

PP



Industria y Comercio
S U P E R I N T E N D E N C I A

[Handwritten signature]

Delegatura de propiedad Industrial
División de Nuevas Creaciones

SOLICITUD
PATENTE DE INVENCION

06-6801

21. **EXPEDIENTE No.** _____

54. **TÍTULO** _____
PIGMENTOS COLORANTES DE FERRITACONE CINC ESTABLES A LA
REDUCCION, PROCEDIMIENTO PARA SU PREPARACION ASI COMO SU USO

51. **CLASIFICACIÓN INTERNACIONAL** _____ **C 09 C 1 / 22**

71. **SOLICITANTE** _____ **LANXESS DEUTSCHLAND GMBH**

DOMICILIO _____ **LEVERKUSEN, ALEMANIA**

74. **APODERADO** _____ **EMILIO FERRERO**
C.C. 438,019 de Usaquén

22. **BOGOTÁ, D. C.,** _____



PETITORIO

SUPERINTENDENCIA Y COMERCIO
Radicación : 06006001-00000000
Fecha (AMD): 2005-01-25 16:45:39
Trámite : 0002 PATENTES D 1 REGISTRO/ 411 PRESENCIA
Dependencia: 0000 DIVISION DE NUEVAS CREACIONES

FORMULARIO UNICO DE SOLICITUD DE PATENTE

1 SOLICITUD DE: ☒ Patente de Invención ☐ Patente de Modelo de Utilidad			
2 SOLICITANTE (71)		Nombre LANXESS DEUTSCHLAND GMBH sociedad constituida y existente bajo las leyes de la República Federal de Alemania Dirección Leverkusen 51368 República Federal de Alemania Domicilio Leverkusen República Federal de Alemania Lugar de Constitución Leverkusen República Federal de Alemania Teléfono 347 36 11 Fax 217 92 11 E-mail clientes@camyp.com	
3 REPRES TANTE O APODERADO		Nombre EMILIO FERRERO Dirección Carrera 4ª No 72-35 Teléfono 347 36 11 Fax 217 92 11 E-mail clientes@camyp.com Domicilio Bogotá, Colombia IDENTIFICACIÓN C C ☐ NIT ☐ C E ☐ Otro ☐ Número Cual	
4 INVENTOR (ES) (72)		1. Nombre Carsten ROSENHAHN Dirección Schillerstr 91 Krefeld- 47799 República Federal de Alemania Nacionalidad Aleman 2. Nombre Udo KRÄUTER Dirección Völklinger Str 24 Leverkusen- 51375 República Federal de Alemania Nacionalidad Aleman 3. Nombre Ralf-Gerhard KÖNIG Dirección Eller Str 169 Dusseldorf- 40227 República Federal de Alemania Nacionalidad Aleman	
5 Título (54) PIGMENTOS COLORANTES DE FERRITA DE CINCO ESTABLES A LA REDUCCIÓN, PROCEDIMIENTO PARA SU PREPARACIÓN ASÍ COMO SU USO			
6 Clasificación Internacional (51) C09C 1/22			
7 Prioridad SI☒ NO☐		(33) País de Origen DE	(32) Fecha 25 de Enero 2005
		(31) Número de Solicitud 10 2005 003 356.3	

8

Para publicar a partir de la fecha de la presente solicitud a los:6 meses ☐ 12 meses ☒ 18 meses ☐ Otro ☐ Cual _____

9

Comprobante de pago No.: 06-1,938**Fecha: 10 de Enero 2006**

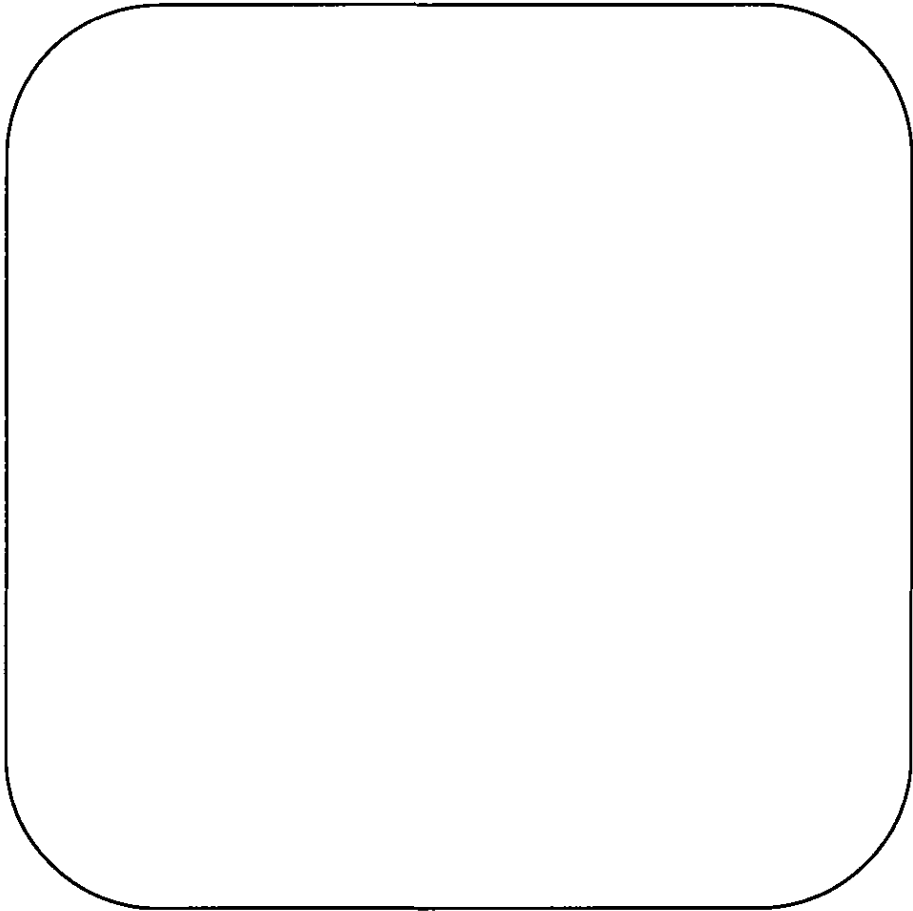
10

Anexos:

- ☒ Comprobante de pago de la tasa de presentación de la solicitud por \$ 463.000 oo
- ☐ Comprobante de pago de la tasa por concepto de excedente de palabras en la publicación
- ☒ Comprobante de pago por reivindicación de prioridad
- ☒ Documento que acredita la existencia y representación legal cuando el solicitante sea persona jurídica.
- ☒ Poderes, si fuere el caso.
- ☒ Certificado de la fecha de presentación de la solicitud prioridad expedida por la autoridad correspondiente y una copia certificada de la primera solicitud si se reivindica prioridad
- ☒ Traducción simple de la primera solicitud, si se reivindica prioridad.
- ☐ Documento de cesión del inventor al solicitante o a su causante
- ☒ Resumen
- ☒ Descripción de la invención.
- ☒ Una o más reivindicaciones
- ☐ Dibujos y/o planos necesarios
- ☐ De ser el caso, copia del contrato de acceso.
- ☐ De ser el caso, documento que acredite la licencia o autorización de uso de conocimientos tradicionales de las comunidades indígenas.
- ☐ De ser el caso, certificado de depósito del material biológico
- ☐ Arte final 12x12
- ☐ De ser el caso, información sobre otras solicitudes de patente o títulos obtenidos en el extranjero por el mismo titular o su causante, relacionadas parcial o totalmente con la invención de esta solicitud

11

FIGURA CARACTERÍSTICA



12

Solicito la concesión de la patente,
NOMBRE:.

EMILIO FERRERO

FIRMA .

C C. 438 019 de Usaquén T.P. 31 929

Instrucciones para la presentación de los anexos, ver reverso de esta página

FCC

Representación y Poder con autenticación notarial y Apostille para patentes, modelos de utilidad, diseños industriales, marcas de fábrica, nombres comerciales, enseñanzas, nombres de dominio, lemas comerciales, licencias.

9/0

Representation and Power-of-Attorney with notarial authentication and Apostille for patents, utility models, industrial designs, trademarks, commercial names, trade emblems, domain names, slogans, licenses.

REPRESENTACION Y PODER

REPRESENTATION AND POWER OF ATTORNEY 34984 33266

Yo (nosotros), abajo firmado (s)/I (we), the undersigned

LANXESS DEUTSCHLAND GMBH

domiciliado (s) en/of

51368 Leverkusen, Germany, hereby ratify the patent

application No. 05,054,950 filed by EMILIO FERRERO on June 7, 2005, and

por el presente nombramos a EMILIO FERRERO, tpa 31929, GONZALO PERDOMO, tpa 831, LUZ CLEMENCIA DE PAEZ, tpa 23555 y GERMAN CAVELIER, tpa 832, domiciliados en la Carrera 4a N° 72-35, Bogotá, Colombia, en obediencia a lo dispuesto en el parágrafo 1o del Artículo 543 del Código de Comercio, el primero como principal y los demás como suplentes, en su orden, como mis (nuestros) representantes en todos los asuntos de propiedad industrial con facultad para recibir notificaciones y nombrar apoderados judiciales o extrajudiciales. El primer representante suplente reemplazará al principal en caso de ausencia o impedimento temporal o definitivo de aquél. La misma regla se aplicará cuando el segundo representante suplente haya de reemplazar al primero, o el tercero al segundo. En tales casos, el representante principal, o el primero, o segundo suplente, en su caso, o ambos, declararán su intención de no ejercer la representación mediante declaración autenticada por Notario Público en Colombia, o por Notario u otro Funcionario Público, o Cónsul de Colombia, en el extranjero, y si se tratare de impedimento, con el certificado respectivo. Si alguno de los nombrados faltare definitivamente, el siguiente tomará su lugar. Cuando cesare la ausencia o impedimento del representante principal, o de su primero o segundo suplentes, en su caso, podrán ejercer la representación, en su orden, uno u otros según el caso, asumiéndola por el solo hecho de ejercerla, cesando en ese momento el ejercicio de la representación por el primero, segundo o tercer suplente en su caso.

Además, confiero (conferimos) poder a los abogados arriba nombrados, para obtener la protección de mi (nuestra) propiedad industrial y contra la competencia desleal, a cuyo efecto autorizo (amos) a los dichos apoderados para que me (nos) representen ante cualesquiera entidades o personas, ejerzan o no jurisdicción, especialmente ante las del orden administrativo, contencioso-administrativo y judicial, así como los tribunales de arbitramento, en

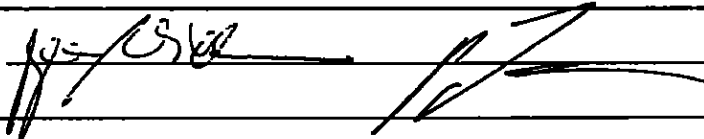
in due compliance with the terms of paragraph 1st of article 543 of the Commercial Code, do hereby appoint EMILIO FERRERO, tpa 31929, GONZALO PERDOMO, tpa 831, LUZ CLEMENCIA DE PAEZ, tpa 23555 and GERMAN CAVELIER, tpa 832, domiciled at Carrera 4a N° 72-35, Bogotá, Colombia, the first as principal and the others as alternates, in the order of their appointment, as our representatives for all industrial property matters with faculty to receive notifications and to appoint attorneys in and out of Court. The first alternate shall replace the principal in case of his absence or of temporal or definitive impediment. The same rule will apply when the second alternate representative is to replace the first one, or when the third is to replace the first or second alternates in their turn, or both of them, second. In such cases, the principal representative, or the first or second alternates in their turn, shall state their intention not to act as representatives through a declaration given before a Notary Public in Colombia, or before a Notary or another Public Official or a Colombian Consul abroad, and in case of impediment, the appropriate certificate shall suffice. If any of the appointees were to be definitely absent, the following alternate shall take his place. When the absence or impediment of the principal representative, or of the first or second alternate in their turn ceases, the representation can be taken again in their sequence, by the principal, the first or second alternate depending on case, and the mere fact or its exercise will suffice. The exercise of the representation by the first, second or third alternates in their turn shall end at such time.

In addition, we grant a Power of Attorney in favor of the above-named attorneys-at-law so that they may obtain the protection of my (our) industrial property and against the unfair competition, for which purpose I (we) authorize the said attorneys to represent me (us) before any authorities or persons, with or without jurisdiction, specially those administrative, administrative contentious and judicial, as well as before Arbitration Court, in all

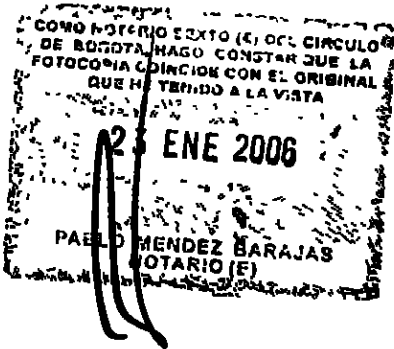
erniente, a los siguientes asuntos a) Obtención de invención, modelos de utilidad y diseños industriales, el marcas de fábrica, colectivas, defensivas, de servicio, comerciales, nombres comerciales, enseñas, nombres de variedades vegetales y denominaciones de origen, su acción, traspaso, cambio de nombre o domicilio, cancelación, y el registro de licencias de uso de esos derechos, b) Las acciones de competencia desleal, protección del consumidor, oposiciones u observaciones, cancelación administrativa y judicial, nulidad, medidas cautelares, concesión de licencias, la tutela, la protección de secretos industriales, y en general los juicios civiles, penales, administrativos o contencioso-administrativos relacionados con estos derechos, acciones y procesos que promovamos o se nos promuevan Y para que en todos los asuntos arriba determinados, puedan sustituir este mandato, transigir, conciliar, admitir los hechos del proceso, desistir, cancelar, recibir, renunciar, y ratificar los actos de agentes oficiosos

matters concerning the following: a) Obtainment of patents, utility models and industrial designs, the registration of trademarks, collective, defensive and service marks, slogans, commercial names, trade emblems, domain names, vegetal varieties and denominations of origin, its renewal, assignment, change of name or domicile, voluntary cancellation, and the registration of licenses of use of the above rights, b) Actions of unfair competition, protection to the consumer, oppositions or observations, administrative or Court cancellation, nullity, infringement, granting of licenses, the action for writ mandamus, the protection of trade secrets, and in general the civil, penal, and administrative suits relating to those rights, actions and suits instituted by me (us) or against me (us) And that in all the above matters they may substitute this Power of Attorney, compromise, conciliate, admit the facts of the case, desist, cancel, receive, resign, and ratify acts done by representatives without a power of attorney

Dado y firmado hoy/Given and signed this June 06, 2005
en/in Deverkusen, Germany

por/by 

Firma/Signature
ppa.Dr.Birgid Wichmann ppa.Dr.Manfred Zobel
(both secretaries)



No. 1099 of the document register for 2005

I herewith verify the signature(s) of

Dr. Birgid Wichmann

and

Dr. Manfred Zobel

of the following business address:

c/o Lanxess Deutschland GmbH
LIP-IPR
51369 Leverkusen / Germany

who is/are (jointly) authorised representative(s)
of LANXESS Deutschland GmbH and is/are known personally to me

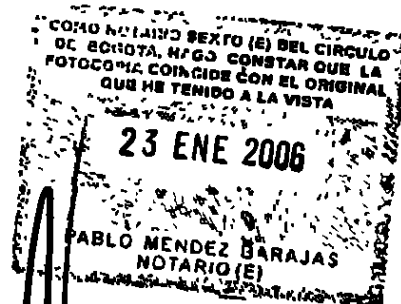
which was/were subscribed today in my presence of the previous page beneath the
typewritten company name, and confirm that, having today inspected the commercial register
of the legal court in Cologne , is recorded in Section B 52600 as (jointly) authorised
representative(s).

I verify that LANXESS Deutschland GmbH involved in this Certification is active and exists as
legal entity.

Notary Public



A handwritten signature of the notary public, consisting of a stylized, cursive script.



URNr. 1099/2005

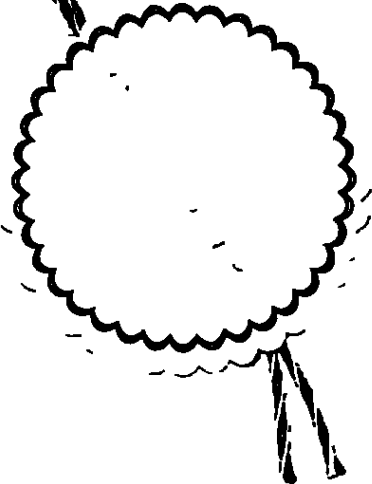
Ich beglaube die vor mir vollzogenen Unterschriften von :

1. Frau Dr. Birgid Wichmann, geschäftsansässig in
D - 51369 Leverkusen, Bayerwerk, Germany,
2. Herrn Dr. Manfred Zobel, geschäftsansässig in
D - 51369 Leverkusen, Bayerwerk, Germany

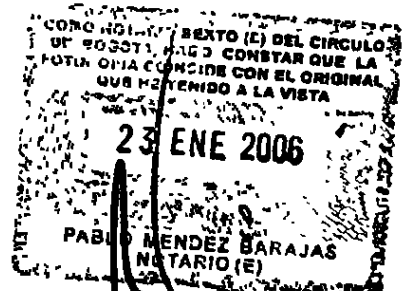
- bekannt -.

Ich bescheinige aufgrund Einsicht vom heutigen Tage in das Handelsregister des Amtsgerichts Köln - HR B 52600 -, dass die zu 1. und 2. Genannten berechtigt sind, die LANXESS Deutschland GmbH in Leverkusen als Prokuristen einzeln zu vertreten.

Leverkusen, den 7. Juli 2005.



Notar





APOSTILLE

(Convention de La Haye du 5 octobre 1961)

1 Land: Bundesrepublik Deutschland

Diese öffentliche Urkunde

2. ist unterschrieben von Klaus Striewski

3. in seiner Eigenschaft als Notar

4 Sie ist versehen mit dem Siegel/des *in Anlage*
Notars Klaus Striewski in Leverkusen

Bestätigt

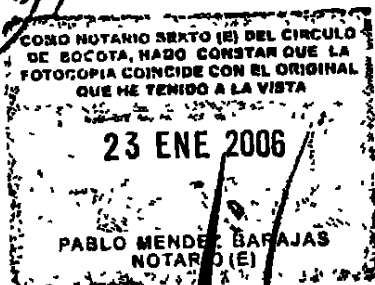
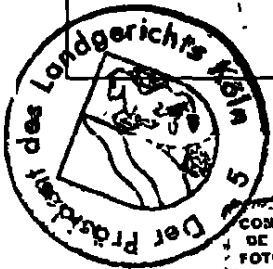
5 in Köln 6 am 12 07 2005

7 durch den Vizepräsidenten des Landgerichts Köln

8 unter Nr 2514/05

9 Stempel 10. Unterschrift

Caliebe
Caliebe



Kostenüberschnung

§§ 14, 134 KostO.

Werts EUR 7.000,-

Cos § 62, 73 (?) ELR 10,00

Cos § 50 EJR 10,00

Geb. § 150 EUR 13,00

Umsatzsteuer EUR 33,00

§ 151a, 16% EUR 5,28

Zus. EUR 38,28

rez Striewski, Notar

4

TRADUCCIÓN OFICIAL No. 14.08/05 preparada por María Elvira Martelo, traductora oficial aprobada por el Ministerio de Justicia mediante resolución 2879 de 1999 y reconocida por el Ministerio de Relaciones Exteriores.

A continuación se traducen los sellos y legalizaciones de un documento Poder escrito en inglés y español, por el cual **LANXESS DEUTSCHLAND GMBH**, sociedad domiciliada en 51368 Leverkusen, Alemania, ratifica la solicitud de patente No. 05.054.950 presentada por Emilio Ferrero y otorga poder a **EMILIO FERRERO, GONZALO PERDOMO, LUZ CLEMENCIA DE PÁEZ y GERMÁN CAVELIER**.

Dado y firmado el 06 de junio de 2006

en Leverkusen, Alemania

por (Aparecen dos firmas ilegibles)

Firma Dr. Birgid Wichmann

Dr. Manfred Zobel

(ambos secretarios)

No. 1099 del registro de documentos de 2005

Por el presente certifico las firmas de:

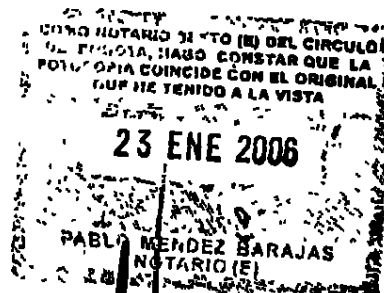
Dr. Birgid Wichmann

Y

Dr. Manfred Zobel

Con la siguiente dirección comercial:

c/o Lanxess Deutschland GmbH



9

MUSA JOH
DIRECTOR GENERAL DE LA
SECRETARIA DE ECONOMIA
CARRANZA COAHUILA DE ZARAGOZA
MEXICO

ha 12.07.2005.

MARIA ELVIRA MARTELO
 Traductora e Interprete Oficial
 Inglés - Español - Inglés
 Res. No 2879 Min Justicia

COMO NOTARIO SEXTO DEL CIRCULO DE SANTAFE DE BOGOTA, HAGO CONSTAR QUE LA(S) FIRMA(S) DE

Maria Elvira Martelo

CONCORDA CON LA FIRMA REGISTRADA POR EL(LOS) EN ESTA NOTARIA

SANTAFE DE BOGOTA. 25 AGO 2005

NO SE ASUME RESPONSABILIDAD DEL TEXTO

2005 AUG 25 A 11:27

Jefe de LEGALIZACIONES
SANTAFE DE BOGOTA D.C.

REPUBLICA DE COLOMBIA
CIRCULO NOTARIAL
SANTAFE DE BOGOTA D.C.

MINISTERIO DE RELACIONES
EXTERIORES

462177

Maria Elvira Martelo

COPIA (FIRMA AGENTE) EN EL DOCUMENTO QUE SE LE INDICÓ

EXCELENCIA DEL CIRCULO NOTARIAL

HAGO CONSTAR QUE LA FIRMA REGISTRADA EN EL CIRCULO NOTARIAL CONCORDA CON EL ORIGINAL TENIDO A LA VISTA

27 ENE 2006

PABLO MENDEZ BARAJAS
NOTARIO (E)

TRADUCCION OFICIAL No. 10897

de un documento escrito en Alemán, efectuada por Luz Arriaga de Herber, resolución del Ministerio de Justicia 599 del 6 de marzo 1978.-

Traducción de la apostilla en alemán que se encuentra a continuación de un documento de ratificación, representación y poder, por medio del cual LANXESS DEUTSCHLAND GMBH, domiciliada en 51368 Leverkusen, Alemania, ratifica la solicitud de patente No. 05.054.950 presentada por Emilio Ferrero el 7 de junio 2005 y nombra como sus representantes a EMILIO FERRERO tpa 31929, GONZALO PERDOMO tpa 831, LUZ CLEMENCIA DE PAEZ, tpa 23555 y GERMAN CAVELIER, tpa 832, domiciliados en la Carrera 4. No 72-35, Bogotá. Dado y firmado en Leverkusen, Alemania, el 6 de junio 2005. Hay dos firmas ilegibles de los representantes legales de LANXESS DEUTSCHLAND GMBH, señores Wichmann y Zobel.

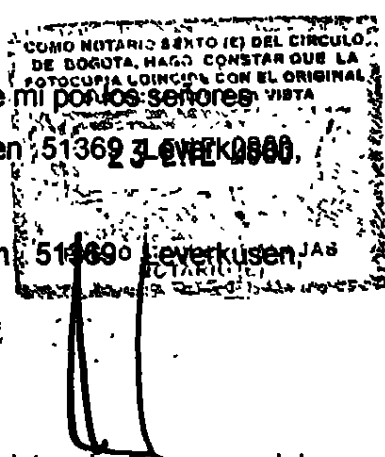
Sigue certificación en inglés de las firmas de los mencionados señores y de la existencia de la sociedad el 7 de julio 2005 bajo el No 1099/2005 por el notario de Leverkusen, Klaus Striewski.

Fdo.: firma ilegible (hilo y oblea notarial)

Protocolo notarial No. 1099/2005

Certifico la autenticidad de las firmas antecedentes puestas ante mí por los señores

1. Dra. Birgid Wichmann, con domicilio comercial en 51369 Leverkusen, Bayerwerk, Alemania
 2. Dr. Manfred Zobel, con domicilio comercial en 51369 Leverkusen, Bayerwerk, Alemania
- a quienes conozco en persona-



Certifico por haber tenido a la vista el día de hoy el Registro de Comercio del Juzgado Municipal de Colonia - HRB 52600 -, que los señores mencionados en los puntos 1 y 2 están facultados, en calidad de apoderados, para representar a la firma LANXESS Deutschland GmbH, domiciliada en Leverkusen

Fdo.. firma ilegible, Notario

LUZ ARRIAGA DE HERBER
TRADUCTORA E INTERPRETE OFICIAL
[Signature]
Resolucion No 599 Minjusticia

Leverkusen, 7 de julio 2005
(hilo y oblea notarial)

APOSTILLE

(Convention de La Haye du 5 octobre 1961)

1. País: República Federal de Alemania

Este documento público

2. Ha sido firmado por el notario **Klaus Striewski**

3 Actuando en calidad de notario

4. Lleva el sello del notario **Klaus Striewski, notario en Leverkusen**

Certificado

5. en Colonia

6. el 12.07.2005

7 por el Presidente del Tribunal Regional de Colonia

8. bajo el No 2514/05

9 Sello

10. Firma

(sello redondo No. 5)

Fdo.: firma ilegible

El Presidente del Tribunal Regional de Colonia

Caliebe

Costas:

Art. 141, 154 KostO

Valor Euros 3.000,--

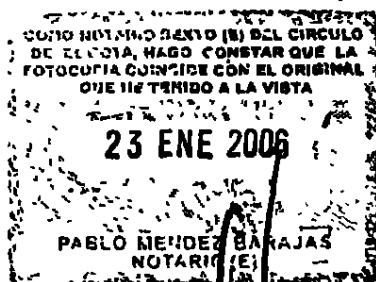
Derechos Art. 32, 45 (I) Euros 10,--

Derechos Art. 58 Euros 10,--

Derechos Art. 150 Euros 13,--

Art. 151 16% IVA Euros 5,28

Total Euros 38,28



Fdo : Striewski, notario

ES TRADUCCION FIEL Y COMPLETA, de la cual se deja copia en los archivos de estas oficinas para su confrontación

Bogotá, 22 de agosto 2005

C 2212

LUZ ARRIAGA DE HERBER
TRADUCCION FIEL Y COMPLETA OFICIAL
Luz Arriaga de Herber
Resolución No 559 Minjusticia

COMO NOTARIO SEXTO DEL CIRCULO DE SANTAFE DE
BOGOTA, HAGO CONSTAR QUE LA(S) FIRMA(S) DE

Luz Arriaga de Herber

LA FIRMA REGISTRADA POR
EN ESTA NOTARIA

25 AGO 2005

COLEX JUDICIAL



NO SE ASUME
RESPONSABILIDAD DEL TEXTO

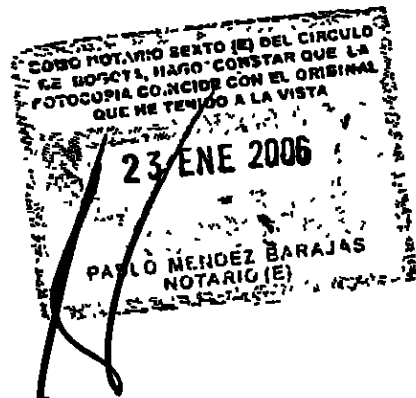
2005 AUG 25 A 11:09

JESSE DE LEGALIZACIONES
SANTAFÉ DE BOGOTÁ D.C.

MINISTERIO DE RELACIONES
EXTERIORES

462170

CUYA FIRMA APARECE EN EL
DOCUMENTO
LAS FIRMAS

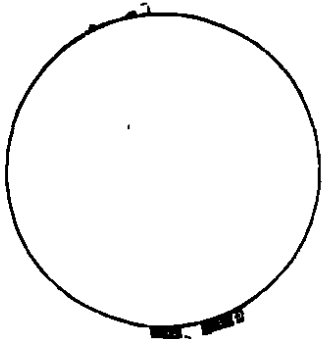




**Prioritätsbescheinigung über die Einreichung
einer Patentanmeldung**

Aktenzeichen: 10 2005 003 356.3
Anmeldetag: 25 Januar 2005
Anmelder/Inhaber: LANXESS Deutschland GmbH,
51373 Leverkusen/DE
Bezeichnung: Reduktionsstabile Zinkferrit-Farbpigmente,
IPC: C 09 C 1/22

Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ursprünglichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.



München, den 20. Dezember 2005
Deutsches Patent- und Markenamt

Der Präsident
Im Auftrag

Aurks

Reduktionsstabile Zinkferrit-Farbpigmente, Verfahren zu ihrer Herstellung sowie deren Verwendung

Die vorliegende Erfindung betrifft Zinkferrit-Farbpigmente, ein Verfahren zu ihrer Herstellung sowie deren Verwendung. Sie betrifft insbesondere helle, gelbe Zinkferrit-Farbpigmente mit verbesserter Reduktionsstabilität.

Zinkferrit-Pigmente werden für technische Verwendungen eingesetzt

Je nach stöchiometrischer Zusammensetzung, Zusatzstoffen, Teilchengrößen, Kristallform und Oberflächeneigenschaften kann das im Spinellgitter kristallisierende Zinkferrit als Ausgangsmaterial für Weichmagnete, als Korrosionsschutz oder als Farbpigment eingesetzt werden.

Als "Tan"-Pigmente sind nicht ferrimagnetische Farbpigmente im angelsächsischen Sprachraum bekannt geworden.

In US 3,832,455 A1 ist die Herstellung der Zinkferrit-Pigmente beschrieben. Eine Fällung von Eisenoxidhydroxid aus Eisen(II)-sulfatlösung auf Zinkoxid oder Zinkcarbonat bei pH-Werten von 5 bis 6 und Temperaturen von 49 bis 52 °C wird filtriert, die Feststoffe gewaschen, getrocknet und gegläht.

Nach US 2,904,395 A1 werden die Zinkferrit-Pigmente entweder durch gemeinsame Fällung aus den entsprechenden eisen- und zinkhaltigen Lösungen mit anschließendem Filtrieren, Waschen, Trocknen und Glühen oder auch durch Glühen einer in wässriger Suspension gewonnenen innigen Mischung aus Eisenoxidhydroxid und Zinkoxid hergestellt. Die Glühung erfolgt bei Temperaturen bis zu 1.000 °C unter Zusatz von Katalysatoren, beispielsweise Salzsäure oder Zinkchlorid.

US 4,222,790 A1 beschreibt, dass der Glühprozess zur Herstellung von Zink- oder Magnesiumferrit verbessert werden kann, wenn der Mischung Alkalimetallsilikat zugesetzt wird. Als Flockungsmittel für die Filtration kann Aluminiumsulfat zugegeben werden.

Die Zugabe von Al_2O_3 und P_2O_5 bildende Verbindungen bei der Kalzinierung von chlorldfreien farbreinen Zinkferritpigmenten wird in DE 31 36 279 A1 beschrieben.

Zinkferrit-Pigmente werden auch als Farbpigmente für die Farbindustrie eingesetzt.

Farbreine Zinkferrit-Farbpigmente ohne Zusatzstoffe können gemäß der EP 154919 A1 dadurch erhalten werden, dass nadelförmiges $\alpha\text{-FeOOH}$ bestimmter Teilchengröße und Oberfläche und Zinkoxid bestimmter Oberfläche eingesetzt werden. „Farbreine“ oder auch „gesättigte“ Farben

sind die reinen Spektralfarben. Über den Farbstich geht die Entsättigung der Farbe, auch Verweißlichung genannt, bis hin zum reinen Weiß. (Vergleich zum Beispiel „Vom Punkt zum Bild“, F. Bestenreiner, Wichmann Verlag 1988, ISBN 3-87907-164-0 Seite 61) Farbreine Farbpigmente sind deshalb erwünscht, weil Sie für den Endanwender den besseren Farbeindruck des eingefärbten Prüfkörpers vermitteln.

In der JP 5 70 11 829 A wird zur Herstellung hitzebeständiger gelber Zinkferrit-Farbpigmente Titanoxid zugesetzt. Hitzebeständig bedeutet, dass diese Pigmente in Hochtemperaturanwendungen in inerter oder in oxidierender Umgebung (z.B. Keramikanwendungen) mit geringer Beeinträchtigung der färbenden Wirkung und nur unter geringer Änderung des Farbtons eingesetzt werden können.

In T.C. Patton, Pigment Handbook, Vol. 1, Properties and Economics, S. 347 und 348, John Wiley & Sons, New York 1973, werden allgemein die erhaltenen Zinkferrit-Farbpigmente beschrieben.

Da sich die oben genannten Zinkferrit-Farbpigmente durch hervorragende Licht- und Wetterbeständigkeit sowie hohe Hitzebeständigkeit in oxidierender Umgebung, wie zum Beispiel Luft oder Keramiken, auszeichnen, werden sie auch anstelle von weniger hitzebeständigen Mischungen aus Eisenoxidgelb und Eisenoxidrot eingesetzt. Deshalb haben die Zinkferrit-Farbpigmente des Standes der Technik ihre Anwendung zur Einfärbung von Sandgranulaten, Kalksandsteinen, Emails, Keramikglasuren, Einbrennlacken und Kunststoffen gefunden – also vornehmlich in inerten oder oxidierenden Hochtemperaturanwendungen.

Obwohl die oben genannten Zinkferrit-Farbpigmente bei hohen Temperaturen über 700 °C hergestellt werden, unterliegen sie in verschiedenen Umgebungen, insbesondere bei der Einfärbung in organischen Materialien, unterschiedlich starken Farbveränderungen. Deshalb können sie in diesen Systemen häufig nicht mehr als reduktionsstabil angesehen werden. So zeigt sich bei der Einfärbung von Kunststoffen wie HDPE, dass die Farbtonverschiebung zu dunkleren, schmutzigen Tönen bereits ab etwa 250 °C so deutlich wird, dass eine Einfärbung mit Zinkferrit-Farbpigmenten nicht mehr sinnvoll ist. Dies ist speziell bei der Einfärbung von Kunststoffen der Fall, die höhere Verarbeitungstemperaturen erfordern, wie z.B. Polyamid oder ABS-Kunststoffe. Diese Farbverschiebung, die durch den Wert ΔE^* gekennzeichnet wird, wird durch die reduzierende Umgebung in der Kunststoffschmelze hervorgerufen; die Zinkferrit-Farbpigmente sind nicht ausreichend reduktionsstabil. Reduktionsstabilität im Sinne der Anmeldung bedeutet, dass die Farbverschiebung ΔE^* der HDPE Probekörper bei Erhöhung der Einarbeitungstemperatur von 200°C auf 300°C maximal 0,7 Einheiten beträgt.

„HDPE“ ist eine Kurzbezeichnung (nach DIN 7728, Tl. 1, von Januar 1988, der englischen Bezeichnung „high density polyethylene“ abgeleitet) für unter niedrigem Druck hergestelltes Polyethylen hoher Dichte. Anstelle der Kurzbezeichnung HDPE wird heute zunehmend die Abkürzung PE-HD verwendet. Neben dem konventionellen HDPE mit Molmassen von unter 300 000 g/mol sind für Spezialzwecke höhermolekulare Polyethylene hoher Dichte auf dem Markt, die als „high molecular weight“ HMW-HDPE ($4 \cdot 10^4 < MR < 3 \cdot 10^5$), „extra high molecular weight“ ($5 \cdot 10^5 < MR < 1,5 \cdot 10^6$) u. „ultra-high molecular weight“ UHMW-PE ($MR > 3,1 \cdot 10^6$) bezeichnet werden (Römpp Lexikon Chemie – Version 2.0, Stuttgart/New York: Georg Thieme Verlag 1999).

DE 3 819 626 A1 beschreibt die Herstellung reduktionsstabiler Zinkferrit-Farbpigmente, ein Verfahren zu ihrer Herstellung sowie deren Verwendung. Durch Zugabe einer Lithiumverbindung zu einer Ausgangsmischung von Zinkoxid und Eisenoxid werden Zinkferrit-Farbpigmente hergestellt, die Lithium enthalten. Diese Zinkferrit-Farbpigmente zeigen eine Farbverschiebung ΔE^* in HDPE nach DIN 53 772 und DIN 6174 von 2,8 der Proben, die bei 260 °C und bei der tiefstmöglichen Prüftemperatur (=200 °C) als Bezug hergestellt wurden. Verarbeitungstemperaturen von 300 °C ergaben einen ΔE^* -Wert von 5,0 Einheiten. Nachteilig an diesen Zinkferrit-Farbpigmente ist jedoch, dass sie zu dunkel sind. Diese Pigmente liegen im Farbton, wenn stöchiometrische Zinkferrite hergestellt werden, jedoch um mehr als 1,5 L* CIELAB Einheiten (gemessen gemäß DIN 6174 in HDPE Probekörper, wo die Probekörper gemäß DIN 53772 vorbereitet worden) in der Helligkeit dunkler und im Farbort circa zwei CIELAB Einheiten blauer (gekennzeichnet durch einen kleineren b^* -Wert im CIELAB-Farbsystem) als undotierte Zinkferrit-Farbpigmente.

Der Erfindung lag die Aufgabe zugrunde, Zinkferrit-Farbpigmente bereitzustellen, die bei gleich guter Reduktionsstabilität heller und gelber sind als reduktionsstabile Zinkferrit-Farbpigmente nach dem Stand der Technik.

Diese Aufgabe wurde gelöst durch Zinkferrit-Farbpigmente mit einem Eisengehalt $\leq 66,4$ % Gew.-% und einem Lithium-Gehalt von mindestens 0,08 Gew.-%. Die Methoden zur Bestimmung des Eisen- und Lithiumgehalts sind in den Beispielen angegeben.

Nach dem bisherigen Stand der Technik wird bei Zinkferrit-Farbpigmenten die stöchiometrische Zusammensetzung mit einem Eisengehalt von 66,6 Gew.-% als die farblich optimale Zusammensetzung angenommen. Wenn man jedoch Zinkferrite-Farbpigmente mit einem Eisengehalt von 66,6 Gew.-% mit Lithiumionen dotiert, kommt es zwar zu einer Verbesserung der Reduktionsstabilität, aber auch zu einer deutlichen Verschlechterung der Farbwerte.

Wenn der Eisengehalt aber auf unter 66,6 Gew.-% abgesenkt wird, also ein eisenarmes und damit unterstochiometrisches Zinkferrit hergestellt wird, zeigt sich überraschender Weise, dass sich der Farbort durch die Dotierung mit mindestens 0,08 Gew.-%, Lithium um mindestens 1,5 CIELAB-Einheiten in der Helligkeit L^* und in Gelb-Wert b^* jeweils erhöht.

- 5 Die Zinkferrit-Farbpigmente weisen vorzugsweise bei der Einarbeitung in HDPE eine Farbverschiebung ΔE^* nach DIN 53772 und DIN 6174 bei 300 °C von < 4,0, bevorzugt von < 3,0, auf. Die Methode zur Messung der Farbverschiebung ΔE^* ist in den Beispielen angegeben.

- 10 Die Zinkferrit-Farbpigmente weisen vorzugsweise bei der Einarbeitung in HDPE eine Farbverschiebung ΔE^* nach DIN 53772 und DIN 6174 bei 260 °C von < 3,0, bevorzugt von < 2,4 auf.

Die Zinkferrit-Farbpigmente weisen vorzugsweise einen L^* -Wert in CIELAB-Einheiten, gemessen gemäß DIN 6174, in HDPE Probekörper, wo die Probekörper gemäß DIN 53772 vorbereitet wurden, von > 51, bevorzugt von > 52 auf. Die Methode zur Messung des L^* -Wertes ist in den Beispielen angegeben.

- 15 Die Zinkferrit-Farbpigmente weisen vorzugsweise einen b^* -Wert in CIELAB-Einheiten, gemessen gemäß DIN 6174, in HDPE Probekörper, wo die Probekörper gemäß DIN 53772 vorbereitet wurden, von > 34, bevorzugt von > 35 auf. Die Methode zur Messung des b^* -Wertes ist in den Beispielen angegeben.

- 20 Die Erfindung betrifft auch ein Verfahren zur Herstellung von Zinkferrit-Farbpigmenten, dadurch gekennzeichnet, dass eine der Zusammensetzung der Zinkferrit-Farbpigmente entsprechenden Ausgangsmischung von Zinkoxid und Eisenoxid enthaltende oder ergebende Rohstoffmischung, -Lösung oder -Suspension entweder

- a) vor oder während der Kalzinierung eine oder mehrere Lithiumverbindungen zugegeben wird oder
- 25 b) nach der Kalzinierung eine oder mehrere Lithiumverbindungen zugegeben werden und anschließend nochmal Kalzinert wird

oder eine Kombination von a) und b),

so dass nach der Kalzinierung 0,08 bis 0,8 Gew.-% Lithium, im Zinkferrit-Farbpigment enthalten sind und ein Eisengehalt $\leq 66,4$ Gew.-% enthalten ist.

Als Lithiumverbindungen können im Rahmen der Herstellung der erfindungsgemäßen reduktionsstabilen Zinkferrit-Farbpigmente vorzugsweise Lithiumcarbonat, Lithiumfluorid, Lithiumchlorid, Lithiumoxid, Lithiumhydroxid, Lithiumsulfat, Lithiumnitrat, Lithiumphosphat, Lithiumsilikat, Lithiumtitanat, Lithiumzirkonat, Lithiumferrit, Lithiumzinkat, Lithiumborat, Lithiumaluminat, Lithiumstannat, Lithiumaluminiumsilikat, sowie weitere allgemein bekannte Lithiumsalze oder lithiumsalzhaltige Verbindungen eingesetzt werden.

Aus praktischen Gründen werden bei trockenen Mischungen vorzugsweise Lithiumcarbonat, bei noch zu filtrierenden Suspensionen vorzugsweise schwerlösliche Lithiumverbindungen eingesetzt. Auch lassen sich vorzugsweise natürliche lithiumhaltige Mineralien einsetzen. Ebenso ist vorzugsweise der Zusatz lithiumorganischer Verbindungen möglich.

Ein substantielles wirtschaftlicher Vorteil des erfindungsgemäßen Verfahrens ist darin zu sehen, dass durch den geringen Zusatz an Lithiumverbindungen die Glühtemperatur um 50 – 100 °C erniedrigt werden kann. Dies ist auch von ökologischem Vorteil, da Energie zur Erzeugung der für die Reaktion benötigten Reaktionstemperatur eingespart werden kann.

Die Erfindung betrifft beinhaltet ferner die Verwendung der Zinkferrit-Farbpigmente zur Einfärbung von Erzeugnissen der Farben-, Lack-, Beschichtungs-, Baustoff-, Kunststoff- und Papierindustrie, in Lebensmitteln, in Einbrenn- oder Coil-Coat-Lacken, in Sandgranulaten, Kalksandsteinen, Emails und Keramik-Glasuren und in Produkten der Pharmaindustrie, bevorzugt in Tabletten.

Die geforderte Reduktionsstabilität bei der Einfärbung von Kunststoffen (HDPE) ist für alle Zinkferrit-Pigmente mit einem Eisengehalt $\leq 66,4$ Gew.-% gegeben. Die erfindungsgemäßen Zinkferrit-Farbpigmente können deshalb in der kunststoffverarbeitenden Industrie deutlich besser eingesetzt werden, als die Zinkferrit-Farbpigmente des Standes der Technik. Die erfindungsgemäßen Zinkferrit-Farbpigmente eignen sich besonders für die Einarbeitung in Polyamid oder ABS-Kunststoffe. Bei größeren Lithium-Gehalten im Zinkferrit tritt eine überraschend geringe Verschiebung des Pigment-Farbtons zu dunkleren Brauntönen ein, was den Herstellungsprozess deutlich stabiler werden lässt, und damit wirtschaftliche und ökologische Vorteile gegenüber dem Stand der Technik aufweist.

Der Erfindungsgegenstand der vorliegenden Erfindung ergibt sich nicht nur aus dem Gegenstand der einzelnen Patentansprüche, sondern auch aus der Kombination der einzelnen Patentansprüche untereinander. Gleiches gilt für alle in der Beschreibung offenbarten Parameter und deren beliebige Kombinationen.

Anhand der nachfolgenden Beispiele wird die Erfindung näher erläutert, ohne das dadurch eine Einschränkung der Erfindung bewirkt werden soll.

Beispiele

I. Beschreibung der verwendeten Messmethoden

A. Bestimmung des Eisengehalts

5 Der Eisengehalt wurde nach saurem Aufschluss und potentiometrischer Titration gemessen gemäß „Taschenatlas der Analytik“, G. Schwedt, Thieme-Verlag 1996, ISBN 3-527-30870-9 S. 50 ff. Die Messmethode hat eine Bestimmungsgenauigkeit von $\pm 0,24$ Gew.-%.

B. Bestimmung des Lithiumgehalts

10 Der Lithiumgehalt wurde durch Atom-Emissions-Spektroskopie bestimmt (Siehe. z.B. „Taschenatlas der Analytik“, G. Schwedt, Thieme-Verlag 1996, ISBN 3-527-30870-9 S. 94 ff.). Die Messmethode hat eine Bestimmungsgenauigkeit von $\pm 0,001$ Gew.-%.

C. Reduktionsstabilität / Farbverschiebung

15 Die Messung der Farbverschiebung in einer reduzierender Umgebung („Reduktionsstabilität“) erfolgt in HDPE nach DIN 53772 von September 1981 durch 1 %ige Pigmentierung in HDPE, wobei die Farbabweichung der Probekörper bei Erhöhung der Einarbeitungstemperatur im Vergleich zur tiefstmöglichen Prüftemperatur von 200°C bestimmt wird. ΔE^* wird von den Proben, die bei 300°C, 260°C und 200°C (200°C = tiefstmögliche Prüftemperatur = Bezug) Einarbeitungstemperatur in HDPE hergestellt wurden, nach DIN 6174 von Januar 1979 bestimmt.

20 Es wurde ein Spektrophotometer ("Farbmessgerät") mit der Messgeometrie d/8 ohne Glanzfalle verwendet. Diese Messgeometrie ist in ISO 7724/2-1984 (E), Punkt 4.1.1, in DIN 5033 Teil 7 (Juli 1983), Punkt 3.2.4 und in DIN 53236 (Januar 1983), Punkt 7.1.1 beschrieben.

25 Zur Anwendung kam ein SPECTRAFLASH FF 600+ - Messgerät (Datacolor International Corp., USA). Das Farbmessgerät wurde gegen einen weißen, keramischen Arbeitsstandard kalibriert, wie in ISO 7724/2-1984 (E) Punkt 8.3 von Jahr 1984 beschrieben. Die Reflexionsdaten des Arbeitsstandards gegen einen ideal mattweißen Körper sind im Farbmessgerät hinterlegt, so dass nach Kalibrierung mit dem weißen Arbeitsstandard alle Farbmessungen auf den ideal mattweißen Körper bezogen werden. Die Schwarzpunktkalibrierung wurde mit einem schwarzen Hohlkörper des Farbmessgeräteherstellers ausgeführt

D. Farbmessung - Messung der L* und b*-Werte

30 Das Ergebnis der Farbmessung ist ein Reflexionsspektrum. Für die Berechnung von farbmtrischen Größen spielt es keine Rolle, bei welcher Lichtart die Messung erfolgte (außer bei

fluoreszierenden Proben). Aus dem Reflexionsspektrum kann jede beliebige farbmetrische Größe berechnet werden. Die Probekörper in diesem Fall verwendeten farbmtrischen Größen werden gemäß der DIN 6174 von Januar 1979 (CIELAB-Werte) berechnet. Unter anderem, wird gemäß der DIN 6174 von die Farbwerte „L*“ und „b*“ ausgerechnet. Für den Farbeindruck gilt: je positiver b* ist, desto gelbstichiger ist der Prüfkörper und je größer L* ist, desto heller ist der Farbeindruck des Prüfkörpers.

Die Probekörper wurden in HDPE gemäß DIN 53772 von September 1981 (Punkte 7 bis 9.2) vorbereitet.

Eine eventuell vorhandene Glanzfalle ist ausgeschaltet. Die Temperatur von Farbmessgerät und Prüfling betrug ca. $25\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$.

II. Beispiele

A. Beispiel 1

783 g einer homogenisierten wässrigen Suspension, enthaltend 45 g Goethit und 23,7 g Zinkoxid (mit 99,8 Gew.-% ZnO) werden filtriert, der Filterkuchen, enthaltend ca. 32 Gew.-% trockener Feststoff, mit 0,73 g Lithiumcarbonat versetzt, in einem entsprechenden Mischaggregat innig vermischt und bei 850 °C ca. 30 Minuten geglüht. Nach dem Abkühlen wird der 0,2 Gew.-% Lithium enthaltende Klinker gemahlen. Man erhält ein helles, leuchtend gelbbraunes Pigment. Der Eisengehalt des Klinkers ergab nach saurem Aufschluss und potentiometrischer Titration einen Eisengehalt von 63,8%.

Bei der Prüfung des erhaltenen Pigmentes auf Reduktionsstabilität/Farbverschiebung wurde:

- Ein Prüfkörper vorbereitet. Dabei wurde eine Pigmentierung von 1 Gew.-% in HDPE gemäß DIN 53772 vom September 1981 in einem Doppelwellenextruder und in der "Arburg" eingearbeitet.
- Die Farbverschiebung wurde gemäß DIN 6174 von Januar 1979 gemessen. Dabei wurde eine Farbverschiebung von 0,6 ΔE^* -Einheiten bei den Proben, die bei 260 °C und bei der tiefstmöglichen Prüftemperatur ($= 200\text{ °C}$) als Bezug hergestellt wurden gemessen. Bei Verarbeitungstemperaturen von 300 °C ergaben sich 1,6 ΔE^* -Einheiten. Der Farbort des Produktes ergab bei einer Einarbeitungstemperatur von 200 °C eine Helligkeit L* von 52,5 CIELAB Einheiten und einen Gelbstich b* von 36,1 CIELAB Einheiten.

B. Beispiel 1 – Vergleich

Analog zu Beispiel 1, aber ohne Lithiumzusatz wurden folgende Eigenschaften gefunden:

Bei der Prüfung des erhaltenen Pigmentes auf Reduktionsstabilität/Farbverschiebung wurde

- 5 • Ein Prüfkörper vorbereitet. Dabei wurde eine Pigmentierung von 1 Gew.-% in HDPE gemäß DIN 53772 vom September 1981 in einem Doppelwellenextruder und in der "Arburg" eingearbeitet.
- 10 • Die Farbverschiebung wurde gemäß DIN 6174 von Januar 1979 gemessen. Dabei wurde eine Farbverschiebung von 0,6 ΔE^* -Einheiten bei den Proben, die bei 260 °C und bei der tiefstmöglichen Prüftemperatur (= 200 °C) als Bezug hergestellt wurden. Bei Verarbeitungstemperaturen von 300 °C ergaben sich 1,6 ΔE^* -Einheiten. Der Farbort des Produktes ergab bei einer Einarbeitungstemperatur von 200°C eine Helligkeit L^* von 50,8 CIELAB Einheiten und einen Gelbstich b^* von 33,3 CIELAB Einheiten.

C. Beispiel 2

- 15 783 g einer homogenisierten wässrigen Suspension, enthaltend 45 g Goethit und 23,7 g Zinkoxid (mit 99,8 Gew.-% ZnO) werden filtriert, der Filterkuchen, enthaltend ca. 32 Gew.-% trockener Feststoff, mit 1,46 g Lithiumcarbonat versetzt, in einem entsprechenden Mischaggregat innig vermischt und bei 850 °C ca. 30 Minuten geglüht. Nach dem Abkühlen wird der 0,4 Gew.-% Lithium enthaltende Klinker gemahlen. Man erhält ein helles, leuchtend gelbbraunes Pigment. Der Eisengehalt des Klinkers ergab nach saurem Aufschluss und potentiometrischer Titration einen
- 20 Eisengehalt von 63,4%.

Bei der Prüfung des erhaltenen Pigmentes auf Reduktionsstabilität/Farbverschiebung wurde:

- 25 • Ein Prüfkörper vorbereitet. Dabei wurde eine Pigmentierung von 1 Gew.-% in HDPE gemäß DIN 53772 vom September 1981 in einem Doppelwellenextruder und in der "Arburg" eingearbeitet.
- 30 • Die Farbverschiebung wurde gemäß DIN 6174 von Januar 1979 gemessen. Dabei wurde eine Farbverschiebung von 1,0 ΔE^* -Einheiten bei den Proben, die bei 260 °C und bei der tiefstmöglichen Prüftemperatur (= 200 °C) als Bezug hergestellt wurden. Bei Verarbeitungstemperaturen von 300 °C ergaben sich 2,4 ΔE^* -Einheiten. Der Farbort des Produktes ergab bei einer Einarbeitungstemperatur von 200°C eine Helligkeit L^* von 52,4 CIELAB Einheiten und einen Gelbstich b^* von 35,8 CIELAB Einheiten.

D. Vergleichsbeispiel 3

783 g einer homogenisierten wässrigen Suspension, enthaltend 45 g Goethit und 20,7 g Zinkoxid (mit 99,8 Gew.-% ZnO) werden filtriert, der Filterkuchen, enthaltend ca. 32 Gew.-% trockener Feststoff, mit 0,7 g Lithiumcarbonat versetzt, in einem entsprechenden Mischaggregat innig
 5 vermischt und bei 850 °C ca. 30 Minuten geglüht. Nach dem Abkühlen wird der 0,2 Gew.-% Lithium enthaltende Klinker gemahlen. Man erhält ein helles, leuchtend gelbbraunes Pigment. Der Eisengehalt des Klinkers ergab nach saurem Aufschluss und potentiometrischer Titration einen Eisengehalt von 67,3%.

Bei der Prüfung des erhaltenen Pigmentes auf Reduktionsstabilität/Farbverschiebung wurde:

- 10 • Ein Prüfkörper vorbereitet. Dabei wurde eine Pigmentierung von 1 Gew.-% in HDPE gemäß DIN 53772 vom September 1981 in einem Doppelwellenextruder und in der "Arburg" eingearbeitet.
- 15 • Die Farbverschiebung wurde gemäß DIN 6174 von Januar 1979 gemessen. Dabei wurde eine Farbverschiebung von 2,5 ΔE^* -Einheiten bei den Proben, die bei 260 °C und bei der tiefstmöglichen Prüftemperatur (= 200 °C) als Bezug hergestellt wurden. Bei Verarbeitungstemperaturen von 300 °C ergaben sich 4,1 ΔE^* -Einheiten. Der Farbtort des Produktes ergab bei einer Einarbeitungstemperatur von 200°C eine Helligkeit L^* von 50,5 CIELAB Einheiten und einen Gelbstich b^* von 33,7 CIELAB Einheiten.

Tabelle 1

	Eisen- gehalt Gew.-%	Lithium- gehalt Gew.-%	ΔE^* bei 260 °C	ΔE^* bei 300 °C	L^* -Wert CIELAB Einheiten	b^* -Wert CIELAB Einheiten
Beispiel 1	63,8	0,2	0,6	1,6	52,5	36,1
Beispiel 1 – Vergleich	64,3	< 0,001*	0,6	1,6	50,8*	33,3*
Beispiel 2	63,4	0,4	1,0	2,4	52,4	35,8
Beispiel 3 - Vergleich	67,3*	0,2	2,5	4,1*	50,5*	33,7*
Bayferrox® 3950 der Firma Bayer	66,7*	< 0,001*	10,3*	–	54,6	41,0
TAN® 10 der Firma Mapico	66,8*	< 0,001*	5,9*	–	52,9	37,5

* = Eigenschaft genügt nicht den Anforderungen.

Patentansprüche

1. Zinkferrit-Farbpigmente mit einem Eisengehalt $\leq 66,4$ % Gew.-% und einem Lithium-Gehalt von mindestens 0,08 Gew.-%.
- 5 2. Zinkferrit-Farbpigmente nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Zinkferrit-Farbpigmente bei der Einarbeitung in HDPE eine Farbverschiebung ΔE^* nach DIN 53772 und DIN 6174 bei 300 °C von $< 4,0$, insbesondere von $< 3,0$, aufweisen.
- 3 Zinkferrit-Farbpigmente nach Ansprüchen 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, dass die Zinkferrit-Farbpigmente bei der Einarbeitung in HDPE eine Farbverschiebung ΔE^* nach DIN 53772 und DIN 6174 bei 260 °C von $< 3,0$, insbesondere von $< 2,4$ aufweisen.
- (10 4 Zinkferrit-Farbpigmente nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass die Zinkferrit-Farbpigmente einen L^* -Wert in CIELAB-Einheiten, gemessen gemäß DIN 6174 in HDPE Probekörpern, wo die Probekörper gemäß DIN 53772 vorbereitet wurden, von > 51 , insbesondere > 52 aufweisen.
- 15 5. Zinkferrit-Farbpigmente nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass die Zinkferrit-Farbpigmente einen b^* -Wert in CIELAB-Einheiten, gemessen gemäß DIN 6174 in HDPE Probekörper, wo die Probekörper gemäß DIN 53772 vorbereitet wurden, von > 34 , insbesondere von > 35 aufweisen.
- (20 6 Verfahren zur Herstellung von Zinkferrit-Farbpigmenten nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass eine der Zusammensetzung der Zinkferrit-Farbpigmente entsprechenden Ausgangsmischung von Zinkoxid und Eisenoxid enthaltende oder ergebende Rohstoffmischung, -Lösung oder -Suspension entweder
 - a) vor oder während der Kalzinierung eine oder mehrere Lithiumverbindungen zugegeben wird oder
 - b) nach der Kalzinierung eine oder mehrere Lithiumverbindungen zugegeben werden und anschließend nochmal Kalzinert wird
- 25 oder eine Kombination von a) und b),
so dass nach der Kalzinierung 0,08 bis 0,8 Gew.-% Lithium, im Zinkferrit-Farbpigment enthalten sind und ein Eisengehalt $\leq 66,4$ Gew.-% enthalten ist.

7. Verwendung der Zinkferrit-Farbpigmente nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 5 sowie Zinkferrit-Farbpigmente, erhältlich gemäß Anspruch 6 zur Einfärbung von Erzeugnissen der Farben-, Lack-, Beschichtungs-, Baustoff-, Kunststoff- und Papierindustrie, in Lebensmitteln, Einbrenn- oder Coil-Coat-Lacken, in Sandgranulaten, Kalksandsteinen, Emails und Keramik-Glasuren und in Produkten der Pharmaindustrie, insbesondere in Tabletten.

25

Reduktionsstabile Zinkferrit-Farbpigmente, Verfahren zu ihrer Herstellung sowie deren Verwendung

Z u s a m m e n f a s s u n g

Die vorliegende Erfindung betrifft Zinkferrit-Farbpigmente, ein Verfahren zu ihrer Herstellung sowie deren Verwendung. Sie betrifft insbesondere helle, gelbe Zinkferrit-Farbpigmente mit verbesserter Reduktionsstabilität.

República Federal Alemana

Certificado de Prioridad sobre la solicitud de registro de patente.

EXPEDIENTE: 10 2005 003 356.3

FECHA DE SOLICITUD: 25. Januar 2005

APLICANTE/PROPIETARIO: Lanxess Deutschland GmbH, 51373

DESCRIPCIÓN: Zinc ferrite coloring pigments, stable to reduction

IPC: C09C 1/22

Los anexos son una justa y exacta reproducción de los documentos originales de la inscripción de esta solicitud de patente.

Munich, 20 de Diciembre de 2005
Oficina Alemana de Patentes y Marcas
Presidente
Encargado

(Firmado)

FCC//ID-000004/WPC14984
Cns C-2006-00000844

REIVINDICACIONES

1. Pigmentos colorantes de ferrita de cinc con un contenido en hierro $\leq 66,4\%$ en peso y un contenido en litio de al menos el 0,08% en peso.

5

2. Pigmentos colorantes de ferrita de cinc según la reivindicación 1, caracterizados porque los pigmentos colorantes de ferrita de cinc presentan en la incorporación en HDPE un cambio de color ΔE^* según las normas DIN 53772 y DIN 6174 a 300° C $< 0,4$, especialmente $< 0,3$.

10

3. Pigmentos colorantes de ferrita de cinc según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizados porque los pigmentos colorantes de ferrita de cinc presentan en la incorporación en HDPE un cambio de color ΔE^* según las normas DIN 53772 y DIN 6174 a 260° C $< 3,0$, especialmente $< 2,4$.

15

4. Pigmentos colorantes de ferrita de cinc según una o varias de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizados porque los pigmentos colorantes de ferrita de cinc presentan un valor L^* en unidades CIELAB, medido según la norma DIN 6174 en probetas de HDPE, donde las probetas se procesaron según la norma DIN 53772, > 51 , especialmente > 52 .

20

5. Pigmentos colorantes de ferrita de cinc según una o varias de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizados porque los pigmentos colorantes de ferrita de cinc presentan un valor b^* en unidades CIELAB, medido según la norma DIN 6174 en probetas de HDPE, donde las probetas se procesaron

25

según la norma DIN 53772, > 34, especialmente > 35.

- 6 Procedimiento para la preparación de pigmentos colorantes de ferrita de cinc según una o varias de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado porque
- 5 mezcla, solución o suspensión de materia prima que contiene o da lugar a una mezcla de partida de óxido de cinc y óxido de hierro correspondiente a la composición de los pigmentos colorantes de ferrita de cinc, se añade
- a) bien antes o durante la calcinación, uno o varios compuestos de litio
- b) o bien tras la calcinación, uno o varios compuestos de litio y a
- 10 continuación se calcina de nuevo
- o una combinación de a) y b), de modo que tras la calcinación están contenidos de 0,08 a 0,8% en peso de litio en el pigmento coloreado de ferrita de cinc y se encuentra un contenido en hierro $\leq 66,4\%$ en peso.
- 15 7. Uso de los pigmentos colorantes de ferrita de cinc según una o varias de las reivindicaciones 1 a 5 así como de pigmentos colorantes de ferrita de cinc, obtenidos según la reivindicación 6, para la coloración de productos de la industria de colorantes, pinturas, recubrimientos, materiales de construcción, plásticos y papel, en alimentos, pintura de secado al horno o Coil-Coat, en
- 20 áridos, ladrillos, esmaltes y vidriados cerámicos y en productos de la industria farmacéutica, especialmente en comprimidos.

PIGMENTOS COLORANTES DE FERRITA DE CINCO ESTABLES A LA
REDUCCIÓN, PROCEDIMIENTO PARA SU PREPARACIÓN ASÍ COMO SU
USO

La presente invención se refiere a pigmentos colorantes de ferrita de cinc, a un procedimiento para su preparación así como a su uso. Esta invención se refiere especialmente a pigmentos colorantes de ferrita de cinc brillante, amarillos, con mejor estabilidad a la reducción.

Los pigmentos de ferrita de cinc se usan para aplicaciones industriales.

Según cada composición estequiométrica, aditivos, tamaños de partícula, forma cristalina y propiedades de superficie se puede usar la ferrita de cinc que cristaliza en retículas de espinela como material de partida para materiales magnéticos blandos, como protección contra la corrosión o como pigmento colorante.

Como pigmentos "pardos" no se han dado a conocer pigmentos colorantes ferromagnéticos en el espacio lingüístico anglosajón.

En el documento US 3.832.455 A1 se describe la preparación de pigmentos de ferrita de cinc. Se filtra un precipitado de hidróxido de óxido de hierro a partir de solución de sulfato de hierro (II) sobre óxido de cinc o carbonato de cinc a valores de pH de 5 a 6 y temperaturas de 49 a 52° C, se lava el sólido, se seca y se calcina.

Según el documento US 2.904.395 A1 se preparan los pigmentos de ferrita de cinc mediante precipitación conjunta a partir de las soluciones que contienen hierro y cinc correspondientes con filtración, lavado, secado y calcinación a continuación o también mediante calcinación de una mezcla íntima obtenida en suspensión acuosa de hidróxido de óxido de hierro y óxido

de cinc. La calcinación se realiza a temperaturas de hasta 1.000° C con adición de catalizadores, por ejemplo, ácido clorhídrico o cloruro de cinc.

El documento US 4.222.790 A1 describe que se puede mejorar el procedimiento de calcinación para la preparación de ferrita de cinc o magnesio, si se añade silicato de metal alcalino a la mezcla. Como agente de floculación para la filtración se puede añadir sulfato de aluminio.

La adición de compuestos que forman Al_2O_3 y P_2O_3 en la calcinación de pigmentos de ferrita de cinc de color puro libres de cloruro se describe en el documento DE 31 36 279 A1

10 Se usan pigmentos de ferrita de cinc también como pigmentos colorantes para la industria de colorantes.

Se pueden obtener pigmentos colorantes de ferrita de cinc de color puro sin aditivos según el documento EP 154919 A1 usando α -FeOOH en forma de agujas de tamaño de partícula y superficie determinados y óxido de cinc de superficie determinada. "Color puro" o también colores "saturados" son los colores del espectro puros. Con el término "matiz de color" se entiende la desaturación de los colores, también conocido como desaturación, hasta que se llega a blanco puro (véase, por ejemplo, "Vom Punkt zum Bild", F. Bestenreiner, editorial Wichmann 1988, ISBN 3-87907-164-0 página 61). Por tanto son deseables pigmentos colorantes de color puro, ya que estos facilitan a los usuarios finales la mejor percepción de color de la probeta coloreada

En el documento JP 57011829 A se añade óxido de titanio para la preparación de pigmentos colorantes de ferrita de cinc amarillos termoestables. Termoestable significa que estos pigmentos se pueden usar en aplicaciones a 25 temperaturas elevadas en ambiente inerte u oxidante (por ejemplo,

aplicaciones en cerámica) con poco perjuicio del efecto colorante y solo con pequeño cambio de la tonalidad.

En T. C. Patton, Pigment Handbook, volumen 1, Properties and Economics, páginas 347 y 348, John Wiley & Sons, Nueva York 1973, se describe en general los pigmentos colorantes de ferrita de cinc obtenidos.

Debido a que los pigmentos colorantes de ferrita de cinc anteriormente mencionados se caracterizan por sobresalientes resistencias a la luz y la climatología así como por su elevada termoresistencia en ambiente oxidante, como por ejemplo aire o cerámicas, se usan estos también en lugar de mezclas menos termoresistentes de óxido de hierro amarillo y óxido de hierro rojo. Por tanto, se ha encontrado aplicación para los pigmentos colorantes de ferrita de cinc del estado de la técnica en la coloración de áridos, ladrillos, esmaltes, vidriados cerámicos, pinturas de secado al horno y plásticos – también especialmente en aplicaciones de templado a temperatura elevada inerte u oxidante.

Aunque los pigmentos colorantes de ferrita de cinc anteriormente mencionados se preparan a temperaturas elevadas por encima de 700° C, estos adolecen en distintos ambientes, especialmente en la coloración en materiales orgánicos, de cambios de color de distinta intensidad. Por tanto con frecuencia estos ya no se pueden considerar en estos sistemas como estables a la reducción. De este modo se muestra en la coloración de plásticos como HPDE, cuya tonalidad se ha de oscurecer, que los tonos turbios se llegan a aclarar ya a partir de aproximadamente 250° C, de modo que ya no tiene sentido una coloración con pigmentos colorantes de ferrita de cinc. Esto es así especialmente en la coloración de plásticos que requieren altas temperaturas

de procesamiento como, por ejemplo, poliamida o plásticos ABS. Este cambio de color, que se caracteriza por el valor ΔE^* , es provocado por el ambiente reductor en el fundido del plástico; los pigmentos colorantes de ferrita de cinc no son suficientemente estables a la reducción. La estabilidad a la reducción en el sentido de la solicitud significa que el cambio de color ΔE^* de la probeta de HDPE con aumento de la temperatura de incorporación de 200° C hasta 300° C es como máximo 0,7 unidades.

"HDPE" es una designación abreviada (derivada según la norma DIN 7728, T1. 1, de Enero de 1988, de la designación inglesa "high density polyethylene") del polietileno preparado a baja presión de alta densidad. En lugar de la designación abreviada HDPE hoy en día se usa de forma creciente la abreviatura PE-HD. Además del HDPE convencional con masas molares por debajo de 300000 g/mol se encuentran en el mercado para fines especiales polietileno de alto peso molecular de alta densidad, que se designan como HMW-HDPE de "alto peso molecular" ($4 \cdot 10^4 < MR < 3 \cdot 10^5$), de "peso molecular extra alto" ($5 \cdot 10^5 < MR < 1,5 \cdot 10^6$) y UHMW-PE de "peso molecular ultra alto" ($MR > 3,1 \cdot 10^6$) (Römpp Lexikon Chemie – versión 2.0, Stuttgart/Nueva York. editorial Georg Thieme 1999).

El documento DE 3819626 A1 describe la preparación de pigmentos colorantes de ferrita de cinc estables a la reducción, un procedimiento para su preparación así como su uso. Mediante adición de un compuesto de litio a una mezcla de partida de óxido de cinc y óxido de hierro se preparan pigmentos colorantes de ferrita de cinc, que contienen litio. Estos pigmentos colorantes de ferrita de cinc muestran un cambio de color ΔE^* en HDPE según las normas DIN 53772 y DIN 6174 de 2,8 de las muestras que se prepararon a 260° C y a

la temperatura de ensayo lo más baja posible (= 200° C) como referencia. Temperaturas de procesamiento de 300° C dieron un valor ΔE^* de 5,0 unidades. Sin embargo es desventajoso en estos pigmentos colorantes de ferrita de cinc que sean demasiados oscuros. Sin embargo estos pigmentos se encuentran en tonalidad, si se preparan ferritas de cinc estequiométricas, en más de 1,5 unidades CIELAB para L^* (medido según la norma DIN 6174 en probetas de HDPE, donde las probetas se procesaron según la norma DIN 53772) en el brillo más oscuro y en cuanto a posición de color en el diagrama cromático aproximadamente dos unidades CIELAB más hacia el azul (caracterizado por un valor b^* inferior en el sistema de color CIELAB) que los pigmentos colorantes de ferrita de cinc no dopados.

La invención se basa en el objetivo de proporcionar pigmentos colorantes de ferrita de cinc que sean a igual de buena estabilidad a la reducción más brillantes y amarillos que los pigmentos colorantes de ferrita de cinc estables a la reducción según el estado de la técnica.

Este objetivo se consiguió mediante pigmentos colorantes de ferrita de cinc con un contenido en hierro $\leq 66,4\%$ en peso y un contenido en litio de al menos 0,08% en peso. Los procedimientos para la determinación del contenido en hierro y litio se dan en los ejemplos.

Según el estado de la técnica actual se admite en los pigmentos colorantes de ferrita de cinc la composición estequiométrica con un contenido en hierro de 66,6% en peso como la composición óptima en relación al color. Sin embargo si se dopa a los pigmentos colorantes de ferrita de cinc con un contenido en hierro de 66,6% en peso con iones de litio, se alcanza una mejora de la estabilidad a la reducción, pero también un empeoramiento claro de la

coloración.

Pero si el contenido en hierro se reduce por debajo de 66,6% en peso, se prepara así una ferrita de cinc pobre en hierro y por tanto subestequiométrica, resulta de forma sorprendente que la posición del color en el diagrama cromático aumenta por el dopado con al menos 0,08% en peso de litio en al menos 1,5 unidades CIELAB en cuanto a brillo L^* y en valor de amarillo b^* respectivamente.

Los pigmentos colorantes de ferrita de cinc muestran preferiblemente en la coloración en HDPE un cambio de color ΔE^* según las normas DIN 53772 y DIN 6174 a 300° C < 4,0, preferiblemente < 3,0. El procedimiento para la medida del cambio de color ΔE^* se da en los ejemplos.

Los pigmentos colorantes de ferrita de cinc muestran preferiblemente en la coloración de HDPE un cambio de color ΔE^* según las normas DIN 53772 y DIN 6174 a 260° C < 3,0, preferiblemente < 2,4.

Los pigmentos colorantes de ferrita de cinc muestran preferiblemente un valor L^* en unidades CIELAB, medido según la norma DIN 6174, en probetas de HDPE, donde las probetas se procesaron según la norma DIN 53772, > 51, preferiblemente > 52. El procedimiento para la medida del valor L^* se da en los ejemplos.

Los pigmentos colorantes de ferrita de cinc muestran preferiblemente un valor b^* en unidades CIELAB, medido según la norma DIN 6174, en probetas de HDPE, donde las probetas se procesaron según la norma DIN 53772, > 34, preferiblemente > 35. El procedimiento para la medida del valor b^* se da en los ejemplos.

La invención se refiere también a un procedimiento para la preparación

de pigmentos colorantes de ferrita de cinc, caracterizado porque a una mezcla, solución o suspensión de materia prima que contiene o da lugar a una mezcla de partida de óxido de cinc y óxido de hierro correspondiente a la composición de los pigmentos colorantes de ferrita de cinc, se añade

- 5 a) bien antes o durante la calcinación, uno o varios compuestos de litio
- b) o bien tras la calcinación, uno o varios compuestos de litio y a continuación se calcina de nuevo

o una combinación de a) y b), de modo que tras la calcinación están contenidos de 0,08 a 0,8% en peso de litio en el pigmento colorante de ferrita de cinc y se

- 10 encuentra un contenido en hierro $\leq 66,4\%$ en peso.

Como compuestos de litio se pueden usar en el marco de la preparación de pigmentos colorantes de ferrita de cinc estables a la reducción de acuerdo con la invención preferiblemente carbonato de litio, fluoruro de litio, cloruro de litio, óxido de litio, hidróxido de litio, sulfato de litio, nitrato de litio, fosfato de
15 litio, silicato de litio, titanato de litio, circonato de litio, ferrita de litio, cincato de litio, borato de litio, aluminato de litio, estannato de litio, aluminosilicato de litio, así como otras sales de litio generalmente conocidas o compuestos que contienen sal de litio.

Por motivos prácticos se usan en mezclas secas preferiblemente
20 carbonato de litio, preferiblemente compuestos de litio difícilmente solubles en suspensiones que se van a filtrar. También se pueden usar preferiblemente minerales que contienen litio naturales. Igualmente es posible preferiblemente la adición de compuestos orgánicos de litio

Una ventaja sustancialmente rentable del procedimiento de acuerdo con
25 la invención hay que verla en que se puede disminuir la temperatura de

calcinación en 50 a 100° C mediante la baja adición de compuestos de litio. Esto es también una ventaja ecológica ya que se puede ahorrar energía para la generación de la temperatura de reacción necesaria para la reacción.

La invención se refiere además al uso de los pigmentos colorantes de ferrita de cinc para la coloración de productos de la industria de colorantes, pinturas, recubrimientos, materiales de construcción, plásticos y papel, en alimentos, en pinturas de secado al horno o Coil-Coat, en áridos, ladrillos, esmaltes y vidriados cerámicos y en productos de la industria farmacéutica, preferiblemente en comprimidos.

La estabilidad a la reducción requerida en la coloración de plásticos (HDPE) se da para todos los pigmentos de ferrita de cinc con un contenido en hierro $\leq 66,4\%$ en peso. Los pigmentos colorantes de ferrita de cinc de acuerdo con la invención se pueden usar por tanto en la industria de procesamiento de plásticos claramente mejor que los pigmentos colorantes de ferrita de cinc del estado de la técnica. Los pigmentos colorantes de ferrita de cinc de acuerdo con la invención son adecuados especialmente para la coloración en poliamida o plásticos ABS. Con mayores contenidos en litio en la ferrita de cinc tiene lugar un cambio sorprendentemente bajo de la tonalidad del pigmento a tonalidades pardas más oscuras, lo que hace que el proceso de preparación sea claramente más estable y con ello presente ventajas económicas y ecológicas frente al estado de la técnica.

El objeto inventivo de la presente invención no resulta del objeto de las reivindicaciones de patente individuales, sino también de la combinación de las reivindicaciones de patente individuales entre sí. Igualmente es válido para todos los parámetros dados a conocer en la descripción y sus combinaciones

discrecionales.

Se aclara más detalladamente la invención a partir de los siguientes ejemplos, sin que con los mismos se cause una limitación de la invención.

Ejemplos

5 I. Descripción de los procedimientos de medida usados

A. Determinación del contenido en hierro

El contenido en hierro se midió tras digestión ácida y valoración potenciométrica según "Taschenatlas der Analytik", G. Schwedt, editorial Thieme 1996, ISBN 3-527-30870-9 página 50 y siguientes. El procedimiento de
10 medida tiene una precisión de $\pm 0,24\%$ en peso.

B. Determinación del contenido en litio

Se determinó el contenido en litio mediante espectroscopia de emisión atómica (véase, por ejemplo, "Taschenatlas der Analytik", G. Schwedt, editorial Thieme 1996, ISBN 3-527-30870-9 página 94 y siguientes). El procedimiento
15 de medida tiene una precisión de $\pm 0,001\%$ en peso.

C. Estabilidad a la reducción / cambio de color

La medida del cambio de color en un ambiente reductor ("estabilidad a la reducción") se realiza en HDPE según la norma DIN 53772 de Septiembre de 1981 mediante pigmentación al 1% en HDPE, en donde se determina la
20 variación de color de la probeta con el aumento de la temperatura de incorporación en comparación con la temperatura de ensayo más baja posible de 200° C. Se determina ΔE^* de las muestras, que se prepararon a temperaturas de incorporación en el HDPE de 300° C, 260° C y 200° C (200° C = temperatura de ensayo más baja posible = referencia), según la norma DIN
25 6174 de Enero de 1979.

Se usó un espectrofotómetro ("instrumento colorimétrico") con la geometría de medida d/8 sin trampa antibrillante. Esta geometría de medida se describe en la norma ISO 7724/2-1984 (E), punto 4.1.1, en la norma DIN 5033 parte 7 (Julio de 1982), punto 3.2.4 y en la norma DIN 53236 (Enero de 1983), punto 7.1.1.

Se usó un instrumento de medida SPECTRAFLASH FF 600+- (Datacolor International Corp., Estados Unidos). El instrumento colorimétrico se calibró frente a un patrón de trabajo blanco, de cerámica, como se describe en la norma ISO 7724/2-1984 (E) punto 8.3 del año 1984. Los datos de reflexión del patrón de trabajo frente a un cuerpo blanco mate ideal se archivan en el instrumento medidor de colores de modo que tras la calibración con el patrón de trabajo blanco todas las medidas de color se refieren al cuerpo blanco mate ideal. La calibración del punto negro se llevó a cabo con un cuerpo hueco negro del fabricante del instrumento colorimétrico.

D. Medida del color – medida de los valores L^* y b^*

El resultado de la medida del color es un espectro de reflexión. Para el cálculo de magnitudes colorimétricas no interviene el tipo de luz en el que tuvo lugar la medida (excepto en muestras fluorescentes). A partir del espectro de reflexión se puede calcular cada magnitud colorimétrica discrecional.

Las magnitudes colorimétricas en este caso de probetas usadas se calculan según la norma DIN 6174 de Enero de 1979 (valores CIELAB). Entre otros se estiman los valores de color " L^* " y " b^* " según la norma DIN 6174. Para la percepción de color es válido que: cuanto más positivo sea b^* , tanto más matiz amarillo tiene está la probeta y cuanto mayor es L^* , tanto más brillante es la percepción de color de la probeta.

Las probetas se procesaron en HDPE según la norma DIN 53772 de Septiembre de 1981 (puntos 2 a 9.2).

Se desconecta una trampa antibrillante que eventualmente esté presente. La temperatura del instrumento colorimétrico y de la muestra fue de
5 aproximadamente $25^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$.

II. Ejemplos

A. Ejemplo 1

Se filtran 783 g de una suspensión acuosa homogenizada, que contiene 45 g de goetita y 23,7 g de óxido de cinc (con 99,8% en peso de ZnO), a la
10 torta del filtro, que contiene aproximadamente 32% en peso de sólido seco, se le adicionan 0,73 g de carbonato de litio, se mezcla íntimamente en un equipo de mezcla correspondiente y se calcina a 850°C aproximadamente durante 30 minutos. Después del enfriamiento se muele el clínquer que contiene el 0,2% en peso de litio. Se obtiene un pigmento amarillo oscuro, brillante luminoso. El
15 análisis del clínquer dio tras digestión ácida y valoración potenciométrica un contenido en hierro del 63,8%

En el ensayo del pigmento obtenido en cuanto a estabilidad frente a la reducción/cambio de color:

- se procesa una probeta. A este respecto se incorporó una
20 pigmentación del 1% en peso en HDPE según la norma DIN 53772 de Septiembre de 1981 en un extrusor de doble husillo y en el equipo "Arburg".
- el cambio de color se midió según la norma DIN 6174 de Enero de 1979 A este respecto se midió un cambio de color de 0,6 unidades de
25 ΔE^* en las muestras, que se prepararon a 260°C y a la temperatura de

ensayo más baja posible (= 200° C) como referencia. A la temperatura de procesamiento de 300° C resultaron 1,6 unidades de ΔE^* . La posición del color en el diagrama cromático del producto dio a una temperatura de incorporación de 200° C un brillo L^* de 52,5 unidades CIELAB y un matiz amarillo b^* de 36,1 unidades CIELAB.

B. Ejemplo 1 - comparativo

De forma análoga al ejemplo 1, pero sin adición de litio se encontraron las siguientes propiedades:

En el ensayo del pigmento obtenido en cuanto a estabilidad frente a la reducción/cambio de color.

- se procesa una probeta. A este respecto se incorporó una pigmentación del 1% en peso en HDPE según la norma DIN 53772 de Septiembre de 1981 en un extrusor de doble husillo y en el equipo "Arburg".
- el cambio de color se midió según la norma DIN 6174 de Enero de 1979. A este respecto se midió un cambio de color de 0,6 unidades de ΔE^* en las muestras, que se prepararon a 260° C y a la temperatura de ensayo más baja posible (= 200° C) como referencia. A las temperatura de procesamiento de 300° C resultaron 1,6 unidades de ΔE^* . La posición del color en el diagrama cromático del producto dio a una temperatura de incorporación de 200° C un brillo L^* de 50,8 unidades CIELAB y un matiz amarillo b^* de 33,3 unidades CIELAB.

C. Ejemplo 2

Se filtran 783 g de una suspensión acuosa homogenizada, que contiene 45 g de goetita y 23,7 g de óxido de cinc (con 99,8% en peso de ZnO), a la

torta del filtro, que contiene aproximadamente 32% en peso de sólido seco, se le adicionan 1,46 g de carbonato de litio, se mezcla íntimamente en un equipo de mezcla y se calcina a 850° C aproximadamente durante 30 minutos. Después del enfriamiento se muele el clínquer que contiene el 0,4% en peso de litio. Se obtiene un pigmento amarillo oscuro, brillante luminoso. El análisis del clínquer dio tras digestión ácida y valoración potenciométrica un contenido en hierro del 63,4%.

En el ensayo del pigmento obtenido en cuanto a estabilidad frente a la reducción/cambio de color:

- 10 • se procesa una probeta. A este respecto se incorporó una pigmentación del 1% en peso en HDPE según la norma DIN 53772 de Septiembre de 1981 en un extrusor de doble husillo y en el equipo "Arburg".
- 15 • el cambio de color se midió según la norma DIN 6174 de Enero de 1979. A este respecto se midió un cambio de color de 1,0 unidades de ΔE^* en las muestras, que se prepararon a 260° C y a la temperatura de ensayo más baja posible (= 200° C) como referencia. A las temperatura de procesamiento de 300° C resultaron 2,4 unidades de ΔE^* . La posición del color en el diagrama cromático del producto dio a una temperatura de incorporación de 200° C un brillo L^* de 52,4 unidades CIELAB y un matiz amarillo b^* de 35,8 unidades CIELAB.
- 20

D. Ejemplo comparativo 3

Se filtran 783 g de una suspensión acuosa homogenizada, que contiene 45 g de goetita y 20,7 g de óxido de cinc (con 99,8% en peso de ZnO), a la
25 torta del filtro, que contiene aproximadamente 32% en peso de sólido seco, se

le adicionan 0,7 g de carbonato de litio, se mezcla íntimamente en un equipo de mezcla y se calcina a 850° C aproximadamente durante 30 minutos. Después del enfriamiento se muele el clínquer que contiene el 0,2% en peso de litio. Se obtiene un pigmento amarillo oscuro, brillante luminoso. El análisis del clínquer dio tras digestión ácida y valoración potenciométrica un contenido en hierro del 67,3%.

En el ensayo del pigmento obtenido en cuanto a estabilidad frente a la reducción/cambio de color:

- se procesa una probeta. A este respecto se incorporó una pigmentación del 1% en peso en HDPE según la norma DIN 53772 de Septiembre de 1981 en un extrusor de doble husillo y en el equipo "Arburg".
- el cambio de color se midió según la norma DIN 6174 de Enero de 1979. A este respecto se midió un cambio de color de 2,5 unidades de ΔE^* en las muestras, que se prepararon a 260° C y a la temperatura de ensayo más baja posible (= 200° C) como referencia. A las temperatura de procesamiento de 300° C resultaron 4,1 unidades de ΔE^* La posición del color en el diagrama cromático del producto dio a una temperatura de incorporación de 200° C un brillo L^* de 50,5 unidades CIELAB y un matiz amarillo b^* de 33,7 unidades CIELAB.

Tabla 1

	Contenido en hierro % en peso	Contenido en litio % en peso	$\Delta E^* a$ 260° C	$\Delta E^* a$ 300° C	Valor L* unidades CIELAB	Valor b* unidades CIELAB
Ejemplo 1	63,8	0,2	0,6	1,6	52,5	36,1
Ejemplo 1 – comparativo	64,3	< 0,001*	0,6	1,6	50,8*	33,3*
Ejemplo 2	63,4	0,4	1,0	2,4	52,4	35,8
Ejemplo 3 – comparativo	67,3*	0,2	2,5	4,1*	50,5*	33,7*
Bayferrox® 3950 de la compañía Bayer	66,7*	< 0,001*	10,3*	--	54,6	41,0
TAN® 10 de la compañía Mapico	66,8*	< 0,001*	5,9*	--	52,9	37,5

* = propiedad que no satisface los requerimientos.

Habiendo descrito la invención como antecede se declara como propiedad lo contenido en las siguientes

REIVINDICACIONES

5

1 Pigmentos colorantes de ferrita de cinc con un contenido en hierro $\leq$ 66,4% en peso y un contenido en litio de al menos el 0,08% en peso.

2. Pigmentos colorantes de ferrita de cinc según la reivindicación 1,
10 caracterizados porque los pigmentos colorantes de ferrita de cinc presentan en la incorporación en HDPE un cambio de color ΔE^* según las normas DIN 53772 y DIN 6174 a 300° C $< 0,4$, especialmente $< 0,3$.

3. Pigmentos colorantes de ferrita de cinc según las reivindicaciones 1 y 2,
15 caracterizados porque los pigmentos colorantes de ferrita de cinc presentan en la incorporación en HDPE un cambio de color ΔE^* según las normas DIN 53772 y DIN 6174 a 260° C $< 3,0$, especialmente $< 2,4$.

4. Pigmentos colorantes de ferrita de cinc según una o varias de las
20 reivindicaciones 1 a 3, caracterizados porque los pigmentos colorantes de ferrita de cinc presentan un valor L^* en unidades CIELAB, medido según la norma DIN 6174 en probetas de HDPE, donde las probetas se procesaron según la norma DIN 53772, > 51 , especialmente > 52 .

25 5. Pigmentos colorantes de ferrita de cinc según una o varias de las

reivindicaciones 1 a 4, caracterizados porque los pigmentos colorantes de ferrita de cinc presentan un valor b^* en unidades CIELAB, medido según la norma DIN 6174 en probetas de HDPE, donde las probetas se procesaron según la norma DIN 53772, > 34 , especialmente > 35 .

5

6 Procedimiento para la preparación de pigmentos colorantes de ferrita de cinc según una o varias de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado porque a una mezcla, solución o suspensión de matena prima que contiene o da lugar a una mezcla de partida de óxido de cinc y óxido de hierro correspondiente a la

10 composición de los pigmentos colorantes de ferrita de cinc, se añade

a) bien antes o durante la calcinación, uno o varios compuestos de litio

b) o bien tras la calcinación, uno o varios compuestos de litio y a continuación se calcina de nuevo

o una combinación de a) y b), de modo que tras la calcinación están contenidos

15 de 0,08 a 0,8% en peso de litio en el pigmento coloreado de ferrita de cinc y se encuentra un contenido en hierro $\leq 66,4\%$ en peso.

7 Uso de los pigmentos colorantes de ferrita de cinc según una o varias de las reivindicaciones 1 a 5 así como de pigmentos colorantes de ferrita de cinc,

20 obtenidos según la reivindicación 6, para la coloración de productos de la industria de colorantes, pinturas, recubrimientos, materiales de construcción, plásticos y papel, en alimentos, pintura de secado al horno o Coil-Coat, en áridos, ladrillos, esmaltes y vidriados cerámicos y en productos de la industria farmacéutica, especialmente en comprimidos

**PIGMENTOS COLORANTES DE FERRITA DE CINCO ESTABLES A LA
REDUCCIÓN, PROCEDIMIENTO PARA SU PREPARACIÓN ASÍ COMO SU
USO**

5

Resumen

La presente invención se refiere a pigmentos colorantes de ferrita de cinc, a un procedimiento para su preparación así como a su uso. Esta invención se refiere especialmente a pigmentos colorantes de ferrita de cinc
10 brillantes, amarillos, con mejor estabilidad a la reducción

48
47

SUPERINDUSTRIA Y COMERCIO
Radicacon : 06000001 00000000
Fecha (AMU): 2006-01-25 16:45:39
Tramite : 002 PATENTES D 1 REGISTRO 411 PRESENIAC
Dependencia: 2020 DIVISION DE NUEVAS CREACIONES

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO

NIT : 800176089-2

RECIBO OFICIAL DE CAJA : 06 - 1,938
FECHA : ENERO 10 DE 2006

***** C O N S I G N A C I O N *****

DEPOSITANTE	TIPO PAGO	BANCO	CUENTA	No. PAGO	FECHA PGO	Vr. PAGO
CAVELIER ABOGADOS	CONSIGNACION	BANCO POPULAR	050-00110-6	27483193	10/01/2006	38,448,000.00

***** C O N C E P T O *****

CANT.	RENTISTICO	CONCEPTO	TOTAL CONCEPTO
1	50005-01-01 SOLICITUDES	1 TRAMITES DE SOL. DE PATENTE DE IN	463,000.00
		TOTAL :	\$ 463,000.00

SON: CUATROCIENTOS SESENTA Y TRES MIL PESOS

RESPONSABLE : 

RECIBO DE CAJA APLICADO AL EXPEDIENTE No. _____

Cdo 14984-801-001-8

99

48

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO

NIT : 800176089-2

RECIBO OFICIAL DE CAJA : 06 - 217
FECHA : ENERO 3 DE 2006

***** CONSIGNACION *****

DEPOSITANTE	TIPO PAGO	BANCO	CUENTA	No. PAGO	FECHA PGO	Vr. PAGO
CAVELIER ABOGADOS	CONSIGNACION	BANCO POPULAR	050-00110-6	27483194	03/01/2006	41,063,280.00

***** CONCEPTO *****

CANT.	RENTISTICO	CONCEPTO	TOTAL CONCEPTO
1	50005-01-01	SOLICITUDES	
		82 INVOCACION DE UNA PRIORIDAD EN NU	130,000.00
		TOTAL :	\$ 130,000.00

SON: CIENTO TREINTA MIL PESOS

RESPONSABLE : 

RECIBO DE CAJA APLICADO AL EXPEDIENTE No. _____

Cdo 14984-801-001-4



Industria y Comercio
SUPERINTENDENCIA

49 50
SUPERINDUSTRIA Y COMERCIO

Radicación : 06006801 00000000

Folios: 49

Fecha (AMD): 2006-01-25 16:45:39

Trámite : 002 PATENTES D 1 REGISTRO 411 PRESENAL

Dependencia: 2000 DIVISION DE NUEVAS CREACIONES

Delegatura de Propiedad Industrial
División de Nuevas Creaciones

REQUISITOS NECESARIOS PARA PRESENTACIÓN Y AGILIZACIÓN DEL TRAMITE

PATENTE DE INVENCION ()	MODELO DE UTILIDAD ()	USUARIO ()	RADICADOR ()
-Indicación de que se solicita la concesión de una patente.	()	()	()
-Datos de identificación del solicitante o de la persona que se presenta la solicitud.	()	()	()
-Descripción de la invención.	()	()	()
-Dibujos de ser estos pertinentes.	()	()	()
-Comprobante de Pago de las tasas establecidas.	()	()	()
COMPLETA ()	INCOMPLETA ()	()	()

DISEÑO INDUSTRIAL ()			
-Indicación de que se solicita el registro de Diseño Industrial.	()	()	()
-Datos de identificación del solicitante o de la persona que se presenta la solicitud.	()	()	()
-Representación gráfica y fotográfica del Diseño Industrial o muestra del Material que incorpora el diseño.	()	()	()
-Comprobante de Pago de las tasas establecidas.	()	()	()
COMPLETA ()	INCOMPLETA ()	()	()

ESQUEMA DE TRAZADO ()			
-Indicación de que se solicita el registro de Diseño Industrial.	()	()	()
-Datos de identificación del solicitante o de la persona que se presenta la solicitud.	()	()	()
-Representación gráfica del Esquema Trazado.	()	()	()
-Comprobante de Pago de las tasas establecidas.	()	()	()
COMPLETA ()	INCOMPLETA ()	()	()

Firma Responsable:

Fecha.

8750
21

REPUBLICA DE COLOMBIA
SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO

Bogotá,
2020

Doctor(a)
FERRERO EMILIO
Apoderado(a) y/o Representante de
LANSEXX DEUTSCHLAND GMBH

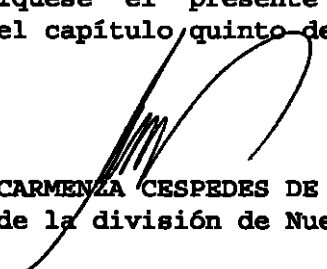
REFERENCIA	Radicación No. 6 6801
	Trámite 2
	Evento 1
	Actuación 430
	Oficio No. 2111

Como resultado del examen de forma, realizado con fundamento en el artículo 38 de la Decisión 486 de la Comisión de la Comunidad Andina, se le comunica que:

1. Debe allegar copia del documento en que consta la cesión del derecho a la patente otorgado por el(los) inventor(s) al(los) solicitante(s) o a su(s) causante(s) (art. 26-k, Dec 486/2000).

En cumplimiento del artículo 39 de la Decisión 486, se le requiere para que dentro del término de dos (2) meses siguientes a la fecha de notificación del presente oficio, complete los requisitos anteriormente enunciados. En caso de no dar cumplimiento al presente requerimiento, la solicitud se considerará abandonada y perderá su prelación.

Notifíquese el presente oficio conforme a lo dispuesto en el numeral 5.2, literal e), del capítulo quinto del título primero de la Circular Unica No.10 de 2001.


ALIX CARMENZA CESPEDES DE VERGEL
Jefe de la división de Nuevas Creaciones

El anterior requerimiento fue notificado por fijación en lista de
fecha 23 FEB. 2006
adpal

230208

Sl 4

,

,

,

