



PI 04084276
PI 04084276

REPÚBLICA FEDERATIVA DO BRASIL
MINISTÉRIO DO DESENVOLVIMENTO, INDÚSTRIA E COMÉRCIO EXTERIOR
INSTITUTO NACIONAL DA PROPRIEDADE INDUSTRIAL

CARTA PATENTE Nº PI 0408427-6

O INSTITUTO NACIONAL DA PROPRIEDADE INDUSTRIAL concede a presente PATENTE DE INVENÇÃO, que outorga ao seu titular a propriedade da invenção caracterizada neste título, em todo o território nacional, garantindo os direitos dela decorrentes, previstos na legislação em vigor.

(21) Número do Depósito: PI 0408427-6

(22) Data do Depósito: 04/03/2004

(43) Data da Publicação do Pedido: 30/09/2004

(51) Classificação Internacional: C09C 1/24

(30) Prioridade Unionista: 17/03/2003 DE 103 11 549.8

(54) Título: PIGMENTO DE ÓXIDO DE FERRO, SEU PROCESSO DE PREPARAÇÃO E SEUS USOS

(73) Titular: LANXESS DEUTSCHLAND GMBH, Sociedade Alemã. Endereço: D-51369 Leverkusen, Alemanha (DE).

(72) Inventor: LESLAW MLECZKO; ULRICH MEISEN; GEORG LAMP; RALPH WEBER

Prazo de Validade: 10 (dez) anos contados a partir de 14/07/2015, observadas as condições legais.

Expedida em: 14 de Julho de 2015.

Assinado digitalmente por:

Liane Elizabeth Caldeira Lage
Diretora de Patentes Substituta



Relatório Descritivo da Patente de Invenção para **"PIGMENTO DE ÓXIDO DE FERRO E SEU PROCESSO DE PREPARAÇÃO"**.

A presente invenção refere-se a pigmentos de óxido de ferro vermelho tendo um diâmetro sólido médio de 0,1 a 500 μm e à sua preparação para seu uso.

Há vários processos para a preparação de pigmentos de óxido de ferro:

a) Processo Laux

O processo Laux inicia-se a partir de nitrobenzeno e Fe metálico e leva inicialmente a óxido de ferro preto ou óxido de ferro amarelo e anilina. De forma a preparar o óxido de ferro vermelho por esse processo, o óxido de ferro preto obtido é calcinado. O processo é muito complicado e não é fácil de controlar uma vez que proporções variáveis de controles químicos têm que ser usados de forma a se estabelecer o tamanho de partícula desejado. Além disso, a tecnologia do equipamento necessário é exigente e, consequentemente, muito onerosa. Além disso a anilina forma um segundo produto sob reação e, devido às suas propriedades, necessita de medidas particulares de higiene ocupacional.

Uma desvantagem do óxido de ferro vermelho preparado pelo processo Laux é que o óxido de ferro vermelho tem uma tendência a flocular-se no acabamento e aglomerar-se. Além disso, o óxido de ferro vermelho preparado pelo processo Laux produz poeira e tem um alto valor de pH DIN (6).

b) Processo de Precipitação

A preparação de óxido de ferro vermelho por um processo de precipitação direta está descrito na US-5421878. O processo de precipitação direta é difícil em termos de engenharia de processo uma vez que $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ é obtível apenas em uma faixa estreita e a reação não é fácil de se controlar. O óxido de ferro vermelho preparado pelo processo de precipitação tem a desvantagem de altas cargas de sais que poluem a água servida e é, portanto, ecologicamente inseguro.

Afora os altos custos de produção, os óxidos de ferro vermelhos

preparados pelo processo de precipitação além disso têm a desvantagem de que eles produzem poeira e têm um alto valor de pH DIN (4,5 a 6).

c) Processo Hidrotérmico

O processo hidrotérmico está descrito na DE-A-19917786. Os pigmentos de óxido de ferro vermelho para aplicações de alta qualidade, em particular para tintas e acabamentos, podem ser preparados pelo processo hidrotérmico. Entretanto, os altos custos do processo devido à técnica de pressão têm aqui um efeito desvantajoso. Esse processo não é, portanto, adequado para aplicações simples nas quais são requisitados produtos econômicos.

Fora os altos custos de produção, os pigmentos de óxido de ferro vermelho preparados pelo processo hidrotérmico têm, além disso, a desvantagem de que eles produzem poeira.

d) Processo Penniman-Zoph

O processo Penniman-Zoph está descrito na DE-A-19958168. De acordo com o processo Penniman-Zoph, os pigmentos de óxido de ferro vermelho são preparados dissolvendo-se ferro metálico com adição de um núcleo de óxido de ferro vermelho e oxidando-o. Aqui, como regra, é usado o ácido nítrico para produção do núcleo, de forma que nitrato ou amônia estão presentes nas águas servidas e têm que ser removidos por meio de um complicado processo de engenharia. Como no processo hidrotérmico e no processo de precipitação, isto leva a altos custos de produção que limitam a aplicação de tais pigmentos a poucos campos.

Além de ser um processo de preparação caro e ambientalmente poluidor, os óxidos de ferro vermelho preparados pelo processo hidrotérmico têm também a desvantagem de que eles produzem poeira e têm em pH DIN alto (4,5 a 6).

e) Calcinação de materiais contendo ferro

A calcinação de materiais contendo ferro está descrita na EP-A-0 911 369. O óxido de ferro vermelho pode ser preparado calcinando-se óxido de ferro amarelo, óxido de ferro preto ou outros sólidos contendo ferro ácido ou metálico. Devido às altas temperaturas necessárias, a quali-

dade dos pigmentos de óxidos de ferro vermelhos assim preparados sofre. Para se preparar pigmentos de óxido de ferro vermelho de alta qualidade, são portanto necessários compostos precursores de alta qualidade e tornam o processo mais oneroso.

- 5 Os pigmentos de óxido de ferro vermelho preparados pela calcinação de materiais contendo ferro têm também a desvantagem de que eles são relativamente duros e têm que ser moídos por um procedimento complicado. Além disso, os óxidos de ferro vermelhos preparados pela calcinação de materiais contendo ferro produzem poeira.

10 f) Decomposição do FeSO_4

A decomposição do sulfato de ferro (II) a altas temperaturas leva ao óxido de ferro vermelho e SO_2 , que pode ser reagido para dar ácido sulfúrico. Devido às altas temperaturas necessárias e à corrosividade dos gases formados, esse processo requer altos gastos em tecnologia de equipamento.

- 15 Além das desvantagens do processo de preparação que estão descritas acima, os óxidos de ferro vermelho preparados pela decomposição de FeSO_4 têm também a desvantagem de que eles produzem poeira.

- Para muitas aplicações na área de pinturas de peças de concreto, tintas de emulsão e pintura de papéis, são agora usados grânulos uma vez que eles produzem pouca poeira, e são capazes de fluir e prontamente descartáveis. Nos processos de granulação costumeiros, são usados pós como materiais de partida e são misturados com um aglutinante e então granulados. Os processos de granulação costumeiros são granulação por pulverização, granulação por pressão e granulação em panela.

25 g) Pirohidrólise de FeCl_2 ou $\text{Fe}(\text{NO}_3)_2$

- A pirohidrólise foi desenvolvida para uso industrial desde cerca de 1960 e serviu inicialmente principalmente para recuperação de HCl de soluções de decapagem (FeCl_2). Nesse meio tempo, tornou-se um importante processo para obtenção de matérias-primas de óxidos, em particular
- 30 óxidos de ferro. Vantagens desse processo são que ele pode ser operado continuamente, usa matérias-primas líquidas, é econômico e não usa subprodutos e processos químicos e é portanto ambientalmente amigável.

Esse processo é amplamente usado na indústria metalúrgica. O produto principal aqui é a recuperação do ácido clorídrico (em alguns casos ácido fluorídrico ou ácido nítrico), que é reusado para decapagem de aço. O óxido de ferro forma um subproduto e é inicialmente alimentado de volta ao alto forno. Pelas etapas especiais de purificação para o banho de decapagem (solução de FeCl_2) é possível preparar-se óxidos de ferro puros para a indústria de ferrita. No caso dessa aplicação, são necessários uma composição química definida exatamente, que é tão constante quanto possível, e um baixo grau de impurezas. São necessários óxidos relativamente sinterizados duros tendo um teor de cloreto tão baixo quanto possível. A área de superfície específica (determinada de acordo com o método BET) é geralmente de 3-5 m^2/g , dependendo da temperatura da reação da decomposição. Em casos individuais, áreas de superfície BET de 10 m^2/g podem, também ser alcançadas. O processo é descrito em detalhes em artigos e patentes (Kladnig, W. & Karner, W.; cfi/Ber DKG 67 (1990), 80; EP-A-0 850 881).

Devido à baixa área de superfície específica de tais produtos, eles não são adequados para aplicações de pigmentos de alta qualidade uma vez que eles têm uma indesejável cor azul. Pigmentos de óxido de ferro vermelho geralmente disponíveis comercialmente preparados pelo processo de pirohidrólise têm áreas de superfície BET entre 2 e 5,5 m^2/g (brochura da companhia Bailey-PVS Oxides LLC; brochura da companhia Thyssen Krupp Stahl 05/2000 [Thyssen Krupp Steel 05/2000]). Devido às suas baixas áreas de superfície específica, esses produtos, também, têm uma cor azul e portanto não são adequados para aplicações de pigmentos de alta qualidade.

Foi o objetivo da invenção preparar um pigmento de óxido de ferro vermelho de baixa poeira e fluxo livre que tivesse boas propriedades de cor, isto é, sem a cor azul, mesmo sem aglutinantes.

A invenção refere-se a pigmentos de óxido de ferro tendo valores de L^* , a^* e b^* , medidos no tom mais claro conforme as unidades CIE-LAB, de

$L^* = 58$ a 62 , em particular 59 a 61 ,

$a^* = 20$ a 27 , em particular 24 a 27 ,

$b^* = 10$ a 24, em particular 10 a 17, e

tendo um teor de óxido de ferro maior que 99% em peso, com base no pigmento, e um diâmetro sólido médio de 0,1 a 500 μm .

5 No contexto deste Pedido, "sólidos" são entendidos como significando esferas. Uma fotografia dos sólidos conforme a invenção está mostrada na Figura 1.

Os sólidos do pigmento de óxido de ferro têm preferivelmente uma área de superfície BET de 6,0 a 12,0 m^2/g .

10 Os sólidos dos pigmentos de óxido de ferro consistem em partículas primárias que têm preferivelmente um tamanho médio de 0,05 a 0,5 μm , preferivelmente de 0,1 a 0,3 μm . As partículas primárias são igualmente parte da invenção.

O pigmento de óxido de ferro tem preferivelmente um pH DIN de 2,5 a 4,5, preferivelmente 3,1 a 3,8.

15 É também preferível que o teor de cloreto seja de 0,1% em peso ou menos, com base no pigmento.

A invenção também se refere a um pigmento de óxido de ferro tendo valores de L^* , a^* e b^* , medido no tom mais claro conforme as unidades CIELAB, de

20 $L^* = 58$ a 62, em particular 59 a 61,

$a^* = 20$ a 27, em particular 24 a 27,

$b^* = 10$ a 24, em particular 10 a 17, e

tendo um teor de óxido de ferro maior que 99%, com base no pigmento, o pigmento de óxido de ferro consistindo em partículas primárias
25 que têm um tamanho médio de 0,05 a 0,5 μm , em particular 0,1 a 0,3 μm .

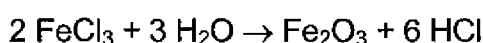
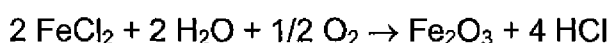
O pigmento de óxido de ferro tem um pH DIN de 2,5 a 4,5, preferivelmente de 3,1 a 3,8.

O pigmento de óxido de ferro acima mencionado tem preferivelmente um teor de cloreto de 0,1% em peso ou menos, com base no pigmento.
30

A invenção também se refere a um processo para a preparação de pigmentos de óxido de ferro conforme a invenção, caracterizado pelo fato

de que gotas de uma solução aquosa de cloreto de ferro são completamente desidratadas de modo a formar sólidos, que são subsequente-mente calcinados.

No contexto desse Pedido, "calcinação" é entendido como significando a decomposição térmica da solução de cloreto de ferro conforme uma das seguintes equações:



O processo conforme a invenção é preferivelmente executado de tal forma que a solução de cloreto de ferro, na qual o cloreto de ferro está presente como FeCl_2 e/ou FeCl_3 , é pulverizado em um reator através de um orifício abafado ou binário de forma que gotas tendo um diâmetro médio de 1 a 1000 μm , preferivelmente de 1 a 150 μm , se formem.

A desidratação preferivelmente ocorre a uma temperatura de 80 a 300°C, preferivelmente de 100 a 160°C. A desidratação pode ser produzida, por exemplo, em um reator por combustão de gases, aquecimento elétrico, aquecimento por microondas ou ondas eletromagnéticas. Os gases de combustão podem ser alimentados no sentido da corrente ou no sentido contracorrente. O gás é preferivelmente separado do pigmento de óxido de ferro dentro ou fora do reator e trabalhado até dar uma solução de ácido clorídrico.

A calcinação é executada a temperaturas de 200 a 900°C, preferivelmente de 650 a 750°C.

Como uma etapa adicional de descloração, os sólidos podem ser submetidos a um tratamento térmico a temperaturas de 200 a 900°C para tempos de residência de 10 minutos a 6 horas após a calcinação. Em adição, o vapor pode ser levado ao contato com o sólido durante o tratamento térmico.

O tempo de residência total das gotas/sólidos a temperaturas de mais 300°C durante a desidratação e calcinação está preferivelmente entre 1 segundo e 90 minutos, preferivelmente entre 1 minuto e 70 minutos.

Adicionalmente, após a calcinação, os sólidos podem ser resfriados e então lavados com água.

Todas as etapas de preparação podem ser executadas ou no mesmo reator ou em reatores diferentes.

Os seguintes parâmetros de reação são preferivelmente estabelecidos: A solução de cloreto de ferro tendo um teor de 100 a 300 g/l de FeCl₂ é pulverizada em um reator através de um orifício, preferivelmente um orifício binário, no sentido da corrente ou no sentido contracorrente, preferivelmente no sentido da corrente, de forma que gotas tendo um diâmetro médio ente 1 e 1000 µm, preferivelmente entre 5 e 150 µm, se formem. A temperatura da reação é ajustada em 80 a 300°C no reator de desidratação. A temperatura de reação no reator de desidratação é preferivelmente ajustada entre 100°C e 200°C, muito particularmente preferivelmente entre 120°C e 160°C, de forma que as gotas são secadas de forma branda e sólidos muito pequenos compreendendo cristais de cloreto de ferro tendo uma distribuição estreita de tamanho de partículas são obtidos. Os gases de combustão são preferivelmente usados para aquecimento.

Os sólidos são então calcinados a temperaturas entre 200°C e 900°C, preferivelmente entre 500°C e 850°C, particularmente preferivelmente entre 650°C e 750°C, com a formação de óxido de ferro e ácido clorídrico gasoso. Gases de combustão quentes são preferivelmente usados para aquecimento.

A desidratação e a calcinação podem ser usadas em dois reatores separados ou podem ser integradas em um reator. Devido ao caráter finamente dividido, os sólidos são separados dentro ou fora do reator usando-se um meio de um ciclone e/ou usando-se um filtro adequado, na faixa de temperatura entre 150°C e 900°C, preferivelmente entre 500°C e 850°C, particularmente preferivelmente entre 650°C e 750°C. De forma a minimizar o teor de cloreto e estabelecer a distribuição de partículas primárias e as propriedades de cor, um pós-tratamento térmico a temperaturas entre 200 e 900°C e por um tempo de residência entre 10 minutos e 6 horas pode ser executado separadamente ou no mesmo reator após a calcinação. Adicionalmente, o vapor pode ser alimentado nessa etapa do processo.

O processo de preparação dá pigmentos de óxido de ferro ama-

relo-vermelhos que são adequados para um amplo espectro de uso. Esses pigmentos de óxido de ferro podem também ser preparados na ausência de um aglutinante no contexto da invenção. Os sólidos são obtidos pelo processo conforme a invenção. A maioria dos sólidos é obtida na forma de esferas.

5 Para algumas aplicações, particularmente no setor de pintura e acabamento, pós finamente moídos são necessários. Os sólidos podem portanto ser subseqüentemente moídos após a calcinação até que um tamanho médio de 0,05 a 0,5, preferivelmente 0,1 a 0,3 μm seja alcançado. O equipamento de moagem usado é preferivelmente um moinho de jato, um
10 moinho de cilindro pêndulo, ou um moinho classificador mecânico.

A invenção também se refere ao uso de pigmentos de óxido de ferro conforme a invenção no setor de construção, para pinturas e acabamentos, como matéria-prima para a produção de ferritas duras e macias, para a produção de catalisadores, para pintura de papéis e para uso em
15 substâncias coloridas nos setores de alimentação e/ou de cosméticos.

No contexto da presente invenção, aplicações no setor de construção são entendidos como significando aplicações em renders, paralelepípedos, misturas de argamassa, etc.

O pigmento de óxido de ferro formado no reator pode além disso
20 ser preenchido e usado diretamente após o resfriamento.

Os pigmentos de óxido de ferro conforme a invenção podem ser usados como sólidos diretamente no setor de construção e/ou para a produção de catalisadores.

Para algumas aplicações, são necessários pós finamente moídos. Os pigmentos de óxido de ferro conforme a invenção podem portanto
25 ser usados como partículas primárias no setor de construção, para tintas e acabamentos, como matéria-prima para a produção de ferritas duras e macias, para a produção de catalisadores, para pintura de papéis e para uso em substâncias coloridas nos setores de alimentação e/ou de cósméticos.

30 A invenção será explicada pelos exemplos a seguir:

Exemplos

Arranjo experimental

A medição do tom mais claro (força da cor) das partículas obtidas é efetuada conforme determinado na EP-A-911 369, página 6, linha 9
5 até a página 7, linha 26.

O tamanho de partícula foi determinado a partir das fotografias microscópicas da transmissão de elétrons (partículas primárias) ou das fotografias microscópicas da varredura de elétrons (sólidos).

A determinação dos componentes secundários metálicos foi
10 efetuada por ICP-OES. ICP-OES é um método para determinação dos elementos que estão presentes em baixa concentração em uma amostra aquosa. É um método espectroscópico no qual o elemento a ser determinado é excitado e a luz emitida da transição para o estado de terra, que é característica de cada elemento, é medida (OES = emissão ótica). A excitação é
15 efetuada aqui por meio de um queimador de plasma (ICP = plasma acoplado induzido). O limite de detecção do método de determinação é de 5 µg/kg.

A determinação do teor de cloreto foi determinada argentometricamente com determinação potenciométrica do ponto final. O limite de detecção do método de determinação é de 50 mg/kg.

20 A medição do pH do pó é efetuada em uma suspensão em água desmineralizada conforme a DIN-EN-ISO 787-9.

O pigmento de óxido de ferro de alta qualidade Bayferrox[®] 130 da Bayer AG foi usado como uma substância comparativa.

Exemplo 1

25 Em um reator de torrefação de pulverização DN 100 de dois estágios, aquecido eletricamente, uma solução aquosa de cloreto de ferro (II) tendo uma concentração de 200 g/l de FeCl₂ foi pulverizada no reator à temperatura ambiente. O rendimento foi de 0,24 l de solução por hora e a pressão de pulverização no orifício binário foi de 2 bar. A temperatura e o tempo
30 de residência na seção de desidratação foram respectivamente 110°C e 12 s. Na seção de calcinação, a temperatura e o tempo de residência foram ajustados para 500°C e 7 s. Após o resfriamento até temperaturas entre

150°C e 200°C, os sólidos resultantes foram separados do gás em um filtro têxtil compreendendo PTFE feltro agulhado.

O material separado foi submetido a pós tratamento térmico a uma temperatura de 750°C por 60 minutos em um forno de mufla. O tempo de residência total a temperaturas de mais de 300°C foi portanto de 60 minutos e 7 segundos. Sólidos tendo um diâmetro médio de sólidos de 4,5 µm se formaram. O diâmetro médio das partículas primárias foi de 0,1 µm.

O produto final teve as seguintes propriedades:

- L*: 60,0 (tom clareado)
- a*: 26,7 (tom clareado)
- b*: 16,4 (tom clareado)
- Teor de Cl: 0,03% em peso
- Área de superfície BET: 8,9 m²/g
- PH DIN: 3,3
- Força da cor: 105% contra o Bayferrox® 130

Exemplo 2

Em um reator de torrefação de pulverização DN 100 de dois estágios, aquecido eletricamente, uma solução aquosa de cloreto de ferro (II) tendo uma concentração de 200 g/l de FeCl₂ foi pulverizada no reator à temperatura ambiente. O rendimento foi de 0,24 l de solução por hora e a pressão de pulverização no orifício binário foi de 2 bar. A temperatura e o tempo de residência na seção de desidratação foram respectivamente 150°C e 37 s. Na seção de calcinação, a temperatura e o tempo de residência foram ajustados para 700°C e 16 s. Após o resfriamento para temperaturas entre 150°C e 200°C, os sólidos resultantes foram separados do gás em um filtro têxtil compreendendo PTFE feltro agulhado.

O material separado foi submetido ao pós tratamento térmico a uma temperatura de 750°C por 60 minutos em um forno de mufla. O tempo total de residência a temperaturas de mais de 300°C foi portanto de 60 minutos e 16 segundos. Sólidos tendo um diâmetro médio de sólidos de 11,6 µm se formaram. O diâmetro médio das partículas primárias foi de 0,1 µm.

O produto final teve as seguintes propriedades:

- L*: 60,6 (tom clareado)
- a*: 26,3 (tom clareado)
- b*: 15,3 (tom clareado)
- Teor de Cl: 0,02% em peso
- 5 - Área de superfície BET: 8,7 m²/g
- PH DIN: 4,3
- Força da cor: 99% contra o Bayferrox[®] 130

Exemplo 3

Em um reator de torrefação de pulverização DN 100 de dois es-
 10 tágios, aquecido eletricamente, uma solução aquosa de cloreto de ferro (II) tendo uma concentração de 300 g/l de FeCl₂ foi pulverizada no reator à temperatura ambiente. O rendimento foi de 0,24 l de solução por hora e a pressão de pulverização no orifício binário foi de 2 bar. A temperatura e o tempo de residência na seção de desidratação foram respectivamente 125°C e 15
 15 s. Na seção de calcinação, a temperatura e o tempo de residência foram ajustados para 700°C e 6 s. Após o resfriamento para temperaturas entre 150°C e 200°C, os sólidos resultantes foram separados do gás em um filtro têxtil compreendendo PTFE feltro agulhado.

O material separado foi submetido ao pós-tratamento térmico a
 20 uma temperatura de 750°C por 60 minutos em um forno de mufla. O tempo total de residência a temperaturas de mais de 300°C foi portanto de 60 minutos e 6 segundos. Sólidos tendo um diâmetro médio de sólidos de 7,6 μm se formaram. O diâmetro médio das partículas primárias foi de 0,1 μm.

O produto final teve as seguintes propriedades:

- 25 - L*: 60,8 (tom clareado)
- a*: 26,4 (tom clareado)
- b*: 15,7 (tom clareado)
- Teor de Cl: 0,01% em peso
- Área de superfície BET: 9,2 m²/g
- 30 - PH DIN: 3,7
- Força da cor: 97% contra o Bayferrox[®] 130

Visão Geral dos Exemplos

	Exemplos		
	1	2	3
Desidratação em °C	110	150	125
Calcinação em °C	500	700	700
Tempo de desidratação em s	12	37	15
Tempo de calcinação em s	7	16	6
Tratamento térmico em °C	750	750	750
Tempo de tratamento térmico em min	60	60	60
Tempo de residência total >300°C em min:s	60:07	60:16	60:06
Diâmetro médio dos sólidos em μm	4,5	11,6	7,6
Diâmetro médio das partículas primárias em μm	0,1	0,1	0,1
L*	60,0	60,6	60,8
a*	26,7	26,3	26,4
b*	16,4	15,3	15,7
Teor de Cl (% em peso)	0,03	0,02	0,01
BET (m^2/g)	8,9	8,7	9,2
pH DIN	3,3	4,3	3,7
Força da cor em %	105	99	97

REIVINDICAÇÕES

1. Pigmento de óxido de ferro, caracterizado pelo fato de que apresenta valores de L^* , a^* e b^* , medidos no tom clareado conforme as unidades CIELAB, de:

- 5 $L^* = 58$ a 62 ,
 $a^* = 20$ a 27 ,
 $b^* = 10$ a 24 , em particular 10 a 17 , e
que apresenta
um teor de óxido de ferro superior a 99% em peso, com base no
10 pigmento,
um diâmetro médio de sólidos de $0,1$ a $7,6 \mu\text{m}$,
um teor de cloreto de menos de $0,03\%$ em peso, com base no
pigmento, e
uma área de superfície BET de $6,0$ a $12,0 \text{ m}^2/\text{g}$.

15 2. Pigmento de óxido de ferro, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que apresenta valores de L^* , a^* e b^* , medidos no tom clareado conforme as unidades CIELAB, de:

- $L^* = 59$ a 61 ,
 $a^* = 24$ a 27 , e
20 $b^* = 10$ a 17 .

3. Pigmento de óxido de ferro, de acordo com a reivindicação 1 ou 2, caracterizado pelo fato de que as partículas primárias dos sólidos apresentam um tamanho médio de $0,05$ a $0,5 \mu\text{m}$.

4. Pigmento de óxido de ferro, de acordo com a reivindicação 3,
25 caracterizado pelo fato de que as partículas primárias dos sólidos apresentam um tamanho médio de $0,1$ a $0,3 \mu\text{m}$.

5. Pigmento de óxido de ferro, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 4, caracterizado pelo fato de que o pigmento de óxido de ferro apresenta um pH DIN de $2,5$ a $4,5$.

30 6. Pigmento de óxido de ferro, de acordo com a reivindicação 5, caracterizado pelo fato de que o pigmento de óxido de ferro apresenta um pH DIN de $3,1$ a $3,8$.

7. Processo para preparação de pigmento de óxido de ferro como definido em qualquer das reivindicações 1 a 6, caracterizado pelo fato de que compreende:

5 desidratação de gotas de uma solução de cloreto de ferro por meio de tratamento térmico a temperaturas de 80 a 160°C para formar sólidos, e

subsequentemente calcinação dos sólidos a temperaturas de 200 a 900°C de forma a reduzir seu teor de cloreto.

8. Processo, de acordo com a reivindicação 7, caracterizado pelo fato de que o cloreto de ferro da solução de cloreto de ferro é FeCl_2 ou FeCl_3 .

9. Processo, de acordo com a reivindicação 7, caracterizado pelo fato de que as gotas apresentam um diâmetro médio de 1 a 1000 μm .

10. Processo, de acordo com a reivindicação 9, caracterizado pelo fato de que as gotas apresentam um diâmetro médio de 5 a 150 μm .

11. Processo, de acordo com a reivindicação 7, caracterizado pelo fato de que a desidratação ocorre a uma temperatura de 100 a 160°C.

12. Processo, de acordo com a reivindicação 7, caracterizado pelo fato de que a calcinação é executada a temperaturas de 650 a 750°C.

20 13. Processo, de acordo com a reivindicação 7, caracterizado pelo fato de que, após a redução do teor de cloreto, um tratamento térmico ocorre a temperaturas de 200 a 900°C, opcionalmente trazendo vapor ao contato com o sólidos, para tempos de residência de 10 minutos a 6 horas.

25 14. Processo, de acordo com a reivindicação 7, caracterizado pelo fato de que o tempo total de residência dos sólidos a temperaturas superiores a 300°C, durante a desidratação e calcinação, está entre 1 s e 90 min.

30 15. Processo, de acordo com a reivindicação 14, caracterizado pelo fato de que o tempo total de residência dos sólidos a temperaturas superiores a 300°C, durante a desidratação e calcinação, está entre 1 min e 70 min.

16. Processo, de acordo com a reivindicação 7, caracterizado

pelo fato de que, em adição, após a calcinação, os sólidos são resfriados e, então, lavados com água.

5 17. Processo, de acordo com a reivindicação 7, caracterizado pelo fato de que todas as etapas de preparação são executadas no mesmo reator ou em reatores diferentes.

10 18. Processo, de acordo com qualquer uma das reivindicações 7 a 17, caracterizado pelo fato de que, após a calcinação, os sólidos são subsequentemente moídos, em particular usando-se um moinho de jato, um moinho de cilindro pêndulo, ou um moinho classificador mecânico, até que um tamanho médio de 0,05 a 0,5 μm seja alcançado.

15 19. Processo, de acordo com a reivindicação 18, caracterizado pelo fato de que, após a calcinação, os sólidos são subsequentemente moídos, em particular usando-se um moinho de jato, um moinho de cilindro pêndulo, ou um moinho classificador mecânico, até que um tamanho médio de 0,1 a 0,3 μm seja alcançado.

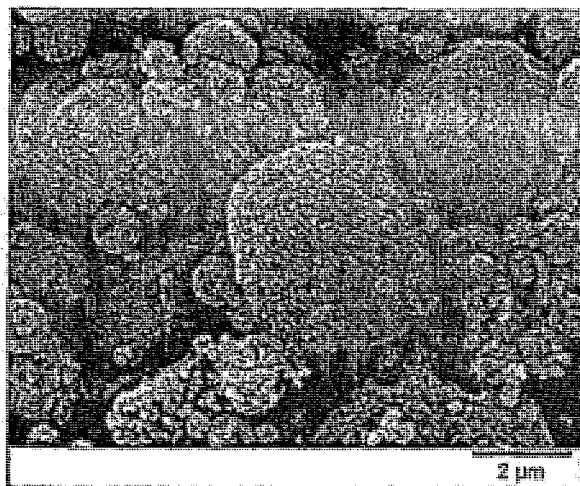
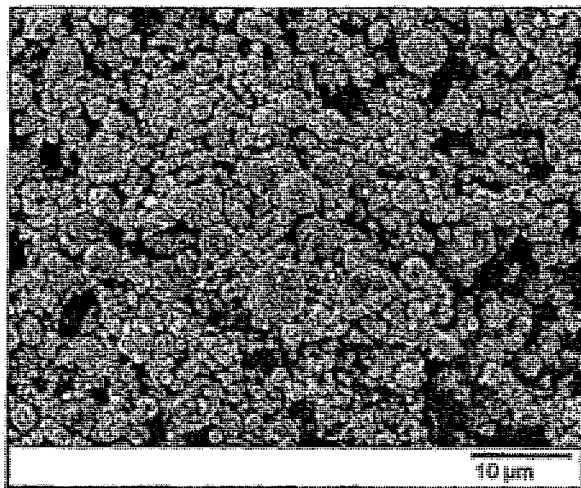
20 20. Uso de pigmento de óxido de ferro, como definido em qualquer uma das reivindicações 1 a 6, ou o uso do pigmento de óxido de ferro preparado através do processo, como definido em qualquer uma das reivindicações 7 a 19, caracterizado pelo fato de ser no setor de construção, para pinturas e acabamentos, como matéria-prima para a produção de ferritas duras e macias, para a produção de catalisadores, para pintura de papéis e para uso em substâncias coloridas nos setores de alimentação e/ou de cosméticos.

25 21. Uso de pigmento de óxido de ferro, como definido em qualquer uma das reivindicações 1 a 6, ou uso de pigmento de óxido de ferro preparado através do processo, como definido em qualquer uma das reivindicações 7 a 19, caracterizado pelo fato de ser no setor de construção e/ou para a produção de catalisadores.

30 22. Uso de pigmento de óxido de ferro, como definido em qualquer uma das reivindicações 1 a 6, ou uso do pigmento de óxido de ferro preparado através do processo, como definido na reivindicação 18 ou 19, caracterizado pelo fato de ser no setor de construção, para pinturas e aca-

bamentos, como matérias-primas para a produção de ferritas duras e macias, para a produção de catalisadores, para pintura de papéis e para uso em substâncias coloridas nos setores de alimentação e/ou de cosméticos.

Fig. 1



RESUMO

Patente de Invenção: **"PIGMENTO DE ÓXIDO DE FERRO, SEU PROCESSO DE PREPARAÇÃO E SEUS USOS"**.

5 A presente invenção se refere a pigmento de óxido de ferro tendo valores de L^* , a^* e b^* , medidos no tom clareado conforme as unidades CIELAB, de:

$L^* = 58$ a 62 ,

$a^* = 20$ a 27 ,

$b^* = 10$ a 24 , e

10 apresentando um teor de óxido de ferro superior a 99% em peso, com base no pigmento, um diâmetro médio de sólidos de $0,1$ a $7,6 \mu\text{m}$, um teor de cloreto de menos de 0,03% em peso, com base no pigmento, e uma área de superfície BET de $6,0$ a $12,0 \text{ m}^2/\text{g}$.

15 A invenção se refere ainda a um processo para sua preparação e aos seus usos no setor de construção, para pinturas e acabamentos, como matéria-prima para produção de ferritas duras e macias, para a produção de catalisadores, para pintura de papéis e para uso em substâncias coloridas nos setores de alimentação e/ou de cosméticos.