(19) **Bundesrepublik Deutschland**
Deutsches Patent- und Markenamt

(10) **DE 603 11 180 T2** 2007.11.15

(12) # Übersetzung der europäischen Patentschrift

(97) **EP 1 366 675 B1**
(21) Deutsches Aktenzeichen: **603 11 180.7**
(96) Europäisches Aktenzeichen: **03 252 716.0**
(96) Europäischer Anmeldetag: **30.04.2003**
(97) Erstveröffentlichung durch das EPA: **03.12.2003**
(97) Veröffentlichungstag der Patenterteilung beim EPA: **17.01.2007**
(47) Veröffentlichungstag im Patentblatt: **15.11.2007**

(51) Int Cl.[8]: ***A23L 1/275*** (2006.01)
C09C 1/24 (2006.01)
C01G 49/04 (2006.01)
C01G 49/06 (2006.01)
A61K 6/06 (2006.01)

(30) Unionspriorität:
156637 **29.05.2002** **US**

(84) Benannte Vertragsstaaten:
AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IT, LI, LU, MC, NL, PT, RO, SE, SI, SK, TR

(73) Patentinhaber:
Elementis Pigments, Inc., St. Louis, Ill., US

(74) Vertreter:
Barz, P., Dipl.-Chem. Dr.rer.nat., Pat.-Anw., 80803 München

(72) Erfinder:
Lister, Rebecca, St.Louis, MO 63129, US; Podolsky, George, Kirkwood, MO 63122, US; Furness, Greg, St. Louis, MO 63144, US; Gevemuehle, Rick, Arnold, MO 63010, US; Dunbar, Frank, O'Fallon, IL 62269, US

(54) Bezeichnung: **Wässrige Zusammensetzung enthaltend Eisenoxid hoher Reinheit**

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist (Art. 99 (1) Europäisches Patentübereinkommen).

Die Übersetzung ist gemäß Artikel II § 3 Abs. 1 IntPatÜG 1991 vom Patentinhaber eingereicht worden. Sie wurde vom Deutschen Patent- und Markenamt inhaltlich nicht geprüft.

Beschreibung

GEBIET DER ERFINDUNG

[0001] Die vorliegende Erfindung ist auf eine wässrige Zusammensetzung gerichtet, die hochreine Eisenoxid-Pigmente enthält. Die betreffenden Zusammensetzungen sind zur Bereitstellung von Färbung und anderen Eigenschaften für eine Vielfalt von pharmazeutischen, Lebensmittel-, Tierfutter-, Kosmetika-, Körperpflege-Produkten und andere Systeme, bei denen hochreine, hochwertige Produkte notwendig sind und der Kunde ein flüssiges Produkt zur Aufnahme in die Herstellungsverfahren des Kunden wünscht, besonders nützlich.

HINTERGRUND DER ERFINDUNG

Allgemeines

[0002] Mindestens seit Mitte des neunzehnten Jahrhunderts bis in die jüngste Zeit ist Eisenoxid als Pigment der Wahl in einer sich immer weiter verbreitenden und wachsenden Vielfalt von Systemen verwendet worden. Natürliches Eisenoxid wurde tatsächlich vor dem amerikanischen Bürgerkrieg abgebaut und in Farben verwendet und die Verwendung dieser Farben setzt sich in sehr großem Maßstab im einundzwanzigsten Jahrhundert fort. Wachse, Anstriche, Farbstoffe, Papier und eine wachsende Zahl von anderen neuen Produkten hängen weiterhin von Eisenoxid ab, um leuchtende Farben bereitzustellen, von denen manche Menschen glauben, dass sie die Lebendigkeit der Moderne und unsere heutige Zeit definieren.

[0003] Seit kurzen werden Eisenoxid (und Chromoxid) bei der Pigmentierung von kosmetischen und pharmazeutischen Produkten verwendet. Metalloxid-Pigmente sind in diesen Branchen in Form eines Pulvers verwendet worden, bis in jüngerer Zeit bekannt wurde, dass die Kunden eine flüssige Formulierung vorziehen.

[0004] Pulvrige Metalloxid-Pigmente sind staubig, wodurch sie Gesundheitsgefahren hervorrufen und die Lagerung und Handhabung schwierig machen. Die Pulver sind auch nicht frei fließend und können somit nicht ohne weiteres durch Leitungen befördert werden, die durch das Pulver verstopft werden. Das schlechte Fließverhalten der Pulver macht es außerdem schwierig, sie z.B. unter Verwendung von Förderschnecken zu dosieren, um den korrekten Anteil des Pigments im Grundmaterial zu gewährleisten.

[0005] Eine wachsende Zahl von Kunden für Eisenoxid haben gleichzeitig eine Bevorzugung für relativ neue hochreine Eisenoxide ausgedrückt. Dieses Eisenoxid-Produkt wird hergestellt, um moderneren, strengen Standards für die Verringerung von Spurenelementen zu erfüllen; viele dieser Elemente sind entweder mit Gesundheitsproblemen verbunden worden oder sind vom Typ, der für Verwendungen nicht anwendbar ist, die mit Lebensmittel oder Hautkontakt verbunden sind.

Entwicklungen des Stands der Technik

[0006] Ähnliche Probleme mit Pulver sind in anderen Industrien (z.B. in der Betonindustrie) bekannt. Diese Probleme sind in einem wesentlichen Umfang durch Granulieren von Eisenoxid-Produkten in große Körner, die mehrere 100 Mal größer sind als Eisenoxid-Pigmentteilchen, gelöst worden. Körner sind schwer zu optimieren und Gegenstand fortdauernder Untersuchung durch viele Firmen, wobei der Stand der Technik in großem Umfang die Suche nach einem Verfahren wiederspiegelt, das sowohl wirksam bei der Herstellung von zweckmäßigem Granulat als auch relativ preiswert zu implementieren ist.

[0007] Die meisten Kunden aus dem Kosmetik-, Pharmazeutik- und Lebensmittelbereich haben sich aber dem Granulat gesträubt und ihre Vorliebe für ein flüssiges Eisenoxid-Zufuhrsystem ausgedrückt, das für einen Gebrauch bei der Produktion des Kunden sorgen würde. Viele Systeme, wie bei der Kosmetika- und Pharmazeutika-Fertigung, sind größtenteils flüssig und pumpfähige/gießfähige Ausgangsmaterialien in einer Wasserbasis würden sehr begrüßt.

[0008] Das US-Patent Nr. 5401313 für Elementis Pigments, Inc., erteilt, dem Anmelder dieser Erfindung, beschreibt ein Sprühtrocknungsverfahren, bei dem ein Granulat erzeugt wird, wobei ein zusätzlicher Beschichtungsschritt der Eisenoxid-Pigmentteilchen mit elektrischen Ladungen durch Verwendung einer Beschichtung eingesetzt wird. Das Granulat von Eisenoxid ist derzeit bei der Färbung von Beton nützlich.

[0009] Das US-Patent Nr. 5853476, auch für Elementis Pigments, Inc., erteilt, zeigt ein Verdichtungsverfahren, das sich in einer bevorzugten Ausführungsform auf Verdichtungseinrichtungen Bepex MS zur Herstellung

von Eisenoxid-Granulat stützt. Obwohl sehr wirksam, ist das Verfahren relativ teuer. Das Patent lehrt den Einsatz der Wiederverwertung von Materialströmen von zu großer und zu kleiner Größe in einem Verfahren, das sowohl verbesserte Farben als auch Kostenersparnis bei der Wasserentsorgung ergibt. Das Endprodukt ist ein festes Granulat.

[0010] Wässrige Zusammensetzungen umfassend Eisenoxid sind in der Technik bekannt. Zum Beispiel offenbart US 4828826 eine Kosmetikformulierung, die ein kosmetisch verträgliches Adjuvans und Teilchen von einem synthetischen plättchenförmigen Eisenoxid-Pigment umfasst.

[0011] Auch US 5885545 offenbart die Herstellung von gelben transparenten Eisenoxid-Pigmenten und ihre Verwendung in der Färbung von Lacken und Kunststoffen. US 4911760 offenbart die Herstellung von Eisenoxidrot-Pigmenten umfassend Cluster einer Mehrzahl von Pigmentteilchen, die bei der Färbung von Nahrungsmitteln, Lacken, Kunststoffen und Baumaterialien verwendet werden können.

GEGENSTAND DER ERFINDUNG

[0012] Ein Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist die Herstellung einer wässrigen Dispersion von hochreinem Eisenoxid mit hohem Feststoffgehalt, die ohne weiteres und sehr rasch in einem Grundmedium dispergierbar ist, wodurch Staubbildung beseitigt wird.

[0013] Ein erster Aspekt der vorliegenden Erfindung ist daher auf eine wässrige Zusammensetzung gerichtet, die zur Bereitstellung von Färbung geeignet ist und 20 bis 95 Gew.-% Wasser und 5 bis 80 Gew.-% Eisenoxid-Pigment umfasst. Das Pigment hat einen mittleren Teilchendurchmesser von etwa 0,01 bis 1,30 µm, eine spezifische Oberfläche von 3,0 bis 200 m^2/g und ein spezifisches Gewicht von 3,20 bis 5,20. Das Pigment enthält nicht mehr als 20 ppm Blei, nicht mehr als 5 ppm Arsen und nicht mehr als 3 ppm Quecksilber und ist in der wässrigen Zusammensetzung dispergiert. Außerdem umfasst die wässrige Zusammensetzung ein oder mehrere Konservierungsmittel.

[0014] Nach einem weiteren Aspekt der vorliegenden Erfindung umfasst ein Verfahren zur Herstellung einer wässrigen Zusammensetzung, die sich zur Bereitstellung von Färbung eignet, die Herstellung von Eisenoxid-Pigment wie vorstehend definiert und das Mischen des Eisenoxid-Pigments mit Wasser in einer Menge von 20 bis 95 Gew.-%, wodurch eine wässrige Zusammensetzung gebildet wird.

[0015] Die erfinderischen Produkte können den Kunden als farbgebende Bestandteile z.B. in kosmetischen, Lebensmittel-, Tierfutter- und pharmazeutischen Formulierungen verkauft werden.

AUSFÜHRLICHE BESCHREIBUNG DER ERFINDUNG

[0016] Gemäß der vorliegenden Erfindung wird eine wässrige Dispersion von hochreinem Eisenoxid-Pigment bereitgestellt, die bevorzugt ein oder mehrere Konservierungsmittel enthält.

[0017] Die wässrige Zusammensetzung der Erfindung ist eine Zusammensetzung, bei der Wasser 20 bis 95 Gew.-% der Gesamtzusammensetzung umfasst – wenn wir das Wort wässrig benutzen, meinen wir ein flüssiges System auf Wasserbasis. Das bevorzugt eingesetzte Wasser ist selbst von hoher Reinheit und Klarheit. Mineralwasser, einschließlich Evian® und Evian®-artiges Wasser können in hochwertigen Dispersionen eingesetzt werden, die auf die Kosmetikindustrie, insbesondere Lippenstifte, Gesichtscremes, Rouge und Maskara, abzielen. Wasser, das aus artesischen Brunnen oder anderen Quellen, die nicht durch urbane Verschmutzung beeinträchtigt sind, ist auch bevorzugt. Für die meisten Lebensmittel- und pharmazeutischen Anwendungen wäre aber Leitungswasser, das bevorzugt mindestens einer sekundären Verunreinigungsbehandlung unterworfen wird.

[0018] Die vorliegende Erfindung betrifft eine Eisenoxid-Suspension mit hohem Feststoffgehalt und ein Verfahren zu deren Herstellung. Die Zusammensetzung der vorliegenden Erfindung umfasst bevorzugt weniger als 60 Gew.-% und bevorzugter weniger als 25 Gew.-% Eisenoxid-Pigment auf Basis der Masse der Zusammensetzung. Die vorliegende Erfindung setzt als Ausgangsmaterial hochreines Eisenoxid-Pigment ein, das z.B. durch die Reaktion von Eisensalzen mit einem Sauerstoff enthaltenden Gas in einem Reaktor unter Verwendung wohlbekannter Verfahren zur Herstellung von Eisenoxid hergestellt wird, das in Wasser mit oder ohne Einsatz eines Dispergiermittels aufgeschlämmt wird.

[0019] Der Schlüssel für die hohe Reinheit liegt allgemein in der speziellen Auswahl der Ausgangsmateriali-

en, die zur Herstellung einer gereinigten Eisen-Ausgangslösung zur Herstellung des Eisenoxids verwendet werden. Ausgangsmaterialien beinhalten speziell ausgesuchten Stahl und Säure. Stahl, der hinsichtlich der Reinheit ausgewählt wird, beinhaltet Stahl, der frei von organischen Verunreinigungen ist und wenig Schwermetalle aufweist, z.B. Verpressungen von Stahlkonservendosen, die für Lebensmittelprodukte verwendet werden. Säuren werden z.B. aus Schwefel- und Salzsäure ausgewählt, die nicht aus Schwermetalle enthaltenden Prozessen regeneriert worden sind.

[0020] Repräsentative Herstellungsverfahren zur Herstellung hochreinen Eisenoxids können variieren. Im allgemeinen können die Verfahren in zwei Typen eingeteilt werden: 1) Fällung; und 2) thermische Zersetzung, wie Calcinierung und chemisches Aufdampfen in der Gasphase. Einige Produkte können durch eine Kombination dieser beiden allgemeinen Verfahrenswege hergestellt werden.

1) Fällung – allgemeine Beschreibung

[0021] Gelbe, rote und schwarze Eisenoxide sind gefällte Produkte, die auf einer sorgfältigen Steuerung einer komplexen Reihe von Flüssig-Fest-, Gas-Fest- und Gas-Flüssig-Reaktionen beruhen. Keimbildung und Fällungs-/Kristallisationskinetik sind die bevorzugten Schlüssel zur Herstellung der korrekten chemischen Zusammensetzung, Teilchengröße, Teilchengrößenverteilung, Teilchenmorphologie und schließlich der gewünschten Farbe.

[0022] Sowohl die gelben (Goethit) als auch die roten (Hämatit) Produkte werden aus einer modifizierten Version des Penniman-Zoph-Verfahrens hergestellt, bei dem ein Keim oder Impfteilchen zur Zielgröße wächst. Die Quelle des Nährstoffs für dieses Teilchenwachstum wird kontinuierlich durch Auflösung von Eisen bereitgestellt. Das Eisen ist von speziell ausgewählter Güte, das in einer sauren Eisensulfat-Lösung gelöst und mit fein dispergierter Luft oxidiert wird. Die hauptsächliche Unterscheidung zwischen den gelben und roten Verfahren liegt in der Natur des Impfteilchens.

[0023] Die folgenden veranschaulichenden Reaktionen (nicht ausgeglichen) geben die Impfkristall- und Wachstums-(Bildungs-)stufen der Fällungsverfahren wieder:

IMPFKRISTALL:

$NaOH + FeSO_4 \rightarrow Fe(OH)_2 + Na_2SO_4$

$Fe(OH)_2 + O_2 \rightarrow FeOOH$ oder Fe_2O_3

(gelber Impfkristall) (roter Impfkristall)

BILDUNG:

$H_2SO_4 + Fe \rightarrow FeSO_4 + H_2$

$FeSO_4 + O_2 + \text{Impfkristall} \rightarrow \alpha\text{-}Fe_2O_3$ oder α-FeOOH

(rot) (gelb)

[0024] Im Anschluss an die Impfkristallbildungs-Stufe wird die gelbe oder rote Eisenoxid-Aufschlämmung filtriert, gewaschen, getrocknet, vermahlen und verpackt. Ein alternatives gelbes und rotes Eisenoxid-Verfahren ist eine direkte Fällungsroute. In einem solchen Verfahren ist der Nährstoff eine bevorzugte Eisensalzlösung statt des speziell ausgewählten Eisens.

[0025] Das schwarze Eisenoxid-Verfahren ähnelt der "Impfkristall"-Phase der Reaktionen, muss aber bei einer höheren Temperatur und einem höheren pH ausgeführt werden, damit Magnetit ausfällt:

$NaOH + FeSO_4 \rightarrow Fe(OH)_2 + Na_2SO_4$

$Fe(OH)_2 + O_2 \rightarrow Fe_3O_4$

(schwarz)

[0026] Die Arbeitsschritte der letzten Stufe sind ähnlich wie bei den gelben und roten Verfahren.

2) CALCINIERUNG – allgemeine Beschreibung

[0027] Festkörperreaktionen mit strenger Kontrolle der Gas-Fest-Gleichgewichte kennzeichnen die Calcinier-Herstellungsverfahren, die zur Herstellung der roten und Copperas-roten Eisenoxid-Produktlinien verwendet werden.

[0028] Die Calcinierung von gelbem Eisenoxid ist eine Dehydroxylierung von dem Oxyhydroxid, um rotes Eisenoxid zu ergeben, wie in der folgenden Reaktion wiedergegeben.

$$FeOOH \rightarrow \alpha\text{-}Fe_2O_3 + H_2O$$

(gelb) $\overset{\Delta}{}$ (rot)

[0029] Die Copperas-Rot-Pigmente werden hergestellt durch ein Verfahren, das ein Hämatit mit der höchsten chemischen Reinheit und Chromatizität ergibt.

[0030] Eine gereinigte Eisensulfatlösung wird während Verdampfungs- und Kristallisationsstufen weiter gereinigt. Die Eisensulfatheptahydrat-Kristalle ($FeSO_4 \cdot 7H_2O$), auch als "Eisenvitriol" bekannt, werden getrocknet und dehydratisiert, um Eisensulfatmonohydrat ($FeSO_4 \cdot H_2O$) zu ergeben. Das Monohydrat wird dann während eines Calcinierungsschritts zu Hämatit (α-Fe_2O_3)- oder Copperas-Rot-Eisenoxid-Teilchen oxidiert. Die Schwefelgase als Nebenprodukt werden zur Kontaktschwefelsäureanlage zurückgeführt. Eine weitere Reinigung wird durch anschließende Waschschritte, gefolgt von Filtration, Trocknung, Vermahlen und Verpackung erreicht.

[0031] Das Verfahren kann durch die folgende chemische Reaktion (nicht ausgeglichen) zusammengefasst werden:

$$FeSO_4 \cdot H_2O \rightarrow \alpha\text{-}Fe_2O_3 + Fe_2(SO_4)_3 + SO_3$$

$\overset{\Delta}{}$ (rot)

$$SO_3 + H_2O \rightarrow H_2SO_4$$

[0032] Das erfinderische Verfahren umfasst das Mischen (z.B. Mischen, Mahlen und Dispergieren) eines solchen hochreinen Eisenoxid-Pigments, das wie vorstehend beschrieben oder durch andere bekannte Verfahren hergestellt ist, mit Wasser, um eine wässrige Zusammensetzung zu bilden. Brauchbar für die hochreinen Eisenoxid-Pigmente der Erfindung sind eine Familie von Pigmenten, die vom Anmelder der Erfindung hergestellt und unter der Marke TruPure, z.B. Tru Pure R2199 AP, ein rotes Eisenoxid, vertrieben werden. Rockwood Specialties macht gelbes hochreines Eisenoxid, das unter der Bezeichnung Y5OEC vertrieben wird, das auch für diese Erfindung brauchbar ist. Bayer GmbH macht ein gelbes Produkt (920Z), das auch geeignet ist. BASF, eine große deutsche Chemiefirma, macht ein hochreines schwarzes Eisenoxid, das für Maskara geeignet ist und als Sicovit Black 80E172 bezeichnet wird.

[0033] Geeignete Produkte beinhalten rote, Copperas-rote, schwarze, grüne, blaugrüne, gelbe, braune und Mischungen davon. Diese Eisenoxid-Pigmente haben die folgende technische Spezifikation oder die folgenden technischen Eigenschaften. Es ist verständlich, dass solche einzelnen Pigmentteilchen (aufgrund ihrer sehr kleinen Größe) miteinander "verklumpen" können, um größere Pigmentagglomerate zu bilden.

1. mittlere Teilchengröße – von 0,01 bis 1,30 µm
2. spezifische Oberfläche – von 3,0 bis 200 m^2/g
3. spezifisches Gewicht – von 3,20 bis 5,20.

[0034] Um für die Dispersionen der Erfindung geeignet zu sein, insbesondere für Kunden aus den Bereichen Kosmetik, Pharmazie, Lebensmittel, einschließlich Tierfutter, Tabak und Körperpflege, ist es entscheidend, dass diese Produkte Pigmente mit deutlich niedrigeren maximalen Konzentrationen an Verunreinigungen als üblich enthalten, und zwar wie folgt:

1. nicht mehr als 20 ppm Blei, bevorzugt nicht mehr als 10 ppm
2. nicht mehr als 5 ppm Arsen, bevorzugt nicht mehr als 3 ppm
3. nicht mehr als 3 ppm Quecksilber, bevorzugt nicht mehr als 1 ppm

[0035] Geeignete hochreine Eisenoxid-Teilchen werden unter Verwendung bekannter Techniken, wie die vorstehend beschriebenen, hergestellt, so dass die sich ergebenden Pigmente akzeptable, d.h. verringerte Konzentrationen an Spurenmetallen, wie Arsen, Quecksilber und Blei, aufweisen. Diese Konzentrationen sind deutlich geringer als jene, die in Eisenoxid gefunden werden, das z.B. zur Verwendung in der Farb- und An-

strichmittelindustrie vertrieben wird, bei denen Toxizität keine hauptsächliche Sorge ist. Pigmente mit den erforderlichen Konzentrationen dieser Spurenmetalle zur Verwendung in der vorliegenden Erfindung werden daher in der vorliegenden Beschreibung als im wesentlichen "rein" oder als "hochrein" bezeichnet. Dieses im wesentlichen "reine" Material eignet sich zur Anwendung auf die menschliche Haut, da der Spurenmetallgehalt bei oder unterhalb der vorstehend ausgeführten Konzentrationen gehalten wird, d.h. unterhalb von Konzentrationen, bei denen es sehr sehr unwahrscheinlich ist, dass sie gefährliche Wirkungen bei Menschen oder Tieren verursachen.

[0036] Dispergiermittel und andere Chemikalien können den erfinderischen wässrigen Zusammensetzungen zugegeben werden, einschließlich Mahlhilfen, wie Glycerin, Konservierungsmitteln, wie Kaliumsorbate, Citronensäure und Kombinationen davon, um Sorbinsäure zu erzeugen, Absetzverhinderungsmitteln, Benetzungsmitteln wie Lecithin, Geschmackskomponenten, anderen Pigmenten, wie Zinkoxid und Titanoxid, und Fließverbesserern nur als Beispiel. Die erfinderische Zusammensetzung umfasst zusätzlich bevorzugt eine oder mehrere Chemikalien ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus Dispergiermitteln, Absetzverhinderungsmitteln, Geschmackskomponenten und Fließverbesserern. Konservierungsmittel enthaltende Dispersionen, bei denen das eine oder die mehreren Konservierungsmittel ausgewählt werden aus der Gruppe bestehend aus Kaliumsorbaten, Citronensäure, Sorbinsäure und Mischungen davon, sind bevorzugt. Typischerweise sollten die Dispersionen in der Regel keine merklichen Mengen an organischen Lösungsmitteln, wie Propylenglycol, Xylol, Toluol, oder Herbiziden und Bioziden enthalten.

[0037] In einer bevorzugten Ausführungsform werden im wesentlichen reine Eisenoxid-Teilchen mit einer im wesentlichen sphärischen Gestalt in der erfinderischen Zusammensetzung verwendet. Es wurde auch festgestellt, dass eine Vielzahl von anderen Formen, wie nadelförmig, oval und rhombisch, eine akzeptable kosmetische Anwendung liefern, obwohl ebenso irgendeine Form in den Formulierungen der Erfindung eingesetzt werden kann, obwohl wie vorstehend erwähnt sphärische Teilchen am meisten bevorzugt sind.

[0038] Die "Reinheit" dieser Eisenoxid-Pigmente macht diese Formulierungen enthaltend dieses Material für die Anwendung bei der menschlichen Haut ohne Gefahr durch transdermale Absorption von Spurenmetallen geeignet. Es ermöglicht auch die Verwendung in Lebensmitteln von einem Bestandteil von großer Sicherheit und Wirksamkeit bei der Bereitstellung von Farbe für eine solche Formulierung. Außerdem liefert die Erfindung ein wässriges Vehikel mit großer Pumpfähigkeit und großem Fließvermögen, um dem Kunden Flexibilität bei der Herstellung ohne die Sicherheits- oder Umweltgefahren, die mit der Handhabung von Pulver verbunden sind, zu ermöglichen.

[0039] Die Dispersionen der Erfindung können durch bekannte Verfahren in eine Vielzahl von kosmetischen Produkten, wie Lippenstift, Lidschatten, Grundlagen, Feuchtigkeitsbildner, Rouge usw., gegeben werden, um Kosmetika mit einer erhöhten Akzeptanz bei kritischen, gesundheitsorientierten Kunden zu bilden. Sie eignen sich auch insbesondere für Lebensmittel- und Tierfutter-Firmen, die ihren Produkten Farbe verleihen wollen, um z.B. ein "fleischartiges Aussehen" für Hunde- und Katzenfutter zu liefern, ohne dass eine Schädigung der Haustiere zu befürchten ist. Die Zusammensetzungen der vorliegenden Erfindung können auch in Tabakprodukte aufgenommen werden.

[0040] Eisenoxid-Teilchen der hier beschriebenen Größe und Morphologie mit solch verringerten Konzentrationen von Spurenmetall-Kontamination sind vorher in der Technik bekannt gewesen. Dispersionen von Eisenoxid-Pigmenten geringer Reinheit in Wasser sind auch seit mindestens den frühen 1900ern bekannt und "relativ" hochreine Eisenoxide sind auf dem Markt seit den 1930ern verfügbar. Es wird angenommen, dass Fachleute in der Technik glaubten, dass die Zugabe solcher Eisenoxide zu Wasser aufgrund der Erzeugung von schädlichen Säuren zu einer unreinen Dispersion führen würde. Es wird auch angenommen, dass Chemiker, die auf dem Gebiet arbeiten, dachten, dass unerwünschte Nebenreaktionen von Eisenoxid in Wasser auftreten würden, was die Reinheit verringern würde, und dass eine flüssige Dispersion in Wasser die Bildung von Schimmel, Pilzen oder mikrobieller Aktivität fördern würde.

[0041] Es gibt keine Lehre oder keinen Hinweis, die den Anmeldern bekannt sind, Eisenoxid-Teilchen des hier beschriebenen Typs in einer wässrigen Dispersion für Anwendungen, wie die von den Anmeldern ins Auge gefassten, zu verwenden, nämlich als Komponente von: 1) kosmetischen Formulierungen, 2) Lebensmittelzusammensetzungen, 3) Pharmazeutika und 4) Tierfutter, insbesondere Futter für Katzen, Hunde und andere Haustiere, die in der Lage sind, eine erhöhte Zufriedenheit mit sich zu bringen. Daher stellt die Verwendung der reinen Eisenoxid-Dispersion des Anmelders in der angegebenen Weise unerwartete Ergebnisse im Hinblick auf die Fähigkeit dieses Materials, dem Kunden sowohl eine einfache Handhabung als auch die Befriedigung, dass alle Umweltbedenken berücksichtigt wurden, zu liefern, bereit.

BEISPIEL 1:

[0042] In diesem Beispiel werden die Prozentsätze als Gewicht auf Basis des Gewichts des eingesetzten Pigments angegeben. Die folgenden Schritte werden zur Veranschaulichung der Erfindung verwendet.

Schritt 1 – Mischen

Komponenten:

1. 5–80 Gew.-% (bevorzugt 20 bis 60%) hochreines Eisenoxid-Pigment (rot, gelb, schwarz, braun oder Mischungen).
2. 20–95 Gew.-% Wasser.
3. 0–5 Gew.-% (bevorzugt 3%) eines oder mehrerer Konservierungsmittel.
4. 0–15 Gew.-% (bevorzugt 8%) eines oder mehrerer Dispergiermittel.
5. 0–15 Gew.-% (bevorzugt 8%) eines oder mehrerer Absetzverhinderungsmittel.

[0043] Eisenoxid wurde in eine Pigmentmühle gegeben, in die eine flüssige Mischung von Wasser und anderen Bestandteilen zugegeben wurde. Die Mischung erfolgt bevorzugt unter Verwendung einer Dispergiervorrichtung mit hoher Geschwindigkeit oder einer Pigmentmühle; die Mischzeit beträgt bevorzugt 5 min bis 30 min; 100 bis 3.000 Umdrehungen pro Minute, wenn eine Dispergiervorrichtung von hoher Geschwindigkeit verwendet wird.

Diskussion der Ergebnisse:

[0044] Das Ergebnis ist eine hochreine Eisenoxid-Dispersion, welche die FDA-Spezifikationen für Nahrungsmittel, Tierfutter, Kosmetika, Pharmazeutika und Körperpflege erfüllt. Sie erfüllt auch die Spezifikationen für die europäische Richtlinie E-172. Die Verbesserungen beinhalten:

– Möglichkeit der Gleichförmigkeit von Charge zu Charge.
– Bessere Farbaufarbeitung mit 10–30% weniger Pigment.
– Keine Staubbildung.
– Keine Kreuzkontamination von Anlagen oder Ausgangsmaterialien.
– Geringere Arbeitsintensität
– Verbinden mit Pumpe
– keine Säuberung
– wirtschaftliches Verfahren

BEISPIEL II:

[0045] Das folgende Beispiel zeigt die Herstellung einer wässrigen Dispersion nach der Erfindung, die als besonders geeignet für Tiernahrung ausgelegt ist.

Rotpigment-Dispersion für Tiernahrung			
Ausgangsmagerialien	**gramm**	**%**	**Beobachtungen**
Wasser	75	21,60	- Scherverdünnung
Glycerin, 99,7%	12	3,50	- keine Synerese
Starten Dispergiervorrichtung			- kein Absetzen
Thermolec WFC[a]	25	7,20	
Hochgeschwindigkeitsmahlen für 10 min, 500 U/min			
Hochreines Eisenoxidrot	225	64,90	
langsame Zugabe von Pigment - dies kann bis zu 60 min dauern			
Mahlen für 30 min (1.500 bis 2.000 U/min)			
Kaliumsorbat-Konservierungsmittel, 25 Gew.-% Lösung	2,8	0,80	
Absetzenlassen, 10 min Mahlen			
Citronensäure-Konservierungsmittel, 25 Gew.-% Lösung (tropfenweise Zugabe)	6,8	2,00	
Mahlen für 10 min (1.500 - 2.000 U/min)			
	346,6	100,00	

[a] Thermolec WFC ist eine Handelsbezeichnung für Sojabohnenlecithin, erhältlich von L.V. Lomas and Seltzer Chemicals

Physikalische Eigenschaften

Feststoffe: 76,63%
Hegman: 6,0
Dichte: (17,15 brit. Pfd./Gallone) 2,05 kg/l
pH: 4,37
Viskosität: Brookfield, #4 Spindel, 60 U/min: (3.200 cP) 3,2 Pa·s
Hercules: Durchlauf, 22, enger Zyklus

Patentansprüche

1. Wässrige Zusammensetzung, geeignet für die Bereitstellung von Färbung, umfassend
a) 20 bis 95 Gew.-% Wasser und
b) 5 bis 80 Gew.-% Eisenoxid-Pigment, wobei das Pigment einen mittleren Teilchendurchmesser von 0,01 bis 1,30 µm, eine spezifische Oberfläche von 3,0 bis 200 m^2/g und ein spezifisches Gewicht von 3,20 bis 5,20 aufweist und dieses Pigment:

Blei	nicht mehr als 20 ppm
Arsen	nicht mehr als 5 ppm und
Quecksilber	nicht mehr als 3 ppm

enthält, wobei das Eisenoxid-Pigment in der wässrigen Zusammensetzung dispergiert ist,
und
c) ein oder mehrere Konservierungsmittel.

2. Zusammensetzung nach Anspruch 1, bei der das Eisenoxid-Pigment

Blei	nicht mehr als 10 ppm
Arsen	nicht mehr als 3 ppm und
Quecksilber	nicht mehr als 1 ppm

enthält.

3. Zusammensetzung nach Anspruch 1 oder Anspruch 2, bei der das Oxid-Pigment weniger als 60 Gew.-% der Zusammensetzung ausmacht.

4. Zusammensetzung nach Anspruch 3, bei der das Eisenoxid-Pigment weniger als 25 Gew.-% der Zusammensetzung ausmacht.

5. Zusammensetzung nach irgendeinem vorhergehenden Anspruch, die zusätzlich eine oder mehrere chemische Zusammensetzungen ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus Dispergiermitteln, Antiabsetzmitteln, Aromastoffen und rheologischen Additiven umfasst.

6. Zusammensetzung nach irgendeinem vorhergehenden Anspruch, bei der das eine oder die mehreren Konservierungsmittel ausgewählt sind aus der Gruppe bestehend aus Kaliumsorbaten, Citronensäure, Sorbinsäure und Mischungen davon.

7. Verwendung einer Zusammensetzung wie in irgendeinem der Ansprüche 1 bis 6 definiert als farbgebendes Mittel.

8. Formulierung enthaltend eine wässrige Zusammensetzung wie in irgendeinem der Ansprüche 1 bis 6 definiert.

9. Formulierung nach Anspruch 8 ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus kosmetischen Formulierungen, Pharmazeutika, Lebensmitteln, einschließlich Tierfutter, und Tabakwaren.

10. Verfahren zur Herstellung einer wässrigen Zusammensetzung, geeignet für die Bereitstellung von Färbung, umfassend
a) Herstellen von Eisenoxid-Pigment wie in Anspruch 1 oder Anspruch 2 definiert und
b) Mischen dieses Eisenoxid-Pigments in Wasser in einer Menge von 20 bis 95%, wodurch die wässrige Zusammensetzung gebildet wird.

Es folgt kein Blatt Zeichnungen