

PATENTE DE INVENCION

pe-2244298.

418597



Int. Cl.:	C09C

418597

Memoria Descriptiva

sobre:

PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE PIGMENTOS DE BRILLO
ANACARADO DE COLOR ORO.-

Solicitante. MERCK PATENT GESELLSCHAFT MIT BESCHRÄNKTER HAFTUNG,
entidad alemana, residente en Darmstadt, República
Federal Alemana.-

Los pigmentos de brillo anacarado, cuyo tono do-
rado se refuerza mediante la adición de óxidos de hierro,
ya son conocidos. Así, en la patente alemana 1.467.468 se
describen pigmentos de brillo anacarado que se componen
5. de escamas de mica translúcidas recubiertas. Los recubri-



- mientos de las escamas de mica se componen de óxidos metálicos con un tamaño de partícula medio inferior a 100 nm y muestran un espesor de unas 20 - 250 nm. Mediante este recubrimiento de las escamas de mica se forman colores de interferencia. Las más conocidas son las escamas de mica recubiertas de dióxido de titanio. Los recubrimientos de estos pigmentos conocidos pueden contener también óxido de hierro. Además, también se pueden aplicar capas de óxido metálico coloreadas sobre las escamas de mica recubiertas de TiO_2 y/o ZrO_2 (Publicación de solicitud de patente alemana 1.467.468).
- 5.
- 10.

- Un procedimiento especial para la obtención de un pigmento de brillo con adición de óxido de hierro se describe además en DAS 1.959.998. Según éste la capa que contiene óxido de hierro se recubre además de una capa de dióxido de titanio y/o de circonio. Según todos los procedimientos hasta ahora conocidos el óxido de hierro III contenido en tales pigmentos de brillo se precipitan de soluciones de sales de hierro III en la zona ácida. En la literatura se señala expresamente que para la precipitación se han de emplear soluciones de sal de hierro-III y que al emplear solución de sal de hierro II en todos los casos se ha de efectuar previamente una oxidación a sales de hierro-III para obtener los pigmentos deseados, ya que la tonalidad de color oro-amarillo solamente es producida por el Fe_2O_3 .
- 15.
- 20.

- Sorprendentemente se ha descubierto ahora que se obtienen pigmentos con una fuerza de color y de cobertura muy superior y de una tonalidad oro brillante si primeramente se precipitan hidróxidos de hierro-II de una solución de sal de hierro II y la oxidación necesaria se efectúa en el precipitado obtenido. Esto resulta más asombroso aún, ya que los hidróxidos de hierro-II, que primeramente se forman no tienen ningún color
- 25.
- 30.



- amarillo o dorado, sino que éste le obtienen solo por la oxidación a óxido de hierro-III, mientras el precipitado original muestra el conocido aspecto verde sucio hasta negro de los precipitados de hidróxido de hierro-II. Era por lo tanto también sorprendente para el especialista que, contrario a todas las suposiciones anteriores, se obtengan pigmentos de color oro superiores mediante precipitación de hidróxidos de las sales de hierro-II.
- 5.
- El objeto de la invención es por lo tanto un procedimiento para la obtención de pigmentos de brillo anacarado de color oro, a base de escalas de mica recubiertas de TiO_2 y/o ZrO_2 cuyas capas contienen adicionalmente Fe_2O_3 , mediante precipitación de hidróxido de hierro a partir de soluciones de sal de hierro y ulterior lavado y recocido de los pigmentos obtenidos
- 10.
- cuya característica más esencial consiste en que el hidróxido de hierro se precipita a valores pH superiores a 5, preferentemente entre 7,5 y 9, de una solución acuosa de sal de hierro-II y la capa precipitada sobre las escamas de mica recubiertas se transforman por oxidación y deshidratación, en forma en si conocida, en Fe_2O_3 .
- 15.
- Objeto de la presente invención son, además, los pigmentos de brillo anacarado de color oro a base de escamas de mica recubiertas de TiO_2 y/o ZrO_2 , cuyas capas contienen adicionalmente Fe_2O_3 , caracterizados porque el Fe_2O_3 contenido en ellas proviene de una capa de hidróxido de hierro-II precipitada sobre las escamas y después oxidado.
- 20.
- Evidentemente, para lograr los nuevos efectos es necesario que el óxido o bien el hidróxido, en el momento de la precipitación sobre la escama a recubrir, se encuentre en un estado de oxidación bajo. Un recubrimiento con sales de
- 25.
- 30.



Fe-III o una precipitación de sales de Fe-II en presencia de agentes de oxidación que sean capaces de oxidar los iones Fe^{++} que se encuentran en la solución, no conduce, sorprendentemente, al éxito deseado. La oxidación necesaria al óxido de hierro-III evidentemente debe efectuarse solo lentamente y solo después de la adhesión del hidróxido de hierro sobre la partícula a recubrir.

5.

Preferentemente se emplea como sal de hierro-II hidrosoluble el sulfato de hierro-II, por ejemplo, en forma de $FeSO_4 \cdot 7H_2O$. Pero también se pueden emplear otras sales de hierro-II solubles en agua, tales como por ejemplo, los sulfatos amónicos de hierro-II, los haluros de hierro-II o el oxalato de hierro-II. La concentración de las soluciones de sal empleadas de la sal de hierro-II se encuentra por regla general entre unos 20 y 300 g/l, preferentemente entre unos 50 y 100 g/l.

10.

15.

La precipitación misma se efectúa a partir de soluciones acuosas de las sales de hierro-II con un pH superior a 5, preferentemente entre 7,5 y 9. En especial para el sulfato de hierro-II son óptimos los valores pH de 8,0 a 8,5. Los pH necesarios se ajustan preferentemente mediante adición de hidróxido alcalino o amónico, o también con amoníaco gaseoso. El pH deberá mantenerse lo más constante posible durante la precipitación.

20.

La precipitación del hidróxido de hierro según el procedimiento de la presente invención se efectúa preferentemente sobre pigmentos de escamas de mica recubiertos de dióxido de titanio o bien de acuato-dióxido de titanio y/o dióxido de circonio o bien de acuato-dióxido de circonio, tal y como se describen por ejemplo en la patente alemana 2.009.566. Es especialmente ventajoso emplear un pigmento de color oro de manera

25.

30.



- que por el recubrimiento con TiO_2 y/o ZrO_2 , debido al espesor de capa del recubrimiento de índice de refracción más alto sobre las escama de mica, como color de interferencia para la vista muestre una tonalidad dorada. Un pigmento de estos se describe, por ejemplo, en el ejemplo 9 de la patente alemana 2.009.566. Asi resulta especialmente ventajoso un pigmento en el que el hidróxido de hierro se precipita sobre escamas de mica de un diámetro de unas 5 a 250 micras y un espesor de unas 0,1 a 5 micras, que en forma igualada están recubiertas de una capa de dióxido de titanio, en caso dado hidratizado, en una cantidad de unos 100 a 300 mg de TiO_2 por m^2 de superficie de la mica. Justamente con un pigmento de estos se puede lograr un aumento especialmente impresionante de la fuerza de color y de cobertura por precipitación de los óxidos de hierro según el procedimiento de la presente invención.
- 5.
 - 10.
 - 15.

- En principio se pueden emplear naturalmente todos los demás pigmentos a base de escamas de mica recubiertas, especialmente también aquellas con otros espesores de capa de TiO_2 y/o ZrO_2 . También ha demostrado ser conveniente efectuar la precipitación de los hidróxidos de hierro, según el procedimiento de la presente invención, directamente a continuación de la precipitación de las capas de acuatado de TiO_2 y/o de acuatado de ZrO_2 . Se puede entonces suprimir un aislamiento de los pigmentos así recubiertos, así como su ulterior elaboración; mas bien se puede efectuar directamente a continuación la hidrólisis de las sales de hierro-II y la precipitación en el mismo recipiente de reacción. Tan solo necesario variar el pH en forma correspondiente.
- 20.
 - 25.

- La solución de sal se introduce igualmente en la suspensión de las partículas a recubrir, ventajosamente por
- 30.



- debajo de la superficie del líquido en uno o varios lugares; la velocidad de la alimentación a seleccionar depende de la eficacia del agitador. La velocidad de alimentación se regula, para lograr resultados óptimos, de manera que se alimenten 0,01 a $25 \cdot 10^{-5}$ mol de iones de Fe^{++} por minuto y por m^2 de la superficie a recubrir. Simultáneamente con la sal de hierro se introduce una solución acuosa 0,025 - 10 molar de hidróxido alcalino o bien sódico o también una cantidad equivalente de amoníaco gaseoso. La alimentación de la base se efectúa aquí de manera que el pH seleccionado al principio se mantenga siempre lo más constante posible durante el recubrimiento.
5. 10.

- En determinados casos se pueden agregar también durante la hidrólisis sistemas de tampón para mantener el pH constante. Tales sistemas de tampón son, por ejemplo, tampones de acetato de glicocol de composición conocida. Estos se pueden presentar bien en la suspensión del pigmento pero es más ventajoso alimentarlos con la solución de hidróxido alcalino o amoníaco. Frecuentemente, sin embargo, no es deseable la adición de ulteriores iones extraños, de manera que se prefiere mantener constante el pH mediante dosificación exacta del alcali.
15. 20.

- Tan pronto como la capa aplicada por la solución de hierro-II ha alcanzado el espesor deseado (unos 1 a 10 nm) se interrumpe el recubrimiento. Los pigmentos obtenidos se elaboran según los métodos usuales y se aíslan de la mezcla de reacción. También se obtienen por el procedimiento de la presente invención, además, ventajas especiales, ya que la separación de las escamas de mica recubiertas se logra mucho mejor debido a que en la precipitación de los hidróxidos de hierro de las sales de hierro-II en la zona alcalina no se forman precipitados coloides que, al elaborar los pigmentos, originan considerables
25. 30.



dificultades. Al trabajar con sales de Fe-III esto sin embargo prácticamente no se puede evitar.

5. Ventajosamente se trata térmicamente aún durante 0,5 - 5 horas, bajo agitación de la suspensión, a unos 50 - 100°, con lo cual las capas se solidifican y la capa de hidróxido de hierro, en la mayoría de los casos, ya se oxida parcialmente. A continuación se lava el pigmento a fondo con agua, preferentemente con agua desalada, en caso dado bajo ajuste previo del pH a las proximidades del punto neutro. El secado se efectúa
10. en la forma usual, por ejemplo, extendido al aire sobre bandejas en armarios secadores, en caso dado bajo presión más reducida. Bajo presión normal se encuentran las temperaturas de secado entre unos 90° y 150°C.
15. La oxidación del precipitado obtenido de la solución de sal de hierro-II se efectúa convenientemente por el oxígeno del aire. La oxidación se inicia generalmente ya durante la reacción de precipitación, ya que la suspensión que contiene las partículas de pigmento a recubrir se agita bien, con lo cual la mezcla de reacción siempre está saturada con oxígeno del
20. aire. Debido a la gran superficie del precipitado se puede iniciar por lo tanto una oxidación parcial del hidróxido de hierro-II. Como los pigmentos especialmente buenos se obtienen si la oxidación se realiza en forma lenta, se puede efectuar el recubrimiento también primeramente bajo nitrógeno, lo que,
25. sin embargo, debido al gasto en aparatos que esto implica, resulta por regla general antieconómico. Al agitar bajo entrada de aire se precipita siempre una cantidad de hidróxido de hierro en la etapa de oxidación baja suficiente para el éxito deseado. La oxidación de los iones de Fe⁺⁺ que se encuentran en la so-
30. lución se puede desconsiderar bajo las condiciones de reacción



indicadas.

La oxidación, propiamente dicho, se efectúa entonces después de la precipitación. En la forma más sencilla se puede combinar con la deshidratación, secando el pigmento al aire.

5. La deshidratación y oxidación simultánea se puede realizar industrialmente especialmente bien extendiendo las escamas de mica, preferentemente ya lavadas, recubiertas, al aire, por ejemplo, en bandejas en el armario secador. De esta manera se puede lograr muy sencillamente una oxidación lenta.
 10. Por esta razón se dá también preferencia a esta forma de realizar la oxidación ante otras formas de realización posibles en las cuales se pueden agregar un agente de oxidación, por ejemplo, peróxido de hidrógeno, nitrato amónico o per-manganatos, después de la precipitación, a la mezcla de reacción o también al agua de lavado.
 15. Convenientemente, los pigmentos secados se recuecen en forma en si conocida, por ejemplo, a temperaturas de unos 500 - 1100°C, de esta manera se logra una mayor estabilidad contra los efectos de la luz y la temperatura. El proceso de recocido se extiende por lo general a tiempos entre 10 minutos y 5 horas.
 20. El pigmento obtenido después del recocido contiene, según la cantidad del óxido de hierro precipitado, como máximo un 20%, preferentemente un 0,4 - 10 % de Fe_2O_3 .
- Las condiciones de reacción esenciales, que se han de mantener en la precipitación de hidróxido de sales metálicas sobre escamas de mica se describen detalladamente en la patente alemana 2.009.566 y en DAS 1.959.998. Aquí se hace especial referencia a esta publicación. Según esta publicación es conocido que, para la obtención de pigmentos de alta calidad, es esencial que, durante la precipitación, las sales metálicas estén presentes en defecto y en una concentración lo más constan-
- 25.
 - 30.



te posible durante la hidrólisis y las velocidades de recubrimiento se mantendrán iguales. La hidrólisis se ha de efectuar por lo tanto a temperatura constante, pH constante y velocidad de alimentación constante de las soluciones de sales metálicas.

5. Aquí es esencial que se evite un exceso de iones de metal en la suspensión. Por lo tanto, por unidad de tiempo solo se debe alimentar una cantidad de sal metálica a la hidrólisis como pueda ser recigida como óxido de metal hidratizado por la superficie a recubrir por unidad de tiempo. Manteniendo exactamente estas
10. condiciones se logran unos recubrimientos muy unitarios y pigmentos con superficie lisa y con ello unos colores especialmente luminosos y un brillo homogéneo.

15. Los pigmentos obtenidos según la presente invención abren, debido a su fuerza de color y de cobertura asombrosamente grande, unos campos de aplicación totalmente nuevos, ya que queda suprimido el carácter lechoso de los pigmentos de oro hasta ahora conocidos sobre esta base, lo que se aprecia especialmente al ser incorporados en capas gruesas, tal como placas para botones. Como otra ventaja de los pigmentos de la presente invención, en comparación con los hasta ahora conocidos,
20. es de destacar una solidez a la luz claramente superior que hace que los productos obtenidos según procedimiento descrito sean un verdadero sustituto de los bronce dorados.

25. Los colores de los pigmentos de brillo anacarado se pueden observar especialmente bien cuando los pigmentos se incorporan en láminas de material sintético. Estos se pueden dispersar, naturalmente, igual que los pigmentos de brillo hasta ahora conocidos, en los soportes usuales y seguir elaborando. Los nuevos pigmentos son además especialmente adecuados para fines
30. cosméticos, ya que están compuestos de óxidos de metal fisioló-

418597



- gicamente compatibles. Principalmente se emplean sin embargo como pigmentos para teñir, por ejemplo, materiales sintéticos, artículos cosméticos tales como lápices labiales y jabón, vidrio, cerámica, lacas, pinturas así como artículos de caucho y de goma. Debido a su estabilidad a la luz y a los agentes atmosféricos son especialmente apreciados y, debido a su estabilidad a la temperatura, también para las lacas de cochuración, para el teñido de fusiones (vidrio) y material cerámico que se haya decochurar. Por regla general se emplean los pigmentos en cantidades hasta un máximo de un 30 %, preferentemente un 0,5 - 10 %. En los materiales sintéticos se encuentra la proporción por regla general bastante bajo, por ejemplo, en un 0,5 - 3 %, mientras en los preparados cosméticos, por ejemplo, lápices labiales, se pueden emplear hasta en un 30 %, preferentemente en un 2 - 25, referido a la masa total del lápiz labial.

Los nuevos pigmentos muestran, por ejemplo, después de la incorporación en láminas de material sintético unos colores fuertes que no varían tampoco al cambiar el ángulo de observación.

20. Ejemplo 1

- De $TiCl_4$ y ácido clorhídrico se prepara una solución acuosa de tetracloruro de titanio que contiene 150 g de $TiCl_3/l$ y 50 - 100 g de HCl/l . 4 l de agua desalada se ajustan por adición de esta solución de tetracloruro de titanio a un pH de 2,2. Después se agregan 200 g de escamas de mica con un diámetro de partícula entre 10 y 30 micras y un espesor de unas 0,5 micras, y la suspensión se calienta a 70-75°. Se vierte entonces la solución de tetracloruro de titanio con una velocidad de unos 450 cc/hora. Simultáneamente se vierte una solución al 20% de la lejía sódica, cuya velocidad de alimentación se re-



gula de manera que el pH de la suspensión se mantenga constante entre los límites 2,2 - 2,5. El recubrimiento se efectúa hasta que después de unas 4 horas 50 minutos se haya alcanzado a totalidad de oro deseada. Se consumen en total unos 2,2 litros de solución de tetracloruro de titanio. Se sigue agitando aún durante unos 10 minutos y entonces se aumenta el pH de la mezcla, mediante adición de lejía sódica al 20%, hasta 8,0.

5. A continuación se agrega, a una velocidad de 400 cc/h, una solución de sulfato de hierro que contenga 15 g de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ y 1 cc de ácido sulfúrico concentrado por 100 cc de solución. Mediante alimentación simultánea de lejía sódica (20 %) se mantiene el pH en 8,0 por dosificación. El hidróxido de hierro se precipita como precipitado negro verdoso y sedimenta sobre las partículas del pigmento. Después de agregar 400 cc de solución de FeSO_4 se interrumpe el recubrimiento y se sigue agitando aún durante 1 hora a 70-75°. La mezcla de reacción se deja reposar durante la noche. Después se separa el pigmento y se lava con agua totalmente desalada. Después de secar en bandejas abiertas en el armario secador a unos 130° se recuece el pigmento ahora de color oro-amarillo durante 30 minutos a 950°C. Se obtiene un pigmento de color oro luminoso con un contenido en Fe_2O_3 de un 4,8 %.

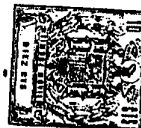
Ejemplo 2

10 kg de la mica empleada en el ejemplo 1 se suspenden en 150 l de agua totalmente desalada. La suspensión se ajusta mediante adición de solución ácido clorhídrica de tetracloruro de circonio (250 g ZrCl_4 y 40 g de HCl/l) a un pH de unos 3,5. La suspensión se calienta bajo agitación a 70°C y a continuación se ajusta mediante adición de ácido clorhídrico al 10 % a un pH de 3,5. A continuación se introducen ulteriores



- cantidades de la solución ácido clorhídrica de tetracloruro de circonio a una velocidad de 6 l/h en la suspensión. El pH se mantiene constante mediante adición simultánea de NaOH al 35 % en 3,5. La duración del recubrimiento asciende aproximadamente a 10 horas. El pigmento se agita aún en la suspensión durante 10 minutos, después se aumenta el pH a 8,5 mediante adición de amoníaco.
5. Con una velocidad de 20 l/h, se dosifica entonces una solución de sulfato de hierro que contiene 150 g de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ y 10 cc de ácido sulfúrico concentrado por l de solución. Mediante dosificación simultánea de lejía sódica al 20 % se mantiene el pH en 8,0, después de agregar 20 l de solución de sulfato de hierro se interrumpe el recubrimiento y se elabora como descrito en el ejemplo 1.
10. El pigmento obtenido después de recocer contiene aproximadamente un 53,2 % de mica, unos 42,2 % de ZrO_2 y aprox. un 4,6 % de Fe_2O_3 .
15. En lugar de solución de ZrCl_4 se pueden emplear en cada caso, también mezclas de TiCl_4 y ZrCl_4 , por ejemplo, en proporción 1:1 ó 3:1. También de esta manera se obtienen pigmentos de buena fuerza de color y de cobertura.
20. Ejemplo 3
- En 4 l de agua totalmente desalada se agrega tanto de una solución de tetracloruro de titanio que contiene 150 g de TiCl_4 /l y 50 - 100 g de HCl/l hasta alcanzar un pH de 2,2. A continuación se agregan 200 g de escamas de mica como en el ejemplo 1 y se recubre con acutos de dióxido de titanio. Después se ajusta mediante adición de NaOH acuoso al 20 % en pH a 8,0.
25. A continuación se dosifica a una velocidad de 300 cc/h
- 30.

418597



5. una solución que contiene 43 g de $\text{FeCl}_2 \cdot 4 \text{H}_2\text{O}$ y 10 cc de ácido clorhídrico al 37 % en 300 cc de agua. Mediante adición simultánea de NaOH se mantiene constante el pH en 8,0 - 8,5. El hidróxido de hierro se precipita como precipitado negro verdoso sobre las escamas recubiertas. La ulterior elaboración se efectúa análogo al ejemplo 1.

Ejemplo 4

10. El recubrimiento y la elaboración se efectúa análogo al ejemplo 1 pero en lugar de solución de FeCl_2 se agrega una solución que contiene 39 g de oxalato de Fe-II . 2 H_2O en 1 litro de ácido clorhídrico al 20 %.

Se forma un pigmento de oro luminoso con alto poder de recubrimiento.

Ejemplo 5

15. El recubrimiento y la elaboración se efectúan análogo al ejemplo 1 pero en lugar de 200 g de escamas de mica de las dimensiones allí mencionadas se emplean 340 g de escamas de mica con un diámetro de partícula entre 50 y 150 micras y un espesor de 0,2 - 5 micras para su recubrimiento (superficie específica unos 2,0 - 2,5 m^2/g). Se forma un pigmento de oro luminoso con un fuerte efecto brillante. Contenido en Fe_2O_3 en el pigmento recocido un 3,5 %.

Ejemplo 6

25. El recubrimiento y la elaboración se efectúan análogo al ejemplo 1 pero en lugar de 200 g de escamas de mica de las dimensiones allí mencionadas se emplean 130 g de escamas de mica con un diámetro de partícula entre 5 y 15 micras y un espesor de 0,1 - 0,5 micras para su recubrimiento (superficie específica unos 5,5 - 6,0 m^2/g). Se forma un pigmento de otro luminoso con un brillo de aspecto aterciopelado. Contenido en Fe_2O_3
- 30.



en el pigmento recocido un 6,0 %.

- N O T A -

Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse

5. constar que las disposiciones anteriormente indicadas, son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una solicitud de patente, presentada en Alemania, con fecha 9 de Septiembre de 1.972, bajo el número P 22 44 298;
10. acogiéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España, sobre: PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE PIGMENTOS DE BRILLO ANACARADO DE COLOR ORO; ca
15. racterizándose por lo siguiente:

- 1.- Procedimiento para la obtención de pigmentos de brillo anacarado de color oro, a base de escamas de mica recubiertas con TiO_2 y/o ZrO_2 , cuyas capas contienen adicionalmente Fe_2O_3 , mediante precipitación de hidróxido de hierro a
20. partir de soluciones acuosas de sales de hierro y ulterior lavado y recocido de los pigmentos obtenidos, caracterizado porque el hidróxido de hierro se precipita a un pH superior a 5, preferentemente entre 7,5 y 9 a partir de una solución acuosa de una sal de hierro-II y la capa precipitada sobre las esca-
25. mas de mica recubiertas se transforma por oxidación y deshidratación en Fe_2O_3 .

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque como sal de Fe-II se emplea sulfato de hierro-II

- 3.- Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado porque la precipitación se efectúa a un pH de 8,0 -
- 30.



418597

8,5.

4.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque la oxidación se efectúa mediante aire.

5. 5.- Procedimiento según la reivindicación 4, caracterizado porque la oxidación se efectúa durante el proceso de deshidratación, preferentemente durante el secado.

6.- Procedimiento según la reivindicación 4, caracterizado porque la oxidación se efectúa, como mínimo parcialmente, en la solución de precipitación por introducción de aire.

10. 7.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado porque el hidróxido de hierro se precipita sobre escamas de mica recubiertas de acuatos de TiO_2 .

15. 8.- Procedimiento según la reivindicación 7, caracterizado porque el hidróxido de hierro se precipita sobre escamas de mica con un diámetro de unas 5 a 250 micras y un espesor de unos 0,1 a 5 micras que están recubiertas en forma igualada de una capa de dióxido de titanio, en caso dado hidratado en una cantidad de unos 100 a 300 mg de TiO_2/m^2 de superficie de mica.

20. 9.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 8, caracterizado porque el óxido de hierro se precipita en una cantidad tal que el pigmento recocido contenga como máximo un 20 % preferentemente un 0,5 - 10 % de Fe_2O_3 .

25. 10.- Procedimiento para la obtención de pigmentos de brillo anacarado de color oro, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de 15 hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 6 SET. 1973

30.

MERCK PATENT GESELLSCHAFT MIT BESCHRÄNKTER HAFTUNG.

J. GUREZ ACEBU Y MOJER
Dr. P. Elmedor L. Goeta Fernández