

[0091] Ist eine Zubereitung als Aerosol konfektioniert, verwendet man in der Regel die üblichen Treibmittel, wie Alkane, Fluoralkane und Chlorfluoralkane.

[0092] Die kosmetische Zubereitung kann auch zum Schutz der Haare gegen photochemische Schäden verwendet werden, um Veränderungen von Farbnuancen, ein Entfärben oder Schäden mechanischer Art zu verhindern. In diesem Fall erfolgt geeignet eine Konfektionierung als Shampoo, Lotion, Gel oder Emulsion zum Ausspülen, wobei die jeweilige Zubereitung vor oder nach dem Shamponieren, vor oder nach dem Färben oder Entfärben bzw. vor oder nach der Dauerwelle aufgetragen wird. Es kann auch eine Zubereitung als Lotion oder Gel zum Frisieren und Behandeln, als Lotion oder Gel zum Bürsten oder Legen einer Wasserwelle, als Haarlack, Dauerwellenmittel, Färbe- oder Entfärbemittel der Haare gewählt werden. Die Zubereitung mit Lichtschutzeigenschaften kann Adjuvantien enthalten, wie Grenzflächen aktive Mittel, Verdickungsmittel, Polymere, weichmachende Mittel, Konservierungsmittel, Schaumstabilisatoren, Elektrolyte, organische Lösungsmittel, Silikonderivate, Öle, Wachse, Antifettmittel, Farbstoffe und/oder Pigmente, die das Mittel selbst oder die Haare färben oder andere für die Haarpflege üblicherweise verwendete Ingredienzien.

[0093] Die erfindungsgemäßen Mehrschichtpigmente können beispielsweise in Lippenstiften, Lipgloss, Rouge, Eyeliner, Lidschatten, (Volumen)Mascara, Nagellacke, Tagescremes, Nachtcremes, Körperlotionen, Reinigungsmilch, Körperpuder, Haargele, Haarmasken, Haarspülungen, Haarshampoos, Duschgelen, Duschölen, Badeölen, Sonnenschutz, Prä-Sun- und After-Sun-Präparate, Bräunungslotionen, Bräunungssprays, Make-ups, Lotions, Seifen, Badesalze, Zahnpasta, Gesichtsmasken, Presspuder, lose Puder und Gele, etc., verwendet werden. Die Herstellung derartiger Produkte erfolgt auf eine Weise, wie sie dem Fachmann auf diesem Gebiet bekannt ist.

[0094] Gegenstand der Erfindung sind insbesondere Formulierungen, die neben dem erfindungsgemäßen Mehrschichtpigment mindestens einen Bestandteil ausgewählt aus der Gruppe der Absorptionmittel, Adstringenzen, antimikrobiellen Stoffen, Antioxidantien, Antiperspirantien, Antischaummitteln, Anti-schuppenwirkstoffen, Antistatika, Bindemitteln, biologischen Zusatzstoffen, Bleichmitteln, Chelatbildnern, Desodorierungsmitteln, Emollienten, Emulgatoren, Emulsionsstabilisatoren, Farbstoffen, Feuchthaltemitteln, Filmbildnern, Füllstoffen, Geruchsstoffen, Geschmacksstoffen, Insect Repellents, Konservierungsmitteln, Korrosionsschutzmitteln, kosmetischen Ölen, Lösungsmitteln, Oxidationsmitteln, pflanzlichen Bestandteilen, Puffersubstanzen, Reduktionsmitteln, Tensiden, Treibgasen, Trübungsmitteln, UV-Filtern und UV-Absorbern, Vergällungsmitteln, Viskositätsreglern, Parfüm und Vitaminen enthalten.

[0095] Gegenstand der Erfindung ist weiterhin auch die Verwendung der Pigmente in Formulierungen wie Farben, Lacken, Automobillacken, Pulverlacken, Druckfarben, Sicherheitsdruckfarben, Kunststoffen, keramischen Materialien, Gläsern, Papier, in Tonern für elektrophotographische Druckverfahren, im Saatgut, in Gewächshausfolien und Zeltplanen, als Absorber bei der Lasermarkierung von Papier und Kunststoffen, in kosmetischen Formulierungen, zur Herstellung von Pigmentanteigungen mit Wasser, organischen und/oder wässrigen Lösemitteln, zur Herstellung von Pigmentpräparationen und Trockenpräparaten, wie z. B. Granulate, zur Masseinfärbung von Lebensmitteln, zur Einfärbung von Überzügen von Lebensmittelprodukten und Pharmazeutika, z. B. als Überzug bei Dragees und Tabletten.

[0096] Die nachfolgenden Beispiele sollen die Erfindung näher erläutern ohne sie jedoch zu beschränken.

Beispiele

[0097] Sofern als Substrat Glasplättchen eingesetzt werden, ist die chemische Zusammensetzung der Glasplättchen aufgrund der Belegung mit einer SiO₂-Schicht (Schicht (A)) von untergeordneter Bedeutung für die weiteren Beschichtungen und die resultierenden anwendungstechnischen Eigenschaften der finalen Pigmente. Geeignete Glaszusammensetzungen sind z. B. solche, wie in den Tabellen 1 und 2 angegeben.

Tabelle 1: Glaszusammensetzungen in %

Bestandteile	Glas A	Glas B
SiO ₂	64	60
Al ₂ O ₃	5	5
CaO	6,2	7,7
MgO	2,2	5,2
B ₂ O ₃	5,3	6,1
Na ₂ O + K ₂ O	13,5	16
ZnO	3,7	0
FeO/Fe ₂ O ₃	0,1	0

Tabelle 2: Glaszusammensetzungen in %

Bestandteile	Glas C	Glas D
SiO ₂	65,7	64,8
Al ₂ O ₃	4,0	4,9
CaO	5,9	5,6
MgO	1,9	1,7
B ₂ O ₃	5,4	4,2
Na ₂ O + K ₂ O	12,7	14,7
ZnO	4,3	3,9
FeO/Fe ₂ O ₃	0,1	0,2

Beispiel 1

[0098] 200 g Glasplättchen (mit einer Zusammensetzung wie in oben stehender Tabelle 1 unter Glas A beschrieben, einer mittleren Flakedicke von 850 nm und einem D₅₀-Wert laut Malvern Mastersizer 2000 von ca. 80 µm; Hersteller: Merck KGaA) werden in 2000 ml VE-Wasser suspendiert und unter Rühren auf 70°C erhitzt. Der pH-Wert wird auf 9,0 eingestellt. Es werden nun innerhalb einer Stunde 50 g Natronwasserglas-Lösung (w_(SiO₂) = 0,2) zudosiert. Hierbei wird der pH-Wert durch Zugabe von Salzsäure konstant bei 9,0 gehalten. Der pH-Wert wird nun mit Salzsäure auf 2,0 eingestellt. Als nächstes erfolgt innerhalb einer Stunde die Zugabe von 150 ml einer SnCl₄-Lösung (w_(SnCl₄) = 0,02 und w_(HCl) = 0,04). Der pH-Wert wird mit Natronlauge konstant bei 2,0 gehalten. Nach Beendigung der Dosierung der SnCl₄-Lösung wird der pH-Wert mit Salzsäure auf 1,6 eingestellt, und die Temperatur der Suspension wird auf 85°C erhöht. Nun beginnt die Zugabe von ca. 200 ml TiOCl₂-Lösung (w_(TiCl₄) = 400 g/l). Die Dosierung wird beim Erreichen des gewünschten koloristischen End-

punkts unterbrochen. Der pH-Wert wird hierbei mit Natronlauge konstant gehalten und anschließend auf 3,2 eingestellt. Im nächsten Schritt werden innerhalb von 60 Minuten 50 g einer FeCl_3 -Lösung ($w_{(\text{Fe})} = 0,10$) zugesetzt. Der pH-Wert wird hierbei mit NaOH konstant gehalten und nach Ende der Dosierung der FeCl_3 -Lösung auf 9,0 eingestellt. Bei diesem pH-Wert erfolgt die Zugabe von 160 g Natronwasserglas-Lösung ($w_{(\text{SiO}_2)} = 0,2$). Der pH-Wert wird mit Salzsäure konstant bei 9,0 gehalten. Der pH-Wert wird nun mit Salzsäure auf 2,0 eingestellt. Als nächstes erfolgt innerhalb einer Stunde die Zugabe von 150 ml SnCl_4 -Lösung ($w_{(\text{SnCl}_4)} = 0,02$ und $w_{(\text{HCl})} = 0,04$). Der pH-Wert wird mit Natronlauge konstant bei 2,0 gehalten. Nach Beendigung der Dosierung der SnCl_4 -Lösung wird der pH-Wert mit Salzsäure auf 1,6 eingestellt. Danach erfolgt innerhalb von ca. 3 Stunden die Zugabe von 200 ml TiOCl_2 -Lösung ($w_{(\text{TiCl}_4)} = 400$ g/l). Die Dosierung wird beim Erreichen des gewünschten koloristischen Endpunkts unterbrochen. Der pH-Wert wird hierbei mit Natronlauge konstant gehalten und anschließend auf 3,2 eingestellt. Im letzten Schritt werden 50 g FeCl_3 -Lösung ($w_{(\text{Fe})} = 0,10$) innerhalb einer Stunde zugegeben. Der pH-Wert wird hierbei mit NaOH konstant gehalten. Nach Ende der Dosierung der FeCl_3 -Lösung wird die Pigmentsuspension über eine Saugnutsche filtriert. Mit VE-Wasser werden Salzurückstände ausgewaschen. Es folgt die Trocknung über Nacht bei 110°C . Anschließend wird das Pigment für 30 Minuten bei 650°C geglüht.

Beispiel 2

[0099] 200 g Glasplättchen (mit einer Zusammensetzung wie in oben stehender Tabelle 1 unter Glas A beschrieben, einer mittleren Flakedicke von 850 nm und einem D_{50} -Wert laut Malvern Mastersizer 2000 von ca. 80 μm ; Hersteller: Merck KGaA) werden in 2000 ml VE-Wasser suspendiert und unter Rühren auf 70°C erhitzt. Der pH-Wert wird auf 9,0 eingestellt. Es werden nun innerhalb einer Stunde 50 g Natronwasserglas-Lösung ($w_{(\text{SiO}_2)} = 0,2$) zudosiert. Hierbei wird der pH-Wert durch Zugabe von Salzsäure konstant bei 9,0 gehalten. Der pH-Wert wird nun mit Salzsäure auf 2,0 eingestellt. Nachfolgend werden 28 g einer AlCl_3 -Lösung ($w_{(\text{AlCl}_3)} = 0,29$) innerhalb 10 Minuten zugegeben. Als nächstes erfolgt innerhalb einer Stunde die Zugabe von 150 ml einer SnCl_4 -Lösung ($w_{(\text{SnCl}_4)} = 0,02$) und ($w_{(\text{HCl})} = 0,04$). Der pH-Wert wird mit Natronlauge konstant bei 2,0 gehalten. Nach Beendigung der Dosierung der SnCl_4 -Lösung wird der pH-Wert mit Salzsäure auf 1,6 eingestellt, und die Temperatur der Suspension wird auf 85°C erhöht. Nun beginnt die Zugabe von ca. 200 ml TiOCl_2 -Lösung ($w_{(\text{TiCl}_4)} = 400$ g/l). Die Dosierung wird beim Erreichen des gewünschten koloristischen Endpunkts unterbrochen. Der pH-Wert wird hierbei mit Natronlauge konstant gehalten und anschließend auf 3,2 eingestellt. Im nächsten Schritt werden innerhalb von 60 Minuten 50 g einer FeCl_3 -Lösung ($w_{(\text{Fe})} = 0,10$) zugesetzt. Der pH-Wert wird hierbei mit NaOH konstant gehalten und nach Ende der Dosierung der FeCl_3 -Lösung auf 9,0 eingestellt. Bei diesem pH-Wert erfolgt die Zugabe von 160 g Natronwasserglas-Lösung ($w_{(\text{SiO}_2)} = 0,2$). Der pH-Wert wird mit Salzsäure konstant bei 9,0 gehalten. Der pH-Wert wird nun mit Salzsäure auf 2,0 eingestellt. Als nächstes erfolgt innerhalb einer Stunde die Zugabe von 150 ml SnCl_4 -Lösung ($w_{(\text{SnCl}_4)} = 0,02$ und $w_{(\text{HCl})} = 0,04$). Der pH-Wert wird mit Natronlauge konstant bei 2,0 gehalten. Nach Beendigung der Dosierung der SnCl_4 -Lösung wird der pH-Wert mit Salzsäure auf 1,6 eingestellt. Danach erfolgt innerhalb von ca. 3 Stunden die Zugabe von 200 ml TiOCl_2 -Lösung ($w_{(\text{TiCl}_4)} = 400$ g/l). Die Dosierung wird beim Erreichen des gewünschten koloristischen Endpunkts unterbrochen. Der pH-Wert wird hierbei mit Natronlauge konstant gehalten und anschließend auf 3,2 eingestellt. Im letzten Schritt werden 50 g FeCl_3 -Lösung ($w_{(\text{Fe})} = 0,10$) innerhalb einer Stunde zugegeben. Der pH-Wert wird hierbei mit NaOH konstant gehalten. Nach Ende der Dosierung der FeCl_3 -Lösung wird die Pigmentsuspension über eine Saugnutsche filtriert. Mit VE-Wasser werden Salzurückstände ausgewaschen. Es folgt die Trocknung über Nacht bei 110°C . Anschließend wird das Pigment 30 Minuten bei 650°C geglüht.

Beispiel 3

[0100] 200 g Glasplättchen (mit einer Zusammensetzung wie in oben stehender Tabelle 1 unter Glas A beschrieben, einer mittleren Flakedicke von 850 nm und einem D_{50} -Wert laut Malvern Mastersizer 2000 von ca. 80 μm ; Hersteller: Merck KGaA) werden in 2000 ml VE-Wasser suspendiert und unter Rühren auf 70°C erhitzt. Der pH-Wert wird auf 9,0 eingestellt. Es werden nun innerhalb von vier Stunden 200 g Natronwasserglas-Lösung ($w_{(\text{SiO}_2)} = 0,2$) zudosiert. Hierbei wird der pH-Wert durch Zugabe von Salzsäure konstant bei 9,0 gehalten. Der pH-Wert wird nun mit Salzsäure auf 2,0 eingestellt. Als nächstes erfolgt innerhalb einer Stunde die Zugabe von 150 ml einer SnCl_4 -Lösung ($w_{(\text{SnCl}_4)} = 0,02$ und $w_{(\text{HCl})} = 0,04$). Der pH-Wert wird mit Natronlauge konstant bei 2,0 gehalten. Nach Beendigung der Dosierung der SnCl_4 -Lösung wird der pH-Wert mit Salzsäure auf 1,6 eingestellt, und die Temperatur der Suspension wird auf 85°C erhöht. Nun beginnt die Zugabe von ca. 200 ml TiOCl_2 -Lösung ($w_{(\text{TiCl}_4)} = 400$ g/l). Die Dosierung wird beim Erreichen des gewünschten koloristischen Endpunkts unterbrochen. Der pH-Wert wird hierbei mit Natronlauge konstant gehalten und anschließend auf 3,2 eingestellt. Im nächsten Schritt werden innerhalb von 60 Minuten 50 g einer FeCl_3 -Lösung ($w_{(\text{Fe})} = 0,10$) zugesetzt. Der pH-Wert wird hierbei mit NaOH konstant gehalten und nach Ende der Dosierung der FeCl_3 -L

sung auf 9,0 eingestellt. Bei diesem pH-Wert erfolgt die Zugabe von 160 g Natronwasserglas-Lösung ($w_{(\text{SiO}_2)} = 0,2$). Der pH-Wert wird mit Salzsäure konstant bei 9,0 gehalten. Der pH-Wert wird nun mit Salzsäure auf 2,0 eingestellt. Als nächstes erfolgt innerhalb einer Stunde die Zugabe von 150 ml SnCl_4 -Lösung ($w_{(\text{SnCl}_4)} = 0,02$ und $w_{(\text{HCl})} = 0,04$). Der pH-Wert wird mit Natronlauge konstant bei 2,0 gehalten. Nach Beendigung der Dosierung der SnCl_4 -Lösung wird der pH-Wert mit Salzsäure auf 1,6 eingestellt. Danach erfolgt innerhalb von ca. 3 Stunden die Zugabe von 200 ml TiOCl_2 -Lösung ($w_{(\text{TiCl}_4)} = 400$ g/l). Die Dosierung wird beim Erreichen des gewünschten koloristischen Endpunkts unterbrochen. Der pH-Wert wird hierbei mit Natronlauge konstant gehalten und anschließend auf 3,2 eingestellt. Im letzten Schritt werden 50 g FeCl_3 -Lösung ($w_{(\text{Fe})} = 0,10$) innerhalb einer Stunde zugegeben. Der pH-Wert wird hierbei mit NaOH konstant gehalten. Nach Ende der Dosierung der FeCl_3 -Lösung wird die Pigmentsuspension über eine Saugnutsche filtriert. Mit VE-Wasser werden Salzurückstände ausgewaschen. Es folgt die Trocknung über Nacht bei 110°C. Anschließend wird das Pigment 30 Minuten bei 650°C geblüht.

Beispiel 4

[0101] 200 g Glasplättchen (mit einer Zusammensetzung wie in oben stehender Tabelle 2 unter Glas C beschrieben, einer mittleren Flakedicke von 850 nm und einem D_{50} -Wert laut Malvern Mastersizer 2000 von ca. 80 μm ; Hersteller: Merck KGaA) werden in 2000 ml VE-Wasser suspendiert und unter Rühren auf 70°C erhitzt. Der pH-Wert wird auf 9,0 eingestellt. Es werden nun innerhalb einer Stunde 50 g Natronwasserglas-Lösung ($w_{(\text{SiO}_2)} = 0,2$) zudosiert. Hierbei wird der pH-Wert durch Zugabe von Salzsäure konstant bei 9,0 gehalten. Der pH-Wert wird nun mit Salzsäure auf 2,0 eingestellt. Als nächstes erfolgt innerhalb einer Stunde die Zugabe von 150 ml einer SnCl_4 -Lösung ($w_{(\text{SnCl}_4)} = 0,02$ und $w_{(\text{HCl})} = 0,04$). Der pH-Wert wird mit Natronlauge konstant bei 2,0 gehalten. Nach Beendigung der Dosierung der SnCl_4 -Lösung wird der pH-Wert mit Salzsäure auf 1,6 eingestellt, und die Temperatur der Suspension wird auf 85°C erhöht. Nun beginnt die Zugabe von ca. 200 ml TiOCl_2 -Lösung ($w_{(\text{TiCl}_4)} = 400$ g/l). Die Dosierung wird beim Erreichen des gewünschten koloristischen Endpunkts unterbrochen. Der pH-Wert wird hierbei mit Natronlauge konstant gehalten und anschließend auf 3,2 eingestellt. Im nächsten Schritt werden innerhalb von 60 Minuten 50 g einer FeCl_3 -Lösung ($w_{(\text{Fe})} = 0,10$) zugesetzt. Der pH-Wert wird hierbei mit NaOH konstant gehalten und nach Ende der Dosierung der FeCl_3 -Lösung auf 9,0 eingestellt. Bei diesem pH-Wert erfolgt die Zugabe von 160 g Natronwasserglas-Lösung ($w_{(\text{SiO}_2)} = 0,2$). Der pH-Wert wird mit Salzsäure konstant bei 9,0 gehalten. Der pH-Wert wird nun mit Salzsäure auf 2,0 eingestellt. Als nächstes erfolgt innerhalb einer Stunde die Zugabe von 150 ml SnCl_4 -Lösung ($w_{(\text{SnCl}_4)} = 0,02$ und $w_{(\text{HCl})} = 0,04$). Der pH-Wert wird mit Natronlauge konstant bei 2,0 gehalten. Nach Beendigung der Dosierung der SnCl_4 -Lösung wird der pH-Wert mit Salzsäure auf 1,6 eingestellt. Danach erfolgt innerhalb von ca. 3 Stunden die Zugabe von 200 ml TiOCl_2 -Lösung ($w_{(\text{TiCl}_4)} = 400$ g/l). Die Dosierung wird beim Erreichen des gewünschten koloristischen Endpunkts unterbrochen. Der pH-Wert wird hierbei mit Natronlauge konstant gehalten und anschließend auf 3,2 eingestellt. Im letzten Schritt werden 50 g FeCl_3 -Lösung ($w_{(\text{Fe})} = 0,10$) innerhalb einer Stunde zugegeben. Der pH-Wert wird hierbei mit NaOH konstant gehalten. Nach Ende der Dosierung der FeCl_3 -Lösung wird die Pigmentsuspension über eine Saugnutsche filtriert. Mit VE-Wasser werden Salzurückstände ausgewaschen. Es folgt die Trocknung über Nacht bei 110°C. Anschließend wird das Pigment für 30 Minuten bei 650°C geblüht.

Anwendungsbeispiele

Beispiel A1: Duschgel

Rohstoff		INCI	[%]
A			
Ronastar® Golden Sparks	(1)	CALCIUM ALUMINUM BOROSILICATE, SILICA, CI 77891 (TITANIUM DIOXIDE), TIN OXIDE	0,05
Pigment nach Beispiel 1	(1)		0,10
Keltrol CG-SFT	(2)	XANTHAN GUM	1,10
Wasser, demineralisiert		WATER, AQUA (WATER)	54,90
B			
Plantacare 2000 UP	(3)	DECYL GLUCOSIDE	20,00
Texapon ASV 50	(3)	SODIUM LAURETH SULFATE, SODIUM	3,60

		LAURETH-8, SULFATE, MAGNESIUM	
		LAURETH SULFATE, MAGNESIUM	
		LAURETH-8 SULFATE, SODIUM OLETH,	
		SULFATE, MAGNESIUM OLETH	
		SULFATE	
Bronidox L	(3)	PROPYLENE GLYCOL	0,30
		5-BROMO-5-NITRO-1, 3-DIOXANE	
Frag 280851 Fruit Cocktail	(4)	PARFUM	0,20
0,1% Sicovit Chinolingelb	(5)	AQUA (WATER), WATER, CI 47005	8,30
70 E 104 in Wasser		(ACID YELLOW 3), ACID YELLOW 3	
0,1% Dragocolor Edelblau	(6)	AQUA (WATER), WATER, CI 42090	1,30
in Wasser		(FD&C BLUE NO. 1), FD&C BLUE NO. 1	
C			
Citronensäure Monohydrat	(1)	CITRIC ACID	0,15
Wasser, demineralisiert		WATER, AQUA (WATER)	10,00

Herstellung:

[0102] Phase A: Wasser im Kessel vorlegen und das Pigment einrühren. Keltrol CG-SFT unter Rühren langsam einstreuen und rühren bis es vollständig gelöst ist (nicht homogenisieren). Die Bestandteile der Phase B einzeln zur Phase A zufügen. Citronensäure Monohydrat in Wasser lösen und zum Ansatz geben und langsam rühren bis alles homogen verteilt ist. Den pH-Wert unter Zugabe von Citronensäure (nach Bedarf) auf 6,0–6,5 einstellen.

Bezugsquellen:

- (1) Merck KGaA/Rona®
- (2) C. P. Kelco
- (3) Cognis GmbH
- (4) Drom
- (5) BASF AG
- (6) Symrise

[0103]

Beispiel A2: Lidschatten

Rohstoff		INCI	[%]
A			
Pigment nach Beispiel 3	(1)		25,00
Timiron® Splendid Gold	(1)	CI 77891(TITANIUM DIOXIDE), MI- CA, SILICA	5,00
Talkum	(1)	TALC	49,50
Kartoffelstärke	(2)	POTATO STARCH, SOLANUM TUBEROSUM (POTATO STARCH)	7,50
Magnesiumstearat	(1)	MAGNESIUM STEARATE	2,50
B			
Isopropylstearat	(3)	ISOPROPYL STEARATE	9,34
Cetylpalmitat	(1)	CETYL PALMITATE	0,53

Ewalin 1751	(4)	PETROLATUM	0,53
Parfümöl Elegance + 79228 D MF	(5)	PARFUM	0,20
Propyl-4-hydroxybenzoat	(1)	PROPYLPARABEN	0,10

Herstellung:

[0104] Bestandteile der Phase A zusammen geben und vormischen.

[0105] Anschließend die Pudermischung unter Rühren tropfenweise mit der geschmolzenen Phase B versetzen. Die Puder werden in Puderpfannen mit großem Durchmesser gefüllt und bei 80 bar verpreßt.

Bezugsquellen:

- (1) Merck KGaA/Rona®
- (2) Suedstaerke GmbH
- (3) Cognis GmbH
- (4) H. Erhard Wagner GmbH
- (5) Symrise

[0106]

Beispiel A3: Tagescreme (O/W)

Rohstoff		INCI	[%]
A			
Ronasphe® LDP	(1)	SILICA, CI 77891 (TITANIUM DIOXIDE), CI 77491 (IRON OXIDES)	5,00
Pigment nach Beispiel 2	(1)		0,10
Veegum HV	(2)	MAGNESIUM ALUMINUM SILICATE	1,00
Karion F flüssig	(1)	SORBITOL	3,00
Methyl-4-hydroxybenzoat	(1)	METHYLPARABEN	0,18
Wasser, demineralisiert		AQUA (WATER)	56,34
B			
Arlacel 165 VP	(3)	GLYCERYL STEARATE, PEG-100 STEARATE	5,00
Lanette O	(4)	CETEARYL ALCOHOL	1,50
Miglyol 812 N	(5)	CAPRYLIC/CAPRIC TRIGLYCERIDE	7,00
Sheabutter fest	(6)	BUTYROSPERMUM PARKII (SHEA BUTTER)	2,00
Cetiol SN	(4)	CETEARYL ISONONANOATE	7,00
Eutanol G	(4)	OCTYLDODECANOL	7,50
Emulgade PL 68/50	(4)	CETEARYL ALCOHOL, CETEARYL GLUCOSIDE	2,00
Propyl-4-hydroxybenzoat	(1)	PROPYLPARABEN	0,08
C			
Parfümöl 200 530	(7)	PARFUM	0,20
Dow Corning 345	(8)	CYCLOMETHICONE	2,00

Euxyl K400	(9)	PHENOXYETHANOL, METHYL-DIBROMO, GLUTARONITRILE	0,10
Citronensäure Monohydrat	(1)	CITRIC ACID	0,00

Herstellung:

[0107] Phase B erwärmen bis die Lösung klar ist. Veegum im Wasser der Phase A dispergieren, restliche Rohstoffe zugeben, auf 80°C erhitzen und Phase B zugeben. Phase A/B homogenisieren. Unter Rühren auf 40°C abkühlen und Phase C zugeben. Auf Raumtemperatur abkühlen und pH 6,0 einstellen.

Bezugsquellen:

- (1) Merck KGaA/Rona®
- (2) Vanderbilt
- (3) Uniqema
- (4) Cognis GmbH
- (5) Sasol Germany GmbH
- (6) H. Erhard Wagner GmbH
- (7) Fragrance Resources
- (8) Dow Corning
- (9) Schülke & Mayr GmbH

[0108]

Beispiel A4: Sparkling Body Cream (OW)

Rohstoff		INCI	[%]
A			
Ronastar® Golden	(1)	CALCIUM ALUMINUM BOROSILICATE,	1,00
Sparks		SILICA, CI 77891(TITANIUM DIOXIDE), TIN OXIDE	
Pigment nach Beispiel 1	(1)		1,00
Wasser, demineralisiert		WATER, AQUA (WATER)	40,60
Carbopol Ultrez 21	(2)	ACRYLATES/C10-30 ALKYL ACRYLATE CROSSPOLYMER	0,60
Citronensäure Monohydrat	(1)	CITRIC ACID	0,00
B			
Wasser, demineralisiert		WATER, AQUA (WATER)	26,35
1,2-Propandiol	(1)	PROPYLENE GLYCOL	3,00
RonaCare® Allantoin	(1)	ALLANTOIN	0,20
C			
Paraffin flüssig	(1)	PARAFFINUM LIQUIDUM (MINERAL OIL), MINERAL OIL	10,00
Cetiol V	(3)	DECYL OLEATE	6,00
Hostaphat KL 340 D	(4)	TRILAURETH-4 PHOSPHATE	3,00

Cetylalkohol	(1)	CETYL ALCOHOL	2,00
Phenonip	(5)	PHENOXYETHANOL, BUTYLPARABEN, ETHYLPARABEN, PROPYLPARABEN, METHYLPARABEN	0,50
D			
Wasser, demineralisiert		WATER, AQUA (WATER)	3,50
Triethanolamin		TRIETHANOLAMINE	0,35
E			
Germall 115	(6)	IMIDAZOLIDINYL UREA	0,30
Parfümöl Vogue	(7)	PARFUM	0,10
Wasser, demineralisiert		WATER, AQUA (WATER)	1,50

Herstellung:

[0109] Das Perlglanzpigment im Wasser der Phase A dispergieren. Eventuell mit einigen Tropfen Citronensäure ansäuern, um die Viskosität zu vermindern. Carbopol unter Rühren einstreuen. Nach vollständiger Lösung die vorgelöste Phase B langsam einrühren. Phase A/B und Phase C auf 80°C erhitzen, Phase C in Phase A/B einrühren, homogenisieren mit Phase D neutralisieren, nochmals homogenisieren und unter Rühren abkühlen. Bei 40°C im Wasser der Phase E Germall 115 lösen, unter Rühren hinzugeben. Danach Parfümöl zugeben und unter Rühren auf Raumtemperatur abkühlen.

Bezugsquellen:

- (1) Merck KGaA/Rona®
- (2) Noveon
- (3) Cognis GmbH
- (4) Clariant GmbH
- (5) Nipa Laboratorien GmbH
- (6) ISP Global Technologies
- (7) Drom

[0110]

Beispiel A5: Creamy Eye Shadow

Rohstoff		INCI	[%]
A			
Pigment nach Beispiel 3	(1)		20,00
Micronasphere® M	(1)	MICA, SILICA	6,00
Unipure Green LC 789	(2)	CI 77289 (CHROMIUM HYDROXIDE GREEN)	4,00
B			
Crodamol PMP	(3)	PPG-2 MYRISTYL ETHER PROPIONATE	37,80
Syncrowax HGLC	(3)	C18-36 ACID TRIGLYCERIDE	10,00
Syncrowax HRC	(3)	TRIBEHENIN	3,00
Miglyol 812 N	(4)	CAPRYLIC/CAPRIC TRIGLYCERIDE	14,00
Stearinsäure	(1)	STEARIC ACID	3,00
Antaron V-216	(5)	PVP/HEXADECENE COPOLYMER	2,00

Oxynex® K flüssig	(1)	PEG-8, TOCOPHEROL, ASCORBYL PALMITATE, ASCORBIC ACID, CI- TRIC ACID	0,10
Propyl-4-hydroxybenzoat	(1)	PROPYLPARABEN	0,10

Herstellung:

[0111] Phase B auf ca. 80°C erhitzen bis alles geschmolzen ist und auf 65°C abkühlen. Unter Rühren werden nun das Perlglanzpigment, Micronasphere und das vermahlene Chromoxid der Phase A zugegeben. Der Lid-schatten wird bei 65°C abgefüllt.

Bezugsquellen:

- (1) Merck KGaA/Rona®
- (2) Les Colorants Wackherr
- (3) Croda GmbH
- (4) Sasol Germany GmbH
- (5) ISP Global Technologies

[0112]

Beispiel A6: Hair Styling Gel

Rohstoff		INCI	[%]
A			
Ronastar® Golden Sparks	(1)	CALCIUM ALUMINUM BOROSILICA- TE, CI 77891 (TITANIUM DIOXIDE), SILI- CA, TIN OXIDE	2,55
Pigment nach Beispiel 2	(1)		0,10
Carbopol Ultrez 21	(2)	ACRYLATES/C10-30 ALKYL ACRYLATE CROSSPOLYMER	0,90
Wasser, demineralisiert		WATER, AQUA (WATER)	50,35
B			
Luviskol K 30 Pulver	(3)	PVP	2,00
Germaben II	(4)	PROPYLENE GLYCOL, DIA- ZOLIDINYL UREA, METHYLPARABEN, PROPYLPARABEN	1,00
Triethanolamin reinst	(1)	TRIETHANOLAMINE	2,16
Wasser, demineralisiert		WATER, AQUA (WATER)	40,94

Herstellung:

[0113] Die Perlglanzpigmente im Wasser der Phase A dispergieren und das Carbopol unter Rühren einstreuen. Nach vollständiger Lösung die vorgelöste Phase B langsam einrühren.

Bezugsquellen:

- (1) Merck KGaA/Rona®
- (2) Noveon
- (3) BASF AG
- (4) ISP Global Technologies

[0114]

Beispiel A7: Shampoo

Rohstoff		INCI	[%]
A			
Pigment nach Beispiel 1	(1)		0,20
Carbopol ETD 2020	(2)	ACRYLATES/C10-30 ALKYL ACRYLATE CROSSPOLYMER	0,90
Wasser, demineralisiert		AQUA (WATER)	63,40
B			
Triethanolamin reinst	(1)	TRIETHANOLAMINE	0,90
Wasser, demineralisiert		AQUA (WATER)	10,00
C			
Plantacare 2000 UP	(3)	DECYL GLUCOSIDE	20,00
Texapon ASV 50	(3)	SODIUM LAURETH SULFATE, SO- DIUM LAURETH-8 SULFATE, MAGNESIUM LAURETH SULFATE, MAGNESIUM LAURETH-8 SULFATE, SODIUM OLETH SULFATE, MAGNESIUM OLETH SULFATE	4,35
Bronidox L	(3)	PROPYLENE GLYCOL, 5-BROMO-5- NITRO-1,3-DIOXANE	0,20
Parfümöl 200 524	(4)	PARFUM	0,05
Farbstofflösung (q. s.)			0,00

Herstellung:

[0115] Für Phase A das Pigment in das Wasser einrühren. Mit einigen Tropfen Citronensäure (10%ig) ansäuern um die Viskosität zu vermindern und das Carbopol unter Rühren langsam einstreuen. Nach vollständiger Lösung langsam Phase B zugeben. Nacheinander werden nun die Bestandteile der Phase C zugegeben. Den pH-Wert auf 6,0–6,5 einstellen.

Bezugsquellen:

- (1) Merck KGaA/Rona®
- (2) Noveon
- (3) Cognis GmbH
- (4) Fragrance Resources

[0116]

Beispiel A8: Shimmering Body Powder

Rohstoff		INCI	[%]
A			
Pigment nach Beispiel 1	(1)		10,00
B			
Microna® Matte Red	(1)	CI 77491 (IRON OXIDES), MICA	1,00
Microna® Matte Yellow	(1)	MICA, CI 77492 (IRON OXIDES)	1,00
Ronasphere® LDP	(1)	SILICA, CI 77891 (TITANIUM DIOXIDE), CI 77491 (IRON OXIDES)	4,00
Talkum	(1)	TALC	25,00
Glassflake Plättchen	(1)	CALCIUM ALUMINUM BOROSILICATE	15,00
Weißer Ton	(1)	KAOLIN	14,70
Mica M	(1)	MICA	15,00
Silk Mica	(1)	MICA	9,50
Propyl-4-hydroxybenzoat	(1)	PROPYLPARABEN	0,30
C			
Cetiol SQ	(2)	SQUALANE	2,00
Miglyol 812 N	(3)	CAPRYLIC/CAPRIC TRIGLYCERIDE	2,00
RonaCare®	(1)	TOCOPHERYL ACETATE	0,20
Tocopherolacetat			
Parfum	(4)	PARFUM	0,30

Herstellung:

[0117] Alle Bestandteile der Phase B zusammen einwiegen und einem Mixer homogen vermahlen. Anschließend Phase C zugeben und weiter mixen, dann Phase A zufügen und kurz vermahlen, bis das Perlglanzpigment gleichmäßig verteilt ist.

Bezugsquellen:

- (1) Merck KGaA/Rona®
- (2) Cognis GmbH
- (3) Sasol Germany GmbH
- (4) Symrise

[0118]

Beispiel A9: Long Lasting Lipgloss

Rohstoff		INCI	[%]
A			
Pigment nach Beispiel 1	(1)		4,00
Ronastar® Golden Sparks	(1)	CALCIUM ALUMINUM BOROSILICATE, SILICA, CI 77891 (TITANIUM DIOXIDE), TIN OXIDE	6,00
B			

Indopol H 100	(2)	POLYBUTENE	30,00
Jojoba Glaze LV	(3)	SIMMONDSIA CHINENSIS (JO-JOBA), JOJOBA, SEED OIL, ETHYLENE/PROPYLENE/STYRENE COPOLYMER, BUTYLENE/ETHYLENE/STYRENE COPOLYMER	20,00
Jojoba Glaze HV	(3)	SIMMONDSIA CHINENSIS (JO-JOBA), JOJOBA, SEED OIL, ETHYLENE/PROPYLENE/STYRENE COPOLYMER, BUTYLENE/ETHYLENE/STYRENE COPOLYMER	10,00
Rizinusöl	(4)	CASTOR OIL, RICINUS COMMUNIS (CASTOR OIL)	23,15
Bienenwachs gebleicht	(1)	BEESWAX, CERA ALBA (BEESWAX)	4,00
Propyl-4-hydroxybenzoat	(1)	PROPYLPARABEN	0,10
Oxynex® K flüssig	(1)	PEG-8, TOCOPHEROL, ASCORBYL PALMITATE, ASCORBIC ACID, CI- TRIC ACID	0,05
Jaune Covapate W 1761	(5)	RICINUS COMMUNIS (CASTOR OIL), CI 19140 (FD&C YELLOW No. 5 ALUMINUM LAKE)	1,00
C			
Neosil CT11	(6)	SILICA	1,50
Fragrance Tendresse 75418C	(7)	PARFUM	0,20

Herstellung:

[0119] Alle Bestandteile der Phase B werden zusammen eingewogen, auf 80°C erhitzt und gut durchgerührt. Die Pigmente der Phase A unterrühren, das Neosil unter Rühren einstreuen und zum Schluß das Parfüm zugeben. Die homogene Mischung in Container abfüllen.

Bezugsquellen:

- (1) Merck KGaA/Rona®
- (2) BP Lavera Sud
- (3) Desert Whale
- (4) Henry Lamotte GmbH
- (5) Les Colorants Wackherr
- (6) Ineos Silicas Limited
- (7) Symrise

[0120]

Beispiel A10: Nagellack

Rohstoff	INCI	[%]
Pigment nach Beispiel 1	(1)	1,75
Ronastar® Golden Sparks	(1) CALCIUM ALUMINUM BOROSILICATE, SILICA, CI 77891 (TITANIUM DIOXIDE), TIN OXIDE	0,25
Thixotrope Nagellack-Base 155	(2) BUTYL ACETATE, ETHYL ACETATE, NITROCELLULOSE, ACETYL TRIBUTYL CITRATE, PHTHALIC ANHYDRIDE/TRIMELLITIC ANHYDRIDE/GLYCOLS COPOLYMER, ISOPROPYL ALCOHOL, STEARALKONIUM HECTORITE, ADIPIC ACID/FUMARIC ACID/PHTHALIC ACID/TRICYCLODECANE DIMETHANOL COPOLYMER, CITRIC ACID	98,00

Herstellung:

[0121] Die Pigmente werden zusammen mit der Lackbase eingewogen, gut mit einem Spatel von Hand vermischt und anschließend 10 min bei 1000 Upm gerührt.

Bezugsquellen:

- (1) Merck KGaA/Rona®
- (2) Durlin/Bergerac NC

[0122]

Beispiel A11: Volume Mascara (O/W)

Rohstoff	INCI	[%]
A		
Mica Black	(1) CI 77499 (IRON OXIDES), MICA, CI 77891 (TITANIUM DIOXIDE)	5,00
Colorona® Red Brown	(1) MICA, CI 77491 (IRON OXIDES), CI 77891 (TITANIUM DIOXIDE)	3,00
Pigment nach Beispiel 2	(1)	2,00
Satin Mica	(1) MICA	2,00
B		
Dermacryl 79	(2) ACRYLATES/OCTYLACRYLAMIDE COPOLYMER	3,50
Bienenwachs gebleicht	(1) BEESWAX, CERA ALBA (BEESWAX)	3,00
Syncrowax HRC	(3) TRIBEHENIN	3,50
Stearinsäure	(1) STEARIC ACID	5,00
Tegin M	(4) GLYCERYL STEARATE	3,50
Tegosoft CT	(4) CAPRYLIC/CAPRIC TRIGLYCERIDE	2,50

Dow Corning 556	(5)	PHENYL TRIMETHICONE	2,00
RonaCare®	(1)	TOCOPHERYL ACETATE	0,50
Tocopherolacetat			
Phenonip	(6)	PHENOXYETHANOL, BUTYLPARABEN, ETHYLPARABEN, PROPYLPARABEN, METHYLPARA- BEN	0,80
C			
Wasser, demineralisiert		WATER, AQUA (WATER)	59,15
AMP Ultra PC 1000	(7)	AMINOMETHYL PROPANOL	1,25
1,3-Butandiol	(1)	BUTYLENE GLYCOL	1,00
RonaCare® Biotin Plus	(1)	UREA, DISODIUM PHOSPHATE, BIOTIN, CITRIC ACID	0,50
D			
Germall 115	(8)	IMIDAZOLIDINYL UREA	0,30
Wasser, demineralisiert		WATER, AQUA (WATER)	1,50

Herstellung:

[0123] Alle Bestandteile der Phase B außer Demacryl 79 zusammen bei ca. 85°C aufschmelzen, unter rühren Demacryl 79 zugeben und 20 min rühren lassen bis alles homogen verteilt ist. Die Bestandteile der Phase C auf ca 85°C erhitzen. Die Perlglanzpigmente der Phase A in Phase C einrühren.

[0124] Phase C zu Phase B geben, weiter rühren und 1 min mit dem Ultra-Turrax T25 bei 8000 upm homogenisieren. Unter rühren abkühlen lassen und bei 40°C Phase D zufügen.

Bezugsquellen:

- (1) Merck KGaA/Rona®
- (2) National Starch & Chemical
- (3) Croda GmbH
- (4) Degussa-Goldschmidt AG
- (5) Dow Corning
- (6) Nipa Laboratorien GmbH
- (7) Angus Chemie GmbH
- (8) ISP Global Technologies

[0125]

Beispiel A12: Getönte Tagescreme mit UV-Schutz (O/W)

Rohstoff		INCI	[%]
A			
Eusolex® 2292	(1)	ETHYLHEXYL METHOXYCINNAMA- TE, BHT	3,00
Eusolex® 4360	(1)	BENZOPHENONE-3	3,00
Arlacel 165 VP	(2)	GLYCERYL STEARATE, PEG-100 STEARATE	5,00
Eusolex® HMS	(1)	HOMOSALATE	5,00
Arlacel 165 VP	(2)	GLYCERYL STEARATE, PEG-100	3,00

		INCI	
		STEARATE	
Montanov 68	(3)	CETEARYL ALCOHOL, CETEARYL GLUCOSIDE	3,00
Dow Corning 345	(4)	CYCLOMETHICONE	0,50
Eutanol G	(5)	OCTYLDODECANOL	2,00
Propyl-4-hydroxybenzoat B	(1)	PROPYLPARABEN	0,05
Eusolex® T-2000	(1)	TITANIUM DIOXIDE, ALUMINA, SIMETHICONE	3,00
Extender W	(1)	MICA, CI 77891 (TITANIUM DIOXIDE)	4,00
Microna® Matte Yellow	(1)	MICA, CI 77492 (IRON OXIDES)	2,00
Microna® Matte Orange	(1)	MICA, CI 77491 (IRON OXIDES)	0,20
Microna® Matte Red	(1)	CI 77491 (IRON OXIDES), MICA	0,20
Microna® Matte Black	(1)	CI 77499 (IRON OXIDES), MICA	0,20
Pigment nach Beispiel 2	(1)		2,00
Karion FP, flüssig	(1)	SORBITOL	5,00
RonaCare® Allantoin	(1)	ALLANTOIN	0,50
Keltrol T	(6)	XANTHAN GUM	0,20
Chemag 2000	(7)	IMIDAZOLIDINYL UREA	0,30
Euxyl K 400	(8)	PHENOXYETHANOL, METHYLDIBROMO GLUTARONITRILE	0,10
Methyl-4-hydroxybenzoat	(1)	METHYLPARABEN	0,15
Wasser, demineralisiert		AQUA (WATER)	57,60

Herstellung:

[0126] Alle Bestandteile außer Keltrol T im Wasser von Phase B dispergieren. Das Keltrol unter Rühren in Phase B einstreuen und nach 15 Minuten auf 80°C erhitzen. Phase A auf 75°C erhitzen. Langsam Phase B in Phase A einrühren und homogenisieren. Unter Rühren abkühlen.

Bezugsquellen:

- (1) Merck KGaA/Rona®
- (2) Uniqema
- (3) Seppic
- (4) Dow Corning
- (5) Cognis GmbH
- (6) C. P. Kelco
- (7) Chemag AG
- (8) Schülke & Mayr GmbH

[0127]

Beispiel A13: Cream conditioner

Rohstoff		INCI	
A			
Water		Aqua (water)	79.7
Pigment nach Beispiel 2	(1)		0.50

Luviquat Hold	(2)	Polyquaternium-46	5.00
Luviquat PQ 11	(2)	Polyquaternium-11	2.00
1,3-Butandiol	(1)	Butylene Glycol	3.00
B			
Cremonophor A 6	(2)	Ceteareth-6 and Stearyl Alcohol	3.00
Ammonyx 4	(2)	Stearalkonium Chloride	3.00
Lanette Wax O	(3)	Cetearyl Alcohol	2.00
Eusolex 2292	(1)	Octyl Methoxycinnamate	0.10
C			
RonaCare® Tocopherol acetate	(1)	Tocopheryl acetate	0.50
RonaCare® Bisabolol nat.	(1)	Bisabolol	0.10
Parfum		Parfum	0.10
Germaben II	(4)	Propylene glycol, Diazolidinyl urea, Methylparaben, Propylparaben	1.00

Herstellung:

[0128] Die Pigmente in Wasser der Phase A dispergieren und die restlichen Rohstoffe zugeben. Nach jeder Zugabe durchrühren und anschließend auf 75°C erhitzen. Die Rohstoffe der Phase B mischen, auf 75–80°C erhitzen und zu Phase A dazugeben. Mischen bis eine homogene Verteilung vorliegt. Phase C bei 45°C zugeben.

Bezugsquellen:

- (1) Merck KGaA/Rona®
- (2) BASF AG
- (3) Cognis GmbH
- (4) ISP Global Technologies

[0129]

Beispiel A14: Herstellung von Hartkaramellen

Rohstoff			%
Zucker	(3)		41,0
Water		Aqua (Water)	17,118
Gluckosesirup	(2)	C* Sweet	41,0
Pigment nach Beispiel 1	(1)	(0,1% bezogen auf die Gießmasse)	0,082
E 104 1:100 verd.	(4)	Sikovit	0,4
Aroma	(5)	Banane 9/030388	0,4

Bezugsquellen:

- (1) Fa. Merck KGaA
- (2) Fa. Cerestar, Krefeld
- (3) Fa. Südzucker
- (4) Fa. BASF, Ludwigshafen
- (5) Fa. Dragaco, Holzminden

[0130] Der Zucker wird mit dem Wasser auf 100°C erhitzt und danach mit Glucosesirup versetzt. Die Lösung wird anschließend auf 145°C erhitzt. Nach Zugabe des Goldpigments, der Farblösung und dem Aroma wird die Karamell-Lösung mit einem Gießtrichter in gefettete Formen gegossen. Zuletzt lässt man zwei Stunden abkühlen. Das Goldpigment kann sowohl mit dem Zucker vermischt werden als auch mit dem Glucosesirup vermischt zugegeben werden. Diese Variante enthält keine Säure, da hierdurch die Karamelisation zu stark würde.

Beispiel A15: Coating von Tabletten

a) Einwaage 1 kg weiße Tabletten $d = 8 \text{ mm}$, $G = 200 \text{ mg}$

Rohstoff			%
Sepifilm Lp 10	(3)	Gemisch aus Hydroxypropylmethylcellulose, Stearinsäure und mikrokristalliner Cellulose	6,0
Pigment nach Beispiel 2	(1)		5,0
Water		Aqua (Water)	89,0

Bezugsquellen:

(1) Fa. Merck KGaA

(2) Fa. Seppic

[0131]

Gesamtauftragsmenge: 200 g

[0132] Dies entspricht 1,2 mg Polymer/cm² Tablettenoberfläche

Herstellung der Film-Coating-Lösung:

- Das Goldpigment wird in Wasser eingerührt. Anschließend fügt man zusätzliche Farbstoffe hinzu. Schließlich streut man den Filmbildner (HPMC) in die Suspension ein. Durch die ansteigende Viskosität bedingt, muss auch die Rührgeschwindigkeit dementsprechend erhöht werden. Nach ca. 40–60 Minuten ist die HPMC vollständig gelöst und die Lösung kann nun auf die Tabletten aufgesprüht werden.
- Der Sprühauftrag erfolgt mittels gängigem Standard-Coating-Verfahren.

ZITATE ENHALTEN IN DER BESCHREIBUNG

Diese Liste der vom Anmelder aufgeführten Dokumente wurde automatisiert erzeugt und ist ausschließlich zur besseren Information des Lesers aufgenommen. Die Liste ist nicht Bestandteil der deutschen Patent- bzw. Gebrauchsmusteranmeldung. Das DPMA übernimmt keinerlei Haftung für etwaige Fehler oder Auslassungen.

Zitierte Patentliteratur

- US 4434010 [0003]
- JP 7-759 [0003]
- US 3438796 [0003]
- US 5135812 [0003]
- DE 4405494 [0003]
- DE 4437753 [0003]
- DE 19516181 [0003]
- DE 19515988 [0003]
- DE 19618565 [0003]
- DE 19746067 [0003]
- US 5433779 [0031]
- US 4038099 [0031]
- US 6626989 [0031]
- DE 2522572 C2 [0031]
- EP 0271767 B1 [0031]
- DE 1467468 [0047]
- DE 1959988 [0047]
- DE 2009566 [0047]
- DE 2214545 [0047]
- DE 2215191 [0047, 0052]
- DE 2244298 [0047]
- DE 2313331 [0047]
- DE 1522572 [0047]
- DE 3137808 [0047]
- DE 3137809 [0047]
- DE 3151343 [0047]
- DE 3151354 [0047]
- DE 3151355 [0047]
- DE 3211602 [0047]
- DE 3235017 [0047]
- EP 0045851 [0050]
- EP 0106235 [0050]
- DE 3151354 A [0052]
- DE 3235017 A [0052]
- DE 3334598 A [0052]
- EP 0090259 [0052]
- EP 0634459 [0052]
- WO 99/57204 [0052, 0052]
- WO 96/32446 [0052]
- US 5759255 [0052]
- US 5571851 [0052]
- WO 01/92425 [0052]
- EP 0671161 A [0075]
- DE 4308282 A [0087]

Zitierte Nicht-Patentliteratur

- G. Pfaff in High Performance Pigments, Wiley-VCH Verlag, Weinheim, 2002, Kap. 7, Special Effect Pigments [0002]
- EURO COSMETICS, 1999, Nr. 8, S. 284 [0003]
- J. J. Ponjeé, Philips Technical Review, Vol. 44, No. 3, 81 ff. [0052]
- P. H. Harding J. C. Berg, J. Adhesion Sci. Technol. Vol. 11 No. 4, S. 471–493 [0052]

Patentansprüche

1. Pigmente auf der Basis von beschichteten plättchenförmigen Substraten, **dadurch gekennzeichnet**, dass auf dem Substrat mindestens 8 Schichten [Schichten (A)–(H)] sind, wobei sich direkt auf der Oberfläche des Substrats eine SiO₂-Schicht (= Schicht A) befindet.

2. Pigmente nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass sich auf dem Substrat mindestens 6 Schichten befinden, die einen Brechungsindex $n \geq 1,8$ aufweisen.

3. Pigmente nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass sich auf dem Substrat

- (A) eine Schicht aus SiO₂,
- (B) eine farblose Beschichtung mit einem Brechungsindex $n \geq 1,8$
- (C) eine farblose Beschichtung mit einem Brechungsindex $n \geq 1,8$, wobei die Schicht (C) chemisch nicht identisch ist mit der Schicht (B),
- (D) eine farbige Beschichtung mit einem Brechungsindex $n \geq 1,8$
- (E) eine farblose Beschichtung mit einem Brechungsindex $n < 1,8$
- (F) eine farblose Beschichtung mit einem Brechungsindex $n \geq 1,8$
- (G) eine farblose Beschichtung mit einem Brechungsindex $n \geq 1,8$, wobei die Schicht (G) chemisch nicht identisch ist mit der Schicht (F),
- (H) eine farbige Beschichtung mit einem Brechungsindex $n \geq 1,8$

und optional

- (I) eine äußere Schutzschicht befindet.

4. Pigmente nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass sich auf dem Substrat

- (A) eine Schicht aus SiO₂,
- (A1) eine farblose Beschichtung mit einem Brechungsindex $n < 1,8$
- (B) eine farblose Beschichtung mit einem Brechungsindex $n \geq 1,8$
- (C) eine farblose Beschichtung mit einem Brechungsindex $n \geq 1,8$, wobei die Schicht (C) chemisch nicht identisch ist mit der Schicht (B),
- (D) eine farbige Beschichtung mit einem Brechungsindex $n \geq 1,8$
- (E) eine farblose Beschichtung mit einem Brechungsindex $n < 1,8$
- (F) eine farblose Beschichtung mit einem Brechungsindex $n \geq 1,8$
- (G) eine farblose Beschichtung mit einem Brechungsindex $n \geq 1,8$, wobei die Schicht (G) chemisch nicht identisch ist mit der Schicht (F),
- (H) eine farbige Beschichtung mit einem Brechungsindex $n \geq 1,8$

und optional

- (I) eine äußere Schutzschicht befindet.

5. Pigmente nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass es sich bei den plättchenförmigen Substraten um natürlichen und/oder synthetischen Glimmer, Talkum, Kaolin, plättchenförmige Eisen- oder Aluminiumoxide, Glas-, SiO₂-, TiO₂-, Graphitplättchen, synthetische trägerfreie Plättchen, Titanitrid, Titansilicid, Liquid crystal polymers (LCPs), holographische Pigmente, BiOCl und plättchenförmige Mischoxide oder deren Gemische handelt.

6. Pigmente nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass es sich bei den plättchenförmigen Substraten, um Glasplättchen, natürliche oder synthetische Glimmerplättchen oder Aluminiumoxidplättchen handelt.

7. Pigmente nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, dass es sich bei den plättchenförmigen Substraten, um Glasplättchen handelt.

8. Pigmente nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, dass die Glasplättchen aus Fensterglas, Calciumaluminiumborosilikat-Glas, A-Glas, C-Glas, E-Glas, ECR-Glas, Duran[®]-Glas, Laborgeräteglas, bestehen.

9. Pigmente nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, dass die Schicht (A) mit Rußpartikeln, Metallpartikeln und/oder Farbpigmenten dotiert ist.

10. Pigmente nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, dass die Schichten (A) bis (H) aus Oxiden bestehen.

11. Pigmente nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 10 dadurch gekennzeichnet, dass die Oxide ausgewählt sind aus der Gruppe Al_2O_3 , TiO_2 , ZrO_2 , SnO_2 , ZnO , Ce_2O_3 , Fe_2O_3 , Fe_3O_4 , Cr_2O_3 , CoO , Co_3O_4 , SiO_2 , VO_2 , V_2O_3 , NiO , Titansuboxiden oder deren Gemische.

12. Pigmente nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 11 dadurch gekennzeichnet, dass sie zu Erhöhung der Licht-, Temperatur- und Wetterstabilität eine äußere Schutzschicht (I) aufweisen.

13. Verfahren zur Herstellung der Pigmente nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 12, dadurch gekennzeichnet, dass die Beschichtung der Substrate nasschemisch durch hydrolytische Zersetzung von Metallsalzen in wässrigem Medium oder im Wirbelbettreaktor durch Gasphasenbeschichtung erfolgt.

14. Verwendung der Pigmente nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 13 in Farben, Lacken, Autolacken, Pulverlacken, Druckfarben, Sicherheitsdruckfarben, Kunststoffen, keramischen Materialien, Gläsern, Papier, in Tonern für elektrophotographische Druckverfahren, im Saatgut, in Gewächshausfolien und Zeltplanen, als Absorber bei der Lasermarkierung von Papier und Kunststoffen, in kosmetischen Formulierungen, zur Herstellung von Pigmentanteigungen mit Wasser, organischen und/oder wässrigen Lösemitteln, zur Herstellung von Pigmentpräparationen und Trockenpräparaten, zur Masseinfärbung von Lebensmitteln, zur Einfärbung von Überzügen von Lebensmittelprodukten und Pharmaerzeugnissen, z. B. als Überzug bei Dragees und Tabletten.

15. Formulierungen enthaltend das Pigment nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 14.

16. Formulierungen nach Anspruch 16 enthaltend das Pigment nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 13 und mindestens einen Bestandteil ausgewählt aus der Gruppe der Absorptionsmittel, Adstringenzien, antimikrobiellen Stoffen, Antioxidantien, Antiperspirantien, Antischaummitteln, Anti-schuppenwirkstoffen, Antistatika, Bindemitteln, biologischen Zusatzstoffen, Bleichmitteln, Chelatbildnern, Desodorierungsmitteln, Emollienten, Emulgatoren, Emulsionsstabilisatoren, Farbstoffen, Feuchthaltemitteln, Filmbildnern, Füllstoffen, Geruchsstoffen, Geschmacksstoffen, Insect Repellents, Konservierungsmitteln, Korrosionsschutzmitteln, kosmetischen Ölen, Lösungsmitteln, Oxidationsmitteln, pflanzlichen Bestandteilen, Puffer-substanzen, Reduktionsmitteln, Tensiden, Treibgasen, Trübungsmitteln, UV-Filtern und UV-Absorbern, Vergällungsmitteln, Viskositätsreglern, Parfüm und Vitaminen enthalten.

Es folgt kein Blatt Zeichnungen