

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 987 286**

51 Int. Cl.:

C01G 49/02 (2006.01)

C09C 1/24 (2006.01)

C01G 49/06 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **23.01.2019 PCT/EP2019/051574**

87 Fecha y número de publicación internacional: **01.08.2019 WO19145333**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **23.01.2019 E 19701352 (7)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **14.08.2024 EP 3743383**

54 Título: **Proceso de fabricación de pigmentos de goethita**

30 Prioridad:

26.01.2018 EP 18153657

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

14.11.2024

73 Titular/es:

**LANXESS DEUTSCHLAND GMBH (100.0%)
Kennedyplatz 1
50569 Köln, DE**

72 Inventor/es:

**ROSENHANN, CARSTEN;
MÜLLER, ROLF;
SCHAUFLE, LARISSA;
KATHREIN, CHRISTINE;
WEBER-CZAPLIK, ANNA;
KLUPP-TAYLOR, ROBIN y
GOLKAR, SAEEDH**

74 Agente/Representante:

VALLEJO LÓPEZ, Juan Pedro

ES 2 987 286 T3

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

DESCRIPCIÓN

Proceso de fabricación de pigmentos de goethita

5 La presente invención se refiere a pigmentos de goethita y a su uso.

Técnica anterior

10 Se conocen en la técnica pigmentos de óxido de hierro amarillo que comprenden la fase α -FeOOH (goethita) en forma de partículas submicrónicas. Las propiedades colorantes de dichos pigmentos de óxido de hierro amarillo están determinadas sustancialmente por la distribución del tamaño y la forma de las partículas, así como la estructura interna de las partículas y el estado de aglomeración de las partículas.

15 En general, como se describe en el documento DE 2 455 158 A1, el α -FeOOH (óxido de hierro amarillo) se prepara a partir de sales de hierro (II) mediante el proceso de precipitación o mediante el conocido proceso Penniman. En ambos procesos se produce en primer lugar una semilla, sobre la cual entonces, en una etapa adicional, relativamente lenta, se produce el crecimiento de α -FeOOH adicional.

20 Las partículas de α -FeOOH que se han preparado mediante los procesos mencionados anteriormente generalmente se cristalizan en forma de agujas muy definida. Los coeficientes de dispersión y absorción perpendiculares y paralelos al eje de las agujas difieren considerablemente. Si las agujas se disponen primero perpendicularmente y luego paralelas a la dirección de observación, el observador puede apreciar importantes diferencias de color. Este efecto se llama efecto sedoso porque también se puede observar en tejidos de seda. En el caso de los pigmentos de óxido de hierro, el efecto sedoso es especialmente molesto en el caso de las lacas que se aplican en una sola dirección (el llamado efecto de marco de imagen) y como resultado de la alineación de los pigmentos durante la extrusión y el calandrado de plásticos y láminas de plástico.

30 La patente DE-A1-33 26 632 describe procesos para preparar pigmentos de óxido de hierro amarillo con un bajo efecto sedoso. La eliminación del efecto sedoso se consigue produciendo agujas altamente dendríticas que crecen juntas formando agregados esféricos (como pequeños "erizos"). Estos agregados aproximadamente isométricos ya no pueden alinearse en direcciones preferidas específicas. Una desventaja de un pigmento de este tipo basado en partículas altamente dendríticas es que son sensibles a la molienda, de modo que los valores del índice de amarillo b^* que se obtiene con algunos pigmentos de óxido de hierro de color amarillo claro con efecto sedoso, se reducirán.

35 Si buscamos en el estado de la técnica, podemos encontrar pigmentos de goethita esféricos, que no están formados por agujas. Se hace referencia a Fu et al en Phys. Chem. Chem. Phys., 2011, 13, 18523 a 18529, "iron oxyhydroxide nanoparticles formed by forced hydrolysis: dependence of phase composition on solution concentration" y también otros artículos académicos que investigan dichas partículas esféricas de óxido de hierro. Estas partículas se preparan a partir de nitrato de hierro (III) en agua a unos 60 °C. Sin embargo, todas estas vías de síntesis son muy sensibles a todo tipo de impurezas, por lo que se requiere un alto nivel de purificación que solo se puede lograr en magnitudes de escala de laboratorio. Además, las propiedades colorísticas obtenidas mediante estos procesos no son satisfactorias.

45 En el documento US3969494A se divulga un proceso para modificar óxidos de hierro amarillos utilizando una etapa de proceso hidrotérmico.

Por lo tanto, un objeto de esta invención fue proporcionar una nueva goethita que supere estos inconvenientes, en particular con respecto a la goethita esférica conocida como tal.

50 Estos pigmentos se pueden preparar mediante un proceso de fabricación de goethita que contiene las etapas de:

- a) disolución del nitrato férrico (III) en agua,
- b) tratamiento de la solución obtenida según la etapa a) a una temperatura en el intervalo de 55 a 65 °C, en particular durante 10 h o más,
- c) aislamiento de la goethita de la suspensión obtenida según la etapa b)
- 55 d) suspensión de la goethita aislada de la etapa c) en agua y
- e) tratar la suspensión de la etapa d) hidrotérmicamente a una temperatura de 170 a 220 °C a presión autógena, en particular durante 1 h o más.

Etapas a)

60 El nitrato férrico que se usa preferentemente en la etapa a) es $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$. Se prefiere aún más el nitrato férrico que tiene una pureza de > 99 % en peso, en particular, > 99,9 % en peso. La concentración de nitrato férrico debe estar en un intervalo de 0,01 a 0,12 M, preferentemente de 0,05 a 0,1 M, en particular, de 0,055 a 0,09 M, incluso más preferentemente de 0,06 a 0,065 M.

65 El agua usada en la etapa a) para disolver el nitrato férrico tiene preferentemente un contenido total de álcali y tierra

alcalina de menos de 2 ppm.

La etapa a) se efectúa preferentemente a una temperatura de 15 a 25 °C, en particular de 20 a 25 °C. Antes de aumentar la temperatura al valor utilizado en la etapa b), se encontró que era ventajoso dejar reposar durante algún tiempo la solución obtenida de acuerdo con la etapa a), preferentemente durante 5 a 20 horas, preferentemente durante 10 a 29 horas.

Etapa b)

Después de la etapa a), la temperatura de la solución acuosa se incrementa hasta un intervalo de 55 a 65 °C. Preferentemente la temperatura aumenta significativamente de manera regular, en particular con una tasa de 2,5 K/min o menos, preferentemente inferior. Se supone que la reacción que tiene lugar sigue la ecuación química general:



El tiempo de reacción a la temperatura alcanzada debe ser preferentemente de 10 h o más, en particular, de 24 horas o más, más preferentemente de 48 horas o más, lo más preferentemente de 96 horas o más. Los cambios volumétricos en el reactor por evaporación de la solución se mantienen preferentemente por debajo de 10 % en volumen. Esto puede lograrse mediante un recipiente de reacción cerrado. Durante la etapa b) se obtiene una suspensión acuosa.

Etapa c)

Después del tratamiento de la etapa b), el pigmento que se ha formado, se precipitó y se hundió en el fondo del reactor. Los sólidos se aíslan preferentemente filtrándolos de la suspensión y lavándolos con agua y, opcionalmente, secándolos. Preferentemente el sólido se lava con agua hasta que la conductividad sea inferior a 1000 µS/c.

Etapa d)

El pigmento aislado del tratamiento de la etapa c), preferentemente se administra al agua para formar una suspensión acuosa con un contenido de sólidos de 10 % en peso o inferior, preferentemente de 5 % en peso o menos, en particular, de 2 % en peso o menos, más en particular de 0,15 a 0,3 % en peso, en función de la suspensión acuosa.

Etapa e)

La suspensión preparada en la etapa e) se trata entonces preferentemente en un autoclave y se calienta a una temperatura en el intervalo de 120 a 220 °C, preferentemente a 150 a 200°C bajo presión autógena.

El llamado tratamiento hidrotérmico se realiza preferentemente durante 1 h o más, más preferido durante 12 a 24 h. En particular el tratamiento finaliza al cabo de 24 h.

La suspensión se agita preferentemente durante el tratamiento hidrotérmico. El autoclave es preferentemente de acero inoxidable, en particular con revestimiento de teflón.

Los sólidos se filtran preferentemente de la suspensión y se lavan con agua y, opcionalmente, se secan.

Pigmentos

La invención se refiere a pigmentos de goethita, también se consideran pigmentos inventivos los que tienen

- i) una relación de aspecto RA inferior a 1,5, preferentemente inferior a 1,3, lo más preferentemente inferior a 1,2, en particular, inferior a 1,1.
- ii) un valor de L* de CIELAB de 58 a 59
- iii) un valor de b* de CIELAB de 43 a 47
- iv) y un delta b* < 0,6, preferentemente < 0,5, determinado después de la molienda según el método descrito a continuación
- iv) preferentemente un tamaño promedio de partícula en el intervalo de 100 a 600 nm.

La medición de las características se realiza como se menciona a continuación. El valor de delta b* es la diferencia de los respectivos valores de b* determinados antes y después de la molienda de los respectivos pigmentos, con lo cual el método de molienda es preferentemente un tratamiento del pigmento realizado con una bola de ágata de 10 mm en un molino de bolas vibratorias a una frecuencia de 2000 min⁻¹ durante 2 minutos, preferentemente con una muestra de pigmento de 0,5 g.

Característica i)

La relación de aspecto RA puede determinarse mediante las diferentes técnicas para medir o determinar las relaciones

de aspecto que se notifican en la literatura. Un gran número de estudios (Baudet *et al.*, 1993; Jennings y Parslow, 1988; Lohmander, 2000; Pabst *et al.*, 2000 Pabst *et al.*, 2001 Pabst *et al.*, 2006a Pabst *et al.*, b, 2007 Slepetyts y Cleland, 1993) describieron cómo la difracción del conjunto de láser y la dispersión de luz por una sola partícula (estática y dinámica) constituyen una oportunidad de medir las relaciones de aspecto.

5 La relación de aspecto RA también puede determinarse a partir de imágenes de microscopio electrónico de barrido o de transmisión para calcular un número de partículas estadísticamente relevante y sus características de distribución (desviación media y típica). Para determinar la RA es preferible ajustar una elipse a cada partícula para dar RA_E , que es la relación de la longitud del eje mayor de la elipse y la longitud del eje menor de la elipse.

10 **Característica ii)**

El valor L^* del sistema CIELAB se mide en el ensayo de recubrimiento de superficies habitual para pigmentos de óxido de hierro usando como método las normas DIN EN ISO 11664-4:2011-07 y DIN EN ISO 787-25:2007) en una resina alquídica definida que tiene un efecto tixotrópico.

15 **Característica iii)**

El valor de b^* del sistema CIELAB se miden en el ensayo de recubrimiento de superficies habitual para pigmentos de óxido de hierro usando como método las normas DIN EN ISO 11664-4:2011-07 y DIN EN ISO 787-25:2007) en una resina alquídica definida que tiene un efecto tixotrópico.

Característica iv)

25 El tamaño de partícula está más preferentemente dentro del intervalo de 150 a 500 nm, lo más preferentemente en el intervalo de 200 a 400 nm.

El área superficial específica BET de los pigmentos inventivos está preferentemente en el intervalo de 10 a 60 m²/g, en particular, de 10 a 40 m²/g, más preferentemente de 10 a 20 m²/g. El área superficial específica BET puede determinarse por el método descrito en la norma DIN-ISO 9277.

30 **Uso de pigmentos inventivos**

La invención se refiere también al uso de los pigmentos inventivos tal como se definen anteriormente para colorear productos de las industrias de las tintas, de las pinturas, de los recubrimientos, de los materiales de construcción, de los plásticos y del papel, en alimentos, en barnices para hornear o recubrimientos de bobinas, en gránulos de arena, ladrillos silicocalcáreos, esmaltes y vidriados cerámicos y en productos de la industria farmacéutica, particularmente en comprimidos. En particular, los pigmentos inventivos se usan preferentemente en pinturas y recubrimientos.

40 **Ejemplos**

Métodos: Medición de L^* y b^*

45 Para medir el color de un pigmento según la norma DIN EN ISO 11664-4:2011-07 y DIN EN ISO 787-25:2007) en una resina alquídica definida que preferentemente es Setal[®] F 48, el pigmento se dispersa en un sistema de recubrimiento basado en un compuesto alquídico de aceite medio. La base del molino se usa para preparar películas de pintura que se secan y se evalúan colorimétricamente en comparación con un sistema de referencia.

50 A continuación se da una descripción detallada del sistema de medición.

El pigmento se dispersa usando un mezclador tipo Muller (tipo placa) en un sistema para laca de secado al aire. El sistema de laca (laca) consiste en los siguientes componentes:

55 95,26 % Setal[®] F 48 (aglutinante de Nuplex, aceite medio, resina alquídica de mezcla de gasolina/xileno 38 para secar al aire a base de ácidos grasos vegetales secantes en: 7 con un contenido no volátil de aproximadamente el 55 % de aceite/triglicéridos en el contenido no volátil de aproximadamente el 48 %, anhídrido ftálico en la fracción no volátil de aproximadamente el 26 %)

60 0,78 % oxima de 2-butanona, 55 % en alcoholes minerales (agentes de revestimiento)

1,30 % Octa Soligen[®] calcium (agentes humectantes, sal de calcio de ácidos grasos ramificados C₆-C₁₉ en la mezcla de hidrocarburos (que contiene 4 % de Ca; Borchers AG)

65 0,22 % Octa Soligen[®] cobalt 6 (materia seca, sal de cobalto (2+) de ácidos grasos ramificados C₆-C₁₉ en la mezcla de hidrocarburos (que contiene 6 % de Co), Borchers AG)

0,87 % Octa Soligen® zirconium 6 (materia seca, circonio de ácidos grasos ramificados C₆-C₁₉ en la mezcla de hidrocarburos (que contiene 6 % de Zr), Borchers AG)

1,57 % éster n-butílico del ácido glicólico (= éster butílico del ácido acético hidroxilo).

5 Los componentes se mezclan con una alta velocidad hasta el recubrimiento final. Un tipo de placa (mezclador tipo Muller), al igual que en la norma DIN EN ISO 8780-5 (abril de 1995), se usa como se describe. Para aplicar un mezclador tipo Muller®ENGELSMANN JEL 25/53 con un diámetro eficaz de placa de 24 cm. La velocidad de la placa inferior es de aproximadamente 75 para, en un primer momento, fijar un peso de 2,5 kg en la barra de carga, la fuerza entre las placas será de aproximadamente 0,5 kN. Un método de dispersión describió 0,4 g de pigmento y 1,00 g de pintura en una fase a 100 revoluciones con 2,5 kg de peso de carga según la sección de la norma DIN EN ISO 8780-5 (abril de 1995). El mezclador tipo Muller se abre y la laca se recoge rápidamente en la placa inferior fuera del centro. Al cerrar se añade otro 1,00 g de laca y se dobla la placa. Después de dos fases a 50 revoluciones sin peso de carga, la preparación se completa.

15 La laca pigmentada se recubre con un aplicador de película (espacio de al menos 150 micrómetros, más de 250 micrómetros) sobre un cartón no absorbente. El cartón barnizado (pliego) se seca a temperatura ambiente durante al menos 12 h. Antes de la medición cromática del pliego se seca una hora a aproximadamente 65 °C (± 5 °C) y se enfría.

20 Preparación en un esmalte alquídico para medir el brillo.

El pigmento y el agente de abrillantamiento se dispersan con un mezclador tipo Muller (máquina *Farbenausreib* tipo placa) en un sistema para laca de secado al aire. Como abrillantador se usa un pigmento comercial de dióxido de titanio Tronox RKB 2. El sistema para laca (laca) corresponde al descrito anteriormente.

Los componentes del sistema de recubrimiento se mezclan con una alta velocidad con la capa terminada.

30 La laca pigmentada y la capa de laca son como se ha descrito anteriormente, con 0,1500 g de pigmento a analizar, se pesan 0,7500 g de pigmento de dióxido de titanio Tronox® RKB 2 y 2,0 gramos de resina alquídica.

Colorímetro

35 Se usó un espectrofotómetro ("colorímetro") que tenía la geometría de medición d/8 sin una trampa de brillo. Esta geometría de medición se describe en la norma ISO 7724/2-1984 (E), sección 4.1.1, en la norma DIN 5033 parte 7 (julio de 1983), sección 3.2.4 y en la norma DIN 53236 (enero de 1983), sección 7.1.1.

40 Se empleó un instrumento de medición DATAFLASH® 2000 (Datacolor International Corp., EE.UU.). El colorímetro se calibró con una norma de trabajo de cerámica blanca, como se describe en la norma ISO 7724/2-1984 (E), sección 8.3. Los datos de reflexión de la norma de trabajo frente a un cuerpo idealmente blanco mate se depositan en el colorímetro de manera que, después de la calibración con la norma de trabajo de cerámica blanca, todas las mediciones de color se relacionan con el cuerpo idealmente blanco mate. La calibración del punto negro se realizó usando un cuerpo negro hueco del fabricante del colorímetro.

45 Colorimetría

50 El resultado de la colorimetría es un espectro de reflexión. En lo que respecta al cálculo de los parámetros colorimétricos, el iluminante usado para realizar la medición no tiene importancia (excepto en el caso de las muestras fluorescentes). A partir del espectro de reflexión es posible calcular cualquier parámetro colorimétrico deseado. Los parámetros colorimétricos L*, a* y b* usados en este caso se calculan según la norma DIN 6174 (valores de CIELAB) para la fuente de luz D65.

55 Una trampa de brillo, de estar presente, está apagada. La temperatura del colorímetro y del espécimen de ensayo fue de aproximadamente 25 °C ± 5 °C.

Prueba de estabilidad de molienda de pigmentos

60 Se molieron 0,5 g de polvo de pigmento durante 2 minutos con una bola de ágata de 10 mm en un molino de bolas vibratorias con una frecuencia de 2000 min⁻¹ realizado en el desmembrador tipo R de Sartorius. Se preparó una reducción del tono de color completo de la pintura como anteriormente.

Mediciones colorimétricas

65 La medición colorimétrica se realiza con el colorímetro Spectraflash 600 plus. Los ajustes son como se han descrito anteriormente.

Medición del tamaño de partícula y relación de aspecto:

El tamaño de partícula superficial equivalente circular x_c se determina analizando imágenes por MEB de monocapa de partículas aisladas o contiguas usando un programa de PC adecuado (p. ej., toma de imágenes). En primer lugar, la imagen se preprocesa adecuadamente con el fin de asegurar un alto contraste entre las partículas y el fondo. En segundo lugar, la imagen se forma en umbrales con el fin de obtener una imagen binaria, con lo cual el fondo es blanco y las partículas negras. Luego las partículas contiguas son separadas, ya sea manualmente dibujando líneas blancas entre ellas o, preferentemente, usando una función automatizada (p. ej., el algoritmo de Watershed). Finalmente, se analiza cada región negra correspondiente a una sola partícula, con lo cual su área se determina (área A) y se ajusta una elipse a ella (longitud de los ejes mayor y menor x_{mayor} y x_{menor}). El tamaño de partícula x_c está determinado por $x_c = \sqrt{(4A/\pi)}$. La relación de aspecto de la elipse está determinada por $RA_e = x_{mayor}/x_{menor}$. Las distribuciones de x_c y RA_e pueden determinarse midiendo un número suficiente de partículas y contándolas según su número o masa para formar una distribución ponderada en número o en masa, respectivamente.

15 Área superficial BET

El área superficial BET se determinó mediante la sorción de nitrógeno según el método multipunto. Antes de la medición, la muestra se desgasificó en una corriente de nitrógeno seco a 120 °C durante 12 h. La temperatura de medición fue de 77 K.

20 Parte experimental**Ejemplo 1:** Material de partida: Nitrato férrico nonahidrato

100 g de nitrato férrico nonahidrato se disolvieron en 45 g de ácido nítrico al 60 % a 60 °C, seguido de una recristalización de 24 horas a 7 °C y separación y secado de los cristales al vacío.

Ejemplo 2: (Comparación) Síntesis a escala de litros y medición del color de partículas esféricas de óxido de hierro amarillo

Se usó nitrato férrico nonahidrato recristalizado según el procedimiento del Ejemplo 1 para formar una solución de 2 l de solución acuosa de nitrato férrico 62 mM (disolvente: agua ultrapura). La solución resultante se envejeció durante 24 horas a temperatura ambiente. Luego se llenaron dos botellas de polietileno de baja densidad de 1 litro con la mitad de la solución y se colocaron en un horno ya precalentado a 60 °C. Las botellas se sacaron del horno después de 24 horas (muestra A) y 96 horas (muestra B) respectivamente. Cada uno de los sólidos fue lavado y recuperado según la sedimentación por gravedad para concentrarse en un volumen menor. Posteriormente, las suspensiones fueron centrifugadas hasta 3000 RCF, el sobrenadante se retiró y se produjo un reemplazo con agua pura. El proceso se repitió 3 veces. Luego se secaron los sólidos. Las muestras respectivas fueron visualizadas por microscopía de barrido electrónico. La desviación media y estándar de la distribución ponderada en masa se muestran en la Tabla 1. El producto fue analizado colorísticamente según el método mencionado anteriormente. Los parámetros de color se muestran en la Tabla 1.

Ejemplo 3A: (Presente invención) Síntesis a escala de litros; óxido de hierro amarillo esférico

La muestra A seca del Ejemplo 2 se redispersó en agua ultrapura y se colocó en un autoclave revestido de teflón. La concentración de sólidos en suspensión durante el tratamiento hidrotérmico fue del 0,2 % en peso. El autoclave fue sellado y calentado a 170 °C durante 20 horas para realizar un postratamiento hidrotérmico. A continuación, los sólidos fueron lavados y recuperados según la sedimentación por gravedad para concentrarse en un volumen menor. Posteriormente, la suspensión fue centrifugada hasta 3000 RCF, el sobrenadante se retiró y se produjo un reemplazo con agua pura. El proceso se repitió 3 veces. Luego el sólido se secó. El producto post-tratado hidrotérmicamente fue analizado colorísticamente según el método mencionado anteriormente.

Ejemplo 3B: (Presente invención) Síntesis a escala de litros; óxido de hierro amarillo esférico

La muestra seca B del Ejemplo 2 se utilizó de la misma manera que se describe en el Ejemplo 3A.

Los valores de color de los Ejemplos 2A, 2B, 3A y 3B se muestran en la Tabla 1. Al comparar los productos del Ejemplo 2 (comparación) y el Ejemplo 3 de la invención en la Tabla 1, es evidente que el tratamiento hidrotérmico adicional en los Ejemplos 3A y 3B conduce a un color mejorado (valores L^* y b^* más altos) en comparación con los respectivos productos no tratados hidrotérmicamente.

Tabla 1 Muestras según la invención antes (Ejemplo 2A y 2B) y después (Ejemplo 3A y 3B) del tratamiento hidrotérmico

Muestra	$x_{c,1,3}/nm$	RA _e	Superficie BET m ² /g	L*	a*	b*
Ejemplo 2 A	390,4 +/- 33,3	1,11 +/- 0,074	80	54,4	19,0	39,6
Ejemplo 3 A	365,6 +/- 31,0	1,12 +/- 0,081	29	56,6	18,6	43,2
Ejemplo 2 B	370,7 +/- 31,0	1,20 +/- 0,156	44	57,0	18,2	42,9
Ejemplo 3 B	366,4 +/- 43,7	1,24 +/- 0,175	16,4	58,5	17,9	45,7

5 Ejemplo 4: Comparación de la estabilidad de molienda del óxido de hierro amarillo esferoidal según la invención con pigmentos en forma de agujas o de erizo como se definen a continuación.

10 Se comprobó la estabilidad total del pigmento en un pigmento producido según la invención (Ejemplo 3B), un pigmento en forma de erizo según el ejemplo 4 del documento DE-A1-33 26 632 y un pigmento de goethita en forma de agujas (Bayferrox® 920). En cada caso, se realizaron mediciones de tono completo en un pigmento molido y no molido, como se mencionó anteriormente. En la Tabla 2 se muestran los valores de color.

Tabla 2 Valores de color de los pigmentos según la invención y pigmentos comúnmente utilizados que muestran el efecto de la molienda sobre el color

		L*	a*	b*	dL*	da*	db*
Ejemplo 3B	No molido	58,5	17,9	45,7			
	Molido	58,2	17,9	45,4	-0,3	0,0	-0,3
Comparación (ejemplo 4 del documento DE-A1-33 26 632)	No molido	58,6	16,6	44,5			
	Molido	58,1	14,9	41,2	-0,4	-1,7	-3,4
Bayferrox® 920 (goethita en forma de agujas de Lanxess)	No molido	59,3	16,4	43,8			
	Molido	59,3	15,5	42,7	0,0	-1,0	-1,1

REIVINDICACIONES

1. Goethita que tiene

- 5 i) una relación de aspecto RA inferior a 1,5, preferentemente inferior a 1,3, lo más preferentemente inferior a 1,2, en particular inferior a 1,1, determinada de acuerdo con el método descrito
 ii) un valor de L* de CIELAB de 58 a 59
 iii) un valor de b* de CIELAB de 43 a 47
10 iv) y un delta b* < 0,6, preferentemente < 0,5, determinado después de la molienda de acuerdo con el método descrito.

2. Uso de pigmentos de acuerdo con la reivindicación 1 para colorear productos de las industrias de las tintas, de las pinturas, de los recubrimientos, de los materiales de construcción, de los plásticos y del papel, en alimentos, en barnices para hornear o recubrimientos de bobinas, en gránulos de arena, ladrillos silicocalcáreos, esmaltes y vidriados
15 cerámicos y en productos de la industria farmacéutica, particularmente en comprimidos.