

22 MAY. 1965

310351

P.- 28.790

D44298 IVa/22f



MEMORIA DESCRIPTIVA

que se presenta para unir a la solicitud de  
P A T E N T E     D E     I N V E N C I O N  
formulada el 10 de Marzo de 1.965, con el número 310.351

e n

E S P A Ñ A

por VEINTE años

a nombre de DEUTSCHE GOLD-UND SILBER-SCHEIDEANSTALT VORMALS  
ROESSLER, entidad alemana, establecida en Weissfrauenstrasse  
9, Frankfurt (Main), República Federal Alemana, por:  
"UN PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE AZUL DE FERROCIANURO"

El invento concierne a un procedimiento para la -  
fabricación de azul de ferrocianuro por precipitación de un  
compuesto de ferrocianuro ferroso a partir de soluciones de  
ferrocianuro alcalino y sales de hierro-II y subsiguiente -  
5 oxidación al compuesto de ferrocianuro férrico que forma el  
pigmento azul.

La primera etapa de la fabricación de azul de fe-  
rrocianuro consiste en la precipitación de la denominada -  
pasta cruda, que subsiguientemente es oxidada al pigmento -  
10 propiamente dicho. Las partículas de la pasta cruda obteni-

310351

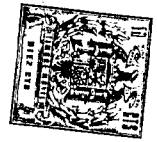
22 MAY



das en la precipitación, especialmente con las calidades de azul mas claras, deben ser sometidas a un proceso de envejecimiento, para lograr una determinada estructura superficial. Este proceso es acelerado por tratamiento térmico, es decir  
5 por cocción de duración variable, según la escala de claridad del matiz de color deseado. Al tratamiento térmico sigue la oxidación de la pasta cruda a azul de ferrocianuro. Por causa de su caracter de gel la pasta cruda y el azul oxidado se sedimentan solamente de forma lenta y se pueden filtrar  
10 difícilmente. De aquí que para la fabricación a escala industrial se necesite mucho volumen de recipientes y numerosas prensas.

Ha resultado finalmente que la ejecución del proceso de envejecimiento por tratamiento térmico bajo presión  
15 a temperaturas de 100-150°C, es decir a aproximadamente 3-5 atmósferas de sobrepresión, trae consigo esenciales ventajas frente a la técnica hasta ahora utilizada de cocción bajo condiciones normales. Estas ventajas consisten por una parte en una mejora de las propiedades de pigmentación del producto acabado y por otra en un desarrollo mas ventajoso del  
20 proceso de envejecimiento y con ello una mejor economía del procedimiento de fabricación basado en éste.

En un medio acuoso, a temperaturas por encima de 100°C, el pigmento forma una superficie menos capaz de reacción,  
25 ción, que tiene tambien menos valencias residuales, en el sentido de las fuerzas de Van der Waal, que las que se presentan en los pigmentos de azul de ferrocianuro fabricados de forma usual. Por esta causa se deja ver tambien una capacidad mas limitada de reacción del producto acabado frente a  
30 aglutinantes orgánicos en el color extendido y con ello se disminuye el peligro de un espesamiento indeseable. En los



sistemas de tintas de imprenta y tintas para barnizado fabricados con el pigmento según el invento se producen valores reologicos mas favorables con relación al compartimiento de fluidez y al limite de fluidez. En la mezcla en crudo se puede comprobar una mejor intensidad de color. a causa de un mejor aprovechamiento de la superficie. Esto se basa en que el pigmento azul tiene una estructura secundaria menos estable y por ello se puede dispersar mejor que pigmentos que fueron envejecidos bajo condiciones normales.

Primeramente se producen ventajas con relación a la economia por un claro acortamiento de la duración del tratamiento térmico de la pasta cruda en autoclave a causa de un mejor aprovechamiento de las cantidades de vapor introducidas. Al cocer bajo presión en un recipiente cerrado la radiación de calor es menor que en las instalaciones anteriores con recipientes abiertos y salida libre de los vapores. Tambien se hace superfluo un movimiento mecánico de la suspensión a precipitar por medio de mecanismos de agitación durante la duración del tratamiento ya que se encarga de éste el chorro de vapor introducido bajo presión. Por causa de su estructura modificada las partículas de gel suspendidas se sedimentan mejor, se pueden separar mas rapidamente por lavado y filtrar mas fácilmente. Con ello aparece un considerable ahorro de volumen de recipientes y tiempo de trabajo.

La relación del volumen de recipientes necesario para la decantación de la suspensión de azul despues del tratamiento térmico bajo presión frente al de una instalación anterior es de aproximadamente 1:12. En esta escala se puede aprovechar tambien mejor una tal instalación. Tambien la

310351



filtración de la pasta azul se verifica más rápidamente, y el lavado subsiguiente de la torta, por ejemplo en filtros-prensa, precisa menos tiempo, de forma que también en la - filtración de la pasta azul aparecen ahorros de espacio y -  
5 tiempo, que ayudan a la elevación de la capacidad de producción de las instalaciones existentes.

Ejemplo: Para el ensayo de comparación de la técnica de tintas de imprenta se tomaron: un tipo de azul Milori de fabricación normal, es decir con envejecimiento de la pasta  
10 cruda a presión normal y temperaturas por debajo de 100°C como muestra normalizada o patrón (designación ST) y un azul Milori, que se obtuvo de acuerdo con el invento (designación E). Las muestras ST y E fueron elaboradas, cada una de ellas en una tinta de imprenta a base de ciclocaucho/aceite de madera/aceite mineral) y en una tinta para impresión Offset  
15 (a base de resina alcidica-aceite de linaza/aceite de madera/aceite mineral) y las tintas resultantes fueron comparadas en cuanto a fluidez, aptitud para la impresión, intensidad - del color, tono de color y brillo.

20 Las tintas de imprenta fueron preparadas todas sobre una amasadura de laboratorio de tres rodillos, bajo las mismas condiciones.

El comportamiento reológico de las tintas se ensayó con el viscosímetro de rotación de Haake y se representa  
25 en los dibujos adjuntos 1 y 2 en forma de curvas. Los resultados están representados separadamente para ambas clases de barniz 1 y 2.

El barniz. 1, (fig. 1) consistía en:

Ciclocaucho soluble en bencina	22 partes
(Designación comercial Alpex <sup>®</sup> 514 J)	
Aceite de carnea 15	55 "

30



Aceite de madera, bruto 23 partes

Composición del barniz 2:

Resina alcidica 40 "

(Designacion comercial Jagalyd<sup>®</sup> T 63)

5 Aceite de carnea 15 20 "

Aceite de madera bruto 40 "

Las mediciones de viscosidad según la figura 1, que se efectuaron con concentraciones de azul del 50 al 52%, muestran que con la misma concentración la muestra E tiene  
10 una viscosidad mas baja que la muestra normalizada ST, mientras que con un contenido de azul algo mas elevado, de 52,5% resulta casi la misma fluidez que en la muestra normalizada.

Se manifiestan tambien relaciones similares en la figura 2 para las tintas para impresión Offset, en que sin  
15 embargo la muestra fabricada según el invento incluso a una concentración de 52,5% permanece con la viscosidad todavia por debajo de la muestra normalizada, que se empleó en una concentración de 50%.

Las pruebas gráficas de las tintas se efectuaron  
20 sobre una máquina combinada de imprenta Offset y con la minerva de Heidelberg. Como soporte de impresión sirvió papel de imprenta artístico y papel de cromo tipia de 100 g/m<sup>2</sup>, con una velocidad de impresión de 3000 hojas/hora. Sobre  
los referidos papeles se imprimieron tres muestras cada una  
25 con tres colores. Para la tinta de imprenta se eligieron las siguientes recetas y características:

ST 1	50,0 ST
	50,0 barniz 1
E 1	50,0 E
	50,0 barniz 1
30 E 11	52,5 E
	47,5 barniz 1

310351



Con estas tintas de imprenta resultó con relación a la intensidad del color, que la tinta de imprenta ST 1 producía una intensidad de color algo mayor que la tinta de imprenta E 1 con 50% de concentración de azul. La intensidad de color más débil de la última tinta es producida evidentemente por la baja viscosidad. De esta forma la tinta se adhiere más en el soporte de impresión y pierde correspondientemente en intensidad de color. Por el contrario la tinta E II - muestra frente a la ST 1 una intensidad de color claramente más fuerte.

Ambas tintas E 1 y E 11 muestran sobre ambos soportes de impresión un tono de color más limpio, algo punteado de verde.

El brillo es en lo esencial igual en todas las tintas y en ambos soportes de impresión; no se puede comprobar ninguna diferencia digna de mención.

Todas las tintas se pueden imprimir sin dificultades sobre ambos soportes de impresión. El gasto de tinta de las tintas E 1 y E 11 era en comparación con la ST 1 apreciablemente más limitado, de forma que la aptitud para la impresión de las tintas según el invento es mas favorable.

Las impresiones -Offset- se ejecutaron con las siguientes recetas:

ST 2	50,0 ST 50,0 barniz 2
E 2	50,0 E 50,0 barniz 2
E 22	52,5 E 47,5 barniz 2

Las impresiones-Offset no se diferencian apreciablemente en todos los resultados individuales de los resultados



de las muestras impresas con las tintas de imprenta. Por lo tanto sirven las mismas afirmaciones aqui con relación a la intensidad de color, tono de color, brillo y aptitud para la impresión, que con las tintas de imprenta.

5                   Igualmente buena era la aptitud para la impresión sobre un minerva de Heidelberg. En comparación con la tinta ST 2 se puede reconocer todavia mas claramente la mejora de la intensidad de color de la tinta E 22 con este procedimiento de impresión.

10                   En resumen, hay que afirmar que con el procedimiento según el invento resultan tintas que en relacion con la intensidad de color, pureza y fluidez producen impresiones mejoradas. La intensidad de impresión aumentada de estas tintas trae consigo tambien una disminución del consumo de tinta al imprimir.

15                   La presente solicitud, que corresponde a la presentada en República Federal Alemana, con fecha 29 de Abril de 1.964 bajo el núm. D 44.298 IVa/22f, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

N O T A

25                   Los puntos de invención, propia y nueva, que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los siguientes:

30                   1º.- Un procedimiento para la obtención de azul de ferrocianuro por precipitación de la pasta cruda a partir de

310351

22



5 soluciones de ferrocianuro alcalino y de sales de hierro-II con oxidacion subsiguiente de una manera en si conocida, caracterizado porque el proceso de envejecimiento de la pasta cruda se lleva a cabo mediante un tratamiento por calor bajo presión a temperaturas de 100 hasta 150°C.

2º.- Un procedimiento para la obtención de azul de ferrocianuro.

10 Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, representado en los dibujos que se acompañan y con los fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de ocho hojas escritas a maquina por una sola de sus caras.

Madrid,

22 MAY. 1965

P.A.

Alfonso de Echeburu  
Por Poder.



510353

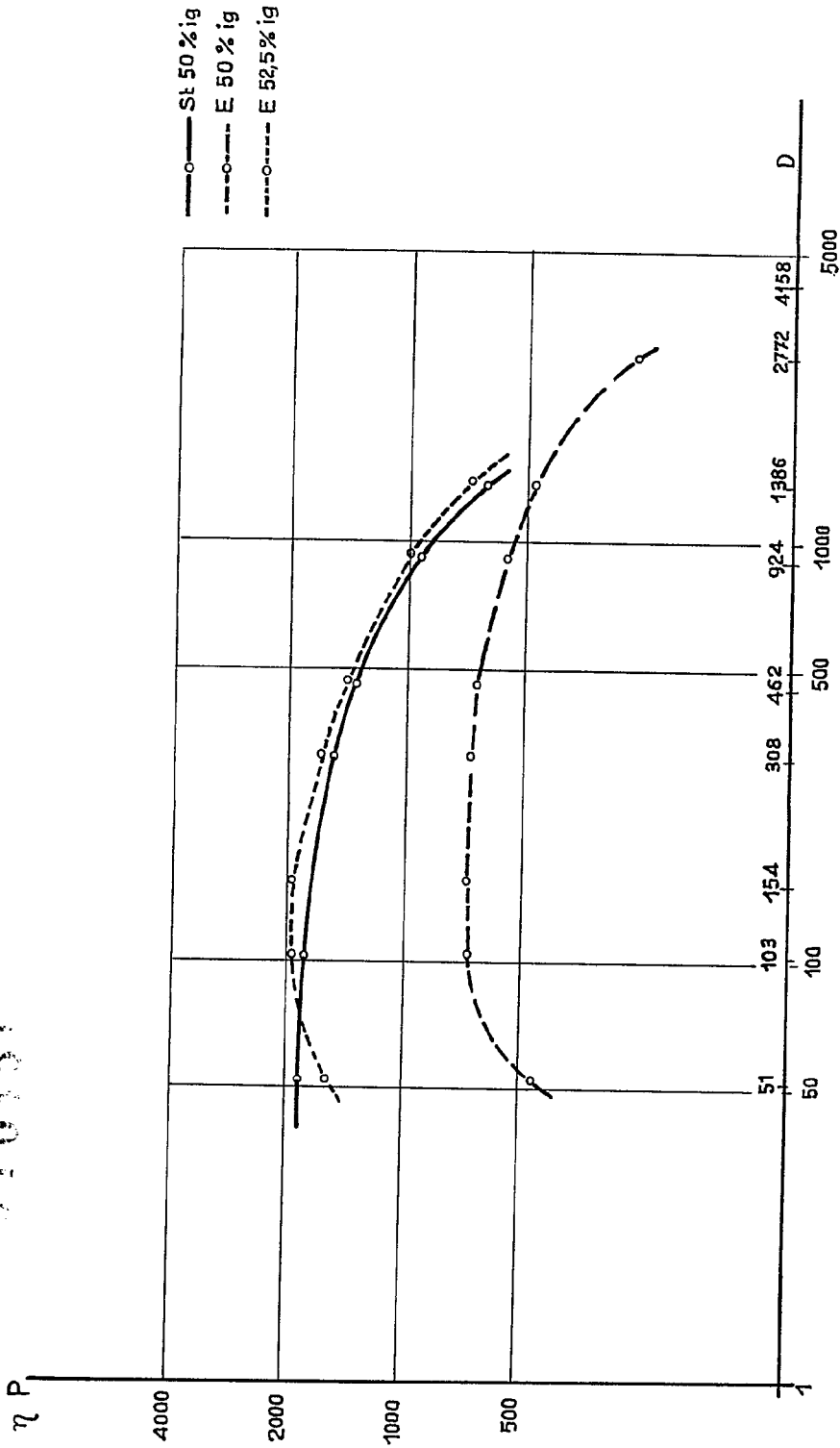


Fig. 1

ESCALA VARIABLE

Handwritten signature and text in the bottom right corner.

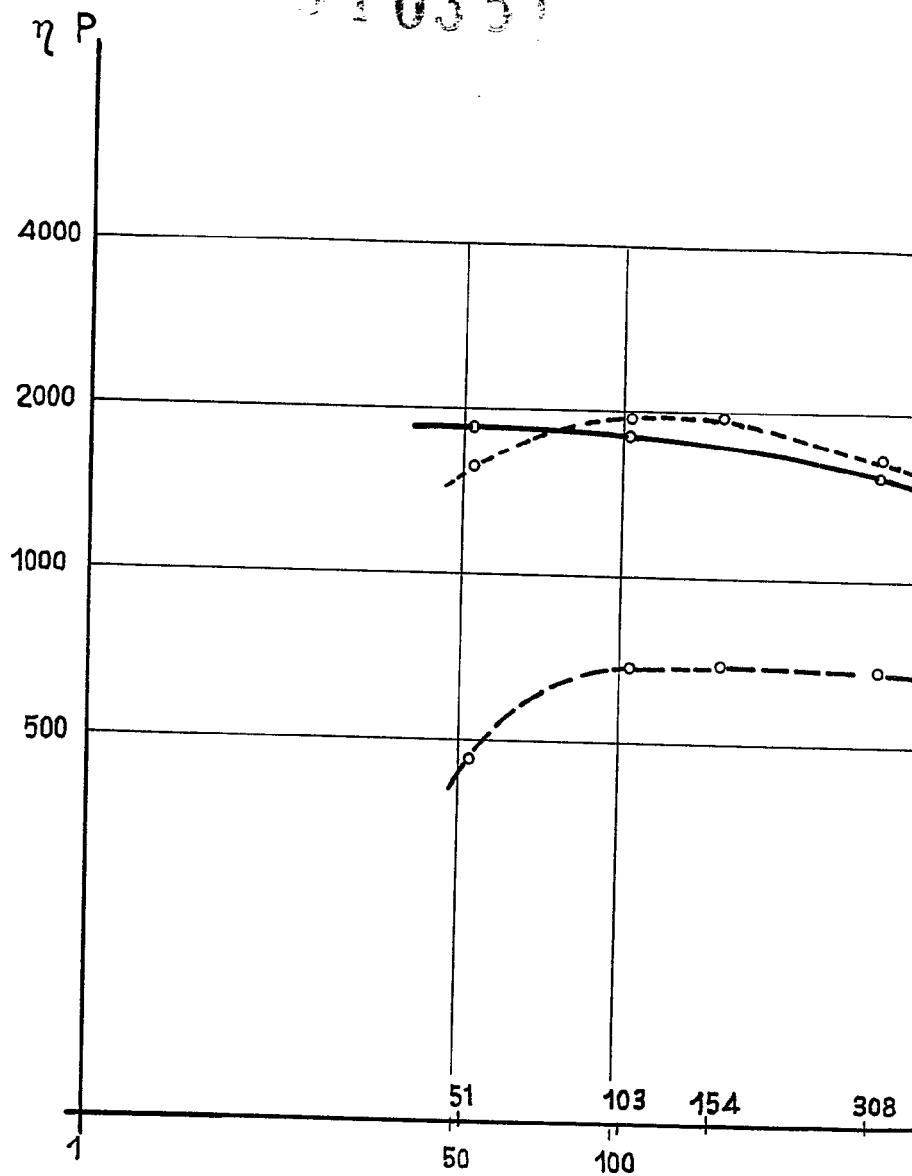


Fig:

ESCALA VARIABLE

319351

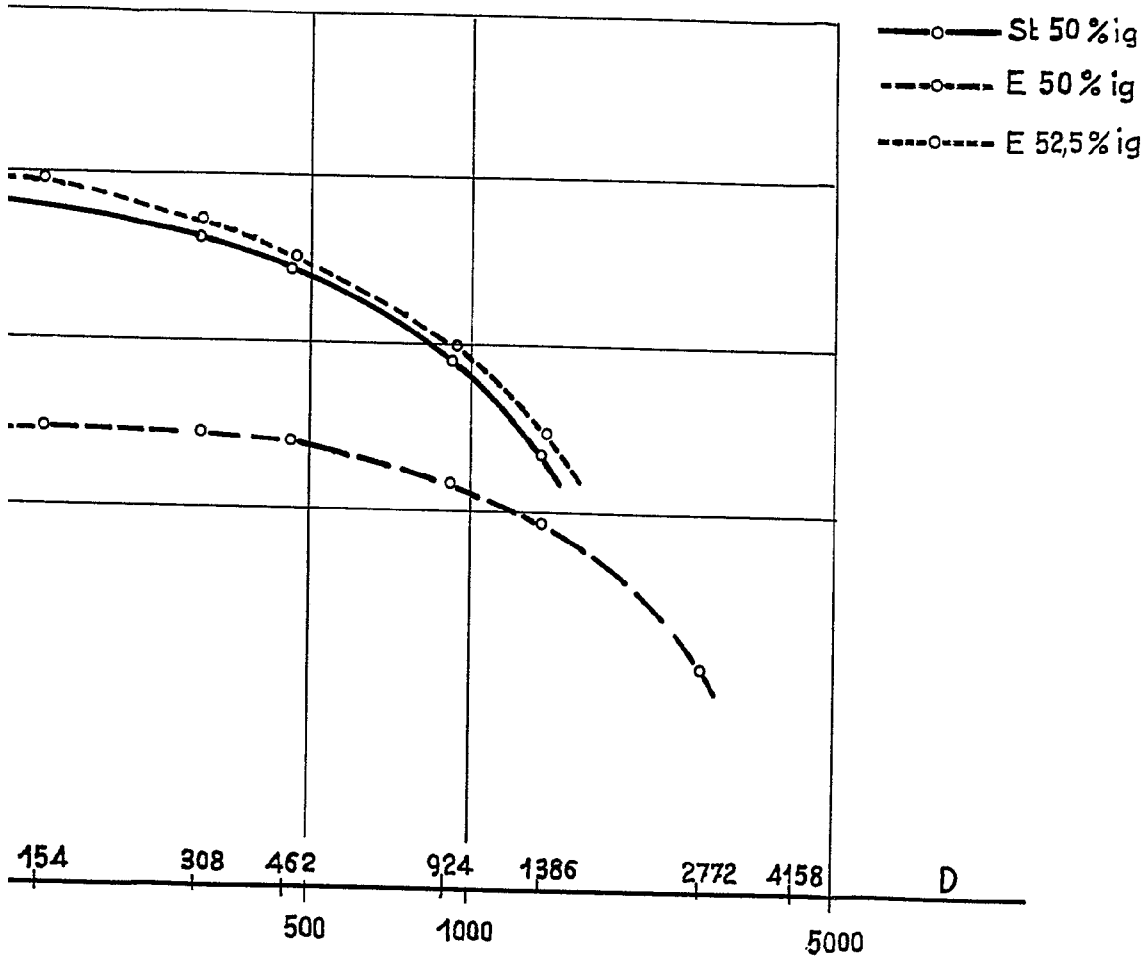


Fig: 1

Por Poder  
*[Signature]*

27 MAR 1953

DUTS NE GILD-UND SILBER-GEHALT IN KUNSTSTOFFEN

50051

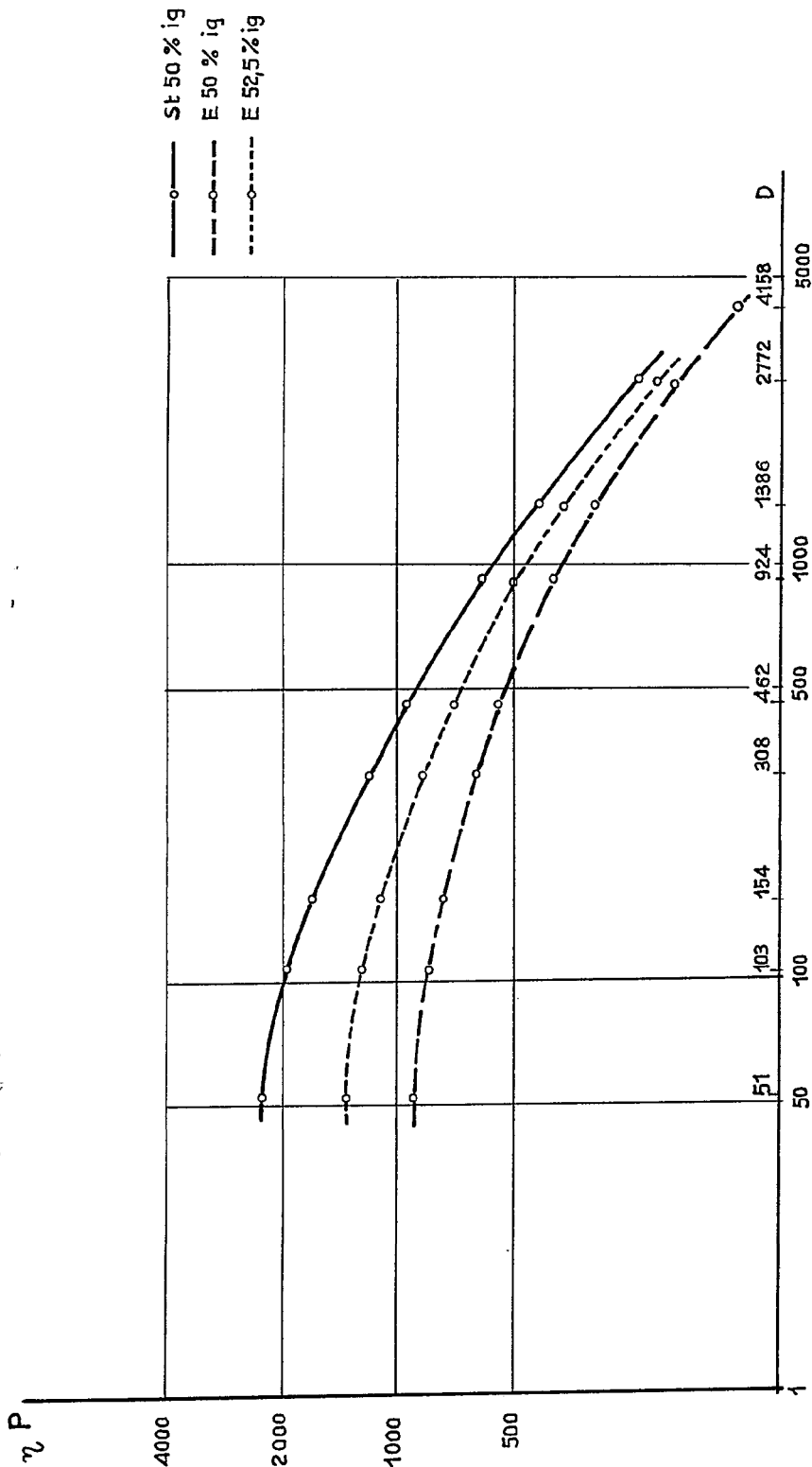
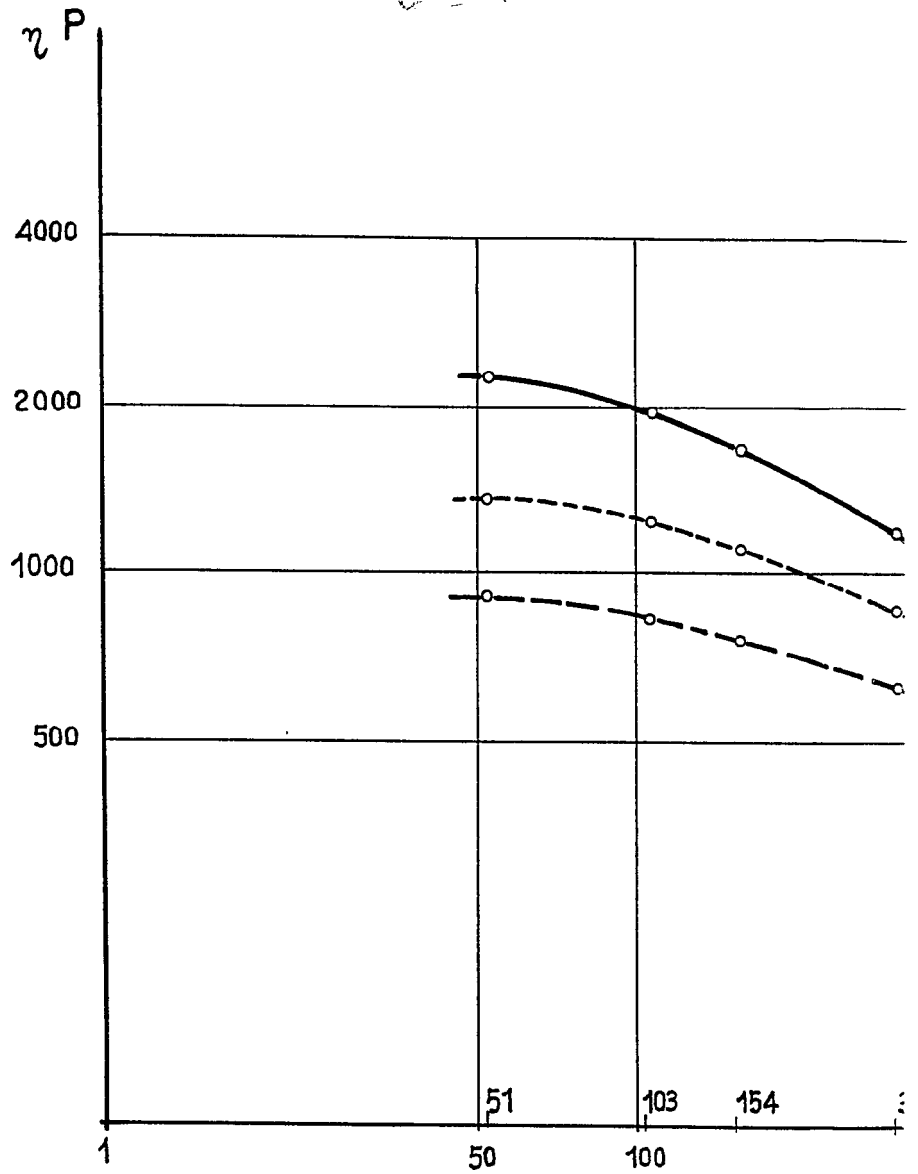


Fig. 2

ESCALA VARIABLE

*[Handwritten signature]*  
27 MAR 1953

34531



Fig

ESCALA VARIABLE

27 MAY 1963

5-530

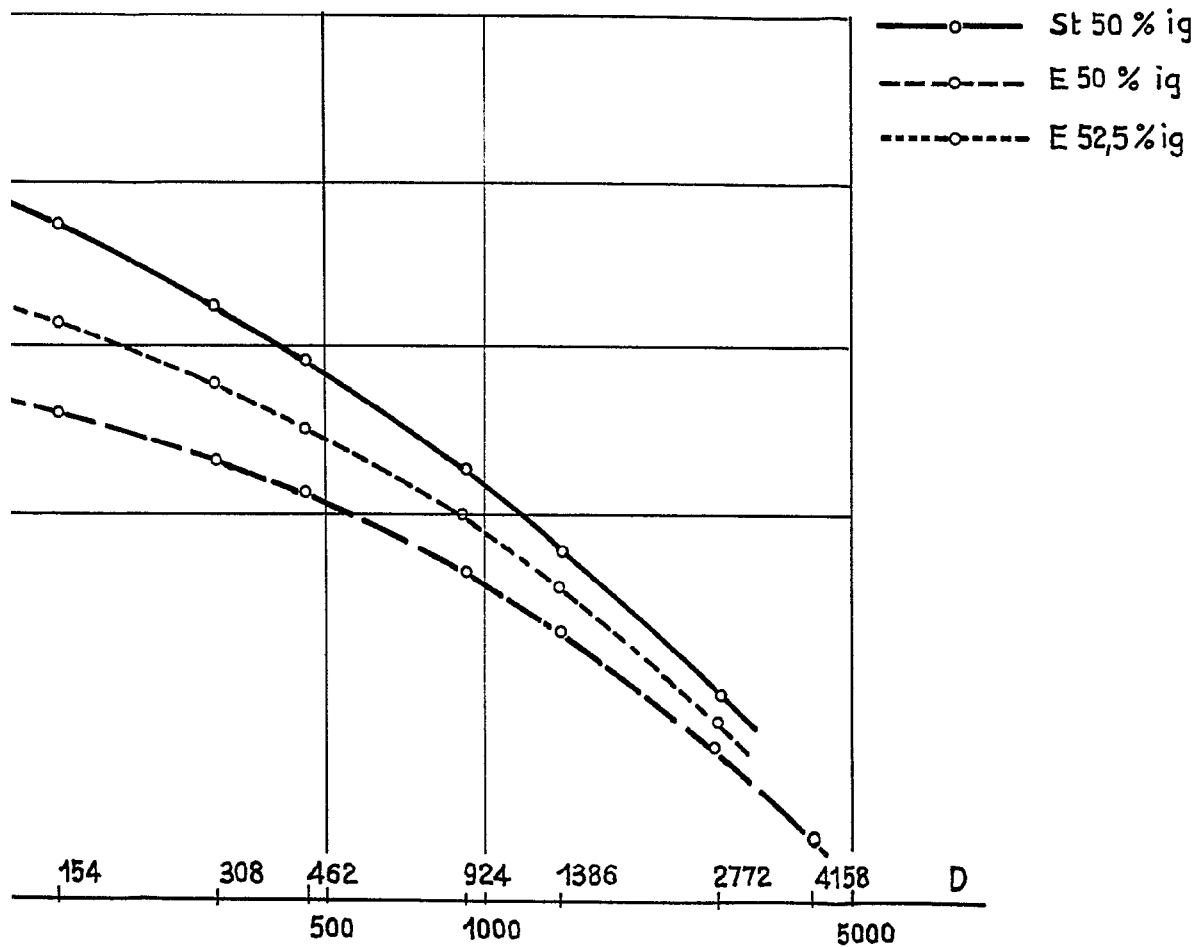


Fig: 2

*[Handwritten signature]*  
as Seabird  
for Pader.