



19 ES	11 21	463774	10 A 1
22		FECHA DE PRESENTACION	

PATENTE DE INVENCION

30 PRIORIDADES: 31 NUMERO	32 FECHA	33 PAIS
19150-A/77	11 Enero 1977	Italia

47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL	62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	C09C	

64 TITULO DE LA INVENCION
"PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE UN PIGMENTO AMARILLO DE HIDROXIDO DE HIERRO"

71 SOLICITANTE (S)
EUTECO, S.p.A.

DOMICILIO DEL SOLICITANTE
Viale Umberto 90 07100 Sassari Italia

72 INVENTOR (ES)
Tullio Pellizzon, Luigi Piccolo y Antonio Paolinelli

73 TITULAR (ES)
EUTECO, S.p.A.

74 REPRESENTANTE
D. JAIME ISERN CUYAS, Agente Oficial de la Propiedad Industrial

MEMORIA DESCRIPTIVA

5. El presente invento se refiere a la preparación de un pigmento amarillo de hidróxido de hierro, a partir de sales inorgánicas ferrosas, mediante un procedimiento que comprende la reducción contemporánea, mediante dichas sales ferrosas, de nitroderivados orgánicos aromáticos.

10. Se conoce, por la técnica, la reducción de compuestos aromáticos azoados reducibles, mediante hierro metálico, en ambiente ácido, con producción de las aminas correspondientes y obtención de un precipitado constituido por óxido de hierro con características pigmentarias.

15. Estos procedimientos presentan esencialmente los inconvenientes derivados de los fenómenos de corrosión de los aparatos, debido a la agresividad ya sea química como física de las soluciones y suspensiones tratadas.

20. Se conoce también la posibilidad de producir amina aromática mediante reducción con sales ferrosas de compuestos aromáticos azoados reducibles.

25. No se ha encontrado todavía en dichos procedimientos las condiciones en cuyo ámbito precipiten los óxidos de hierro con satisfactorias características pigmentarias, sobre todo no se han encontrado aquellas condiciones que permitan producir el particular pigmento deseado de forma segura y reproducible.

30. Esto inconvenientes se superan mediante el procedimiento del presente invento según el cual a la reducción de los nitroderivados aromáticos mediante sales ferrosas, se acompaña la producción de hidróxido de hierro amarillo de elevadas características pigmentarias.

- Mas particularmente el presente invento se refiere a la preparaci3n del pigmento hidr3xido de hierro $FeOOH$, de color amarillo, en forma acicular con dimensiones medias de las agujas del orden de $0,12 \times 0,7$ micras,
5. a partir de sulfato ferroso, una base inorgánica y un nitroderivado aromático orgánico, mediante un procedimiento que comprende:
- a) poner en contacto en una primera etapa sulfato ferroso en soluci3n acuosa, amoniaco acuoso y un nitroderivado
10. aromático, con una relaci3n molar entre el amoniaco y el sulfato ferroso inferior a 1/1 y con una relaci3n máxima entre los moles de dicho amoniaco y el número de grupos nitro de dicho nitroderivado aromático equivalente o inferior a 6/1 y operar a una temperatura de 20 a 70°C
15. durante un tiempo por lo menos igual al requerido para obtener un pH constante o sustancialmente constante en el medio de reacci3n, con el fin de formar una suspensi3n de núcleos del pigmento hidr3xido de hierro $FeOOH$, con un contenido en sólidos valorado como $FeOOH$ no superior a
20. 80 g./l.;
- b) mezclar, en una segunda etapa de reacci3n, una soluci3n acuosa de sulfato ferroso, un nitroderivado orgánico y núcleos del pigmento hidr3xido de hierro de la etapa
25. precedente y operar a una temperatura comprendida entre 20°C y 70°C, alimentando a dicha mezcla amoniaco acuoso hasta un máximo de 2,0-2,5 moles por cada mol de sulfato ferroso, siendo la relaci3n molar entre el amoniaco y el nitroderivado orgánico igual o inferior a aproximadamente 12/1, efectuándose dicha alimentaci3n de amoniaco de forma
30. lenta y gradual para mantener en el medio de reacci3n un pH igual o inferior a 8,5, con el fin de formar una sus-

5. pensión de pigmento hidróxido de hierro FeOOH; con un contenido de sólidos valorado como FeOOH no superior a 120 g/l, siendo la entidad del núcleo de la primera fase de 8 a 20 partes en peso por cada 100 partes en peso del precipitado de la segunda fase;

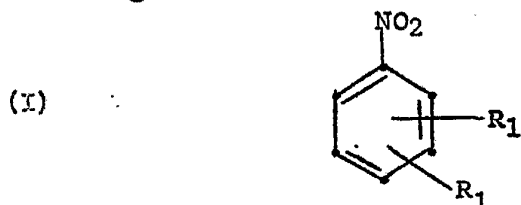
c) recuperar el hidróxido de hierro pigmentario y la amina aromática de los productos de reacción obtenidos en la segunda etapa.

10. La sal inorgánica útil para el objeto del presente invento es el sulfato ferroso.

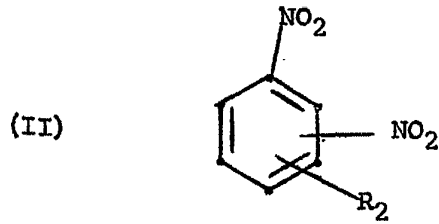
15. Es posible utilizar el sulfato ferroso puro, o bien mezclas que lo contengan, como las provenientes de la producción de bióxido de titanio con el procedimiento al sulfato. Como se sabe estas mezclas contienen cantidades preponderantes de sulfato ferroso en su forma heptahidrato y cantidades menores de otros sulfatos como los de magnesio, aluminio, manganeso, cromo y titanilo.

20. Los nitroderivados útiles para el objeto del presente invento son los orgánicos aromáticos que contienen uno o mas nitrogrupos ligados a un anillo aromático o bien unos pocos anillos aromáticos condensados o menos.

25. De preferencia los nitroderivados citados son líquidos en las condiciones a que se opera y por lo general se eligen entre los definibles con la siguiente fórmula general

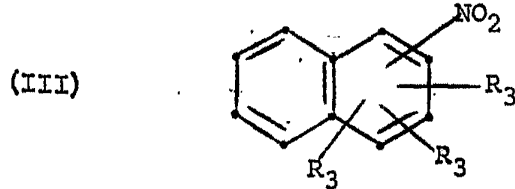


30. en donde R₁, iguales o distintos, representan, hidrógeno, alquilo, halógeno o los grupos siguientes: OH, OCH₃, NH₂, CHO, COOH, SO₂OH, e SO₂NH₂;

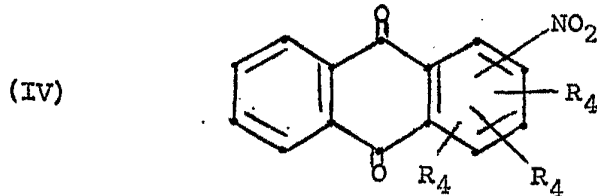


en donde R_2 es hidrógeno o alquilo;

5.



10. en donde R_3 , iguales o distintos, representan hidrógeno, halógeno o los grupos NO_2 , NH_2 , OH y SO_2OH ;



15. en donde R_4 , iguales o distintos, representan hidrógeno, halógeno o el grupo SO_2OH .

Entre los derivados nitro se prefieren para el objeto del presente invento: nitrobenzol, p-nitrotolvol, o-nitrotolvol, p-cloronitrobenzol, o-cloronitrobenzol, 2,4-dimetilnitrobenzol, o-nitroanisol, ácido p-nitrobenzoico, ácido m-nitrobenzensulfónico, p-nitroanilina, y 2,4-dinitrotolvol,

20.

Etapa a) - Preparación de los núcleos

25. En la etapa de preparación de los núcleos se opera con una relación molar entre el amoníaco y el sulfato ferroso inferior a 1/1 y, por lo general, de 0,2/1 a 1/1.

30. Se ha encontrado, en efecto, que la formación de los núcleos de hidróxido de hierro FeOOH , discurre favorablemente en un ambiente en el cual se precipita el

hierro solo parcialmente con respecto al presente en la solución.

5. Por otra parte no es conveniente operar una precipitación inferior al 10% aproximadamente y también por motivos de economía, dada la mayor masa que se debe tratar para producir la misma cantidad de núcleos.

10. Los mayores resultados se realizan con relaciones molares entre amoníaco y el sulfato ferroso de 0,4/1 a 0,6/1. En la preparación de los núcleos se opera en presencia de un nitroderivado aromático elegido entre los ya definidos y en particular la relación entre los moles de amoníaco y el número de grupos nitro del nitroderivado aromático asume valores iguales o inferiores a aproximadamente 6/1, siendo la cantidad de nitroderivado aromático por lo menos igual a la estequiométrica requerida para la oxidación del hierro precipitado. Es obviamente posible utilizar cantidades mayores respecto al valor estequiométrico y ello es por motivos de completar la reacción.

20. En tal caso el nitroderivado aromático no convertido pasa a la etapa sucesiva de preparación del pigmento conjuntamente con la suspensión de los núcleos.

25. Del mismo modo se utiliza también el sulfato ferroso no transformado en la etapa de preparación de los núcleos. Es importante el grado de dilución del medio en donde se opera y en la práctica las condiciones se regulan de modo que el contenido de sólidos valorado como $FeOOH$, en la suspensión producida no sea superior a 80 g/l.

30. El límite inferior de la concentración no es crítico, pero por lo general no es conveniente descender por debajo de 10 g/l y ello es por motivos económicos.

Los mejores resultados se obtienen cuando el contenido de sólidos en la suspensión es del orden de 30 g/l.

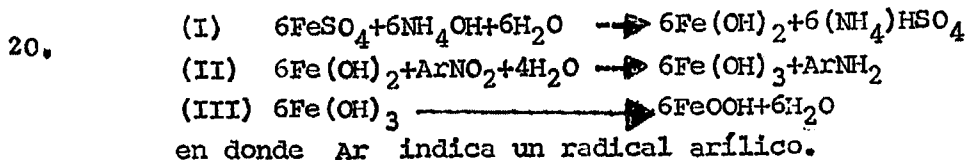
5. En la preparación de los núcleos se opera a temperatura que varía generalmente de 20°C a 70°C, con valores preferidos de 35°C a 65°C.

El pH del medio es siempre inferior a 6 y por lo general está comprendido entre 3,5 y 5,8.

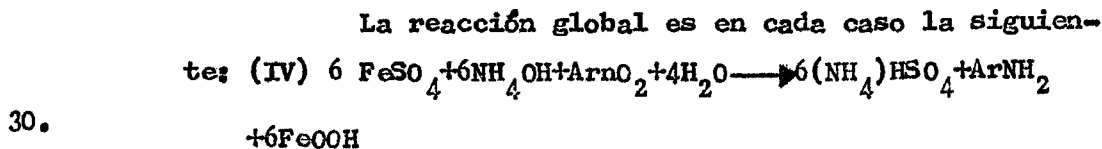
10. Es típico el comportamiento del pH del medio que decrece gradualmente durante la reacción de un valor máximo (típicamente del orden de 5,5-5,8) hasta un valor mínimo (típicamente del orden de 3,0-3,5).

15. El tiempo requerido para reunir estos valores mínimos del pH son función de la temperatura preelegida para la reacción y varía generalmente entre 2 y 10 horas.

La reacción que conduce a la formación de los núcleos se considera que es la siguiente:



25. La reacción (I) es en la práctica instantánea, mientras que las reacciones (II) y (III) requieren un tiempo relativamente prolongado, tanto que su desarrollo puede seguirse fácilmente tomando la medida del pH del medio.



Una vez completada la reacción citada el valor

del pH del medio es constante o sustancialmente constante y no se produce por mas evolución alguna de los núcleos precipitados.

5. Estos núcleos resultan constituidos según análisis químico de $FeOOH$ y examen microscópico por agujas finísimas de espesor próximo a $1/10$ con respecto al de la partícula pigmentaria.

Estas agujas finísimas constituyen los núcleos sobre los que se desarrolla la partícula del pigmento.

10. Etapa b) - Preparación del pigmento

Según el presente invento se prepara una mezcla constituida por sulfato ferroso en solución acuosa, un nitroderivado aromático y núcleos obtenidos en la primera etapa de la reacción.

15. El nitroderivado se elige entre los descritos y puede ser igual o distinto del utilizado en la etapa de preparación de los núcleos.

20. Estos últimos pueden utilizarse tal cual o de preferencia se utiliza la suspensión respectiva, debido a que de este modo se recupera el sulfato ferroso y el eventual nitroderivado que no ha sufrido transformación, en la primera etapa del procedimiento.

25. A esta mezcla mantenida a una temperatura de $20^{\circ}C$ a $70^{\circ}C$ y bajo eficaz agitación, se adiciona amoníaco acuoso de forma lenta y gradual, con el fin de mantener el pH lo mas constante posible y a un valor elegido entre 3,5 y 8,5.

30. En la práctica la alimentación del amoníaco se produce con una velocidad conmensurable con la de formación del pigmento, según las ecuaciones ya expuestas, de modo que la concentración de dicho amoníaco y del

hidróxido ferroso se mantenga en cada instante a valores despreciablemente bajos.

5. La cantidad máxima de amoníaco que se adiciona es igual o un poco superior a la requerida para la precipitación del hierro y por tanto el valor máximo de la relación molar amoníaco/sulfato ferroso es del orden de 2/1-2,5/1.

De otro modo este límite del pH del medio tiende a aumentar de forma indeseable.

10. El valor mínimo de la relación en discusión es del orden de 0,5/1.

15. No es conveniente descender por debajo de dicho valor, ya sea por la escasa utilización del sulfato ferroso, ya sea porque el precipitado que se forma no es suficiente para el crecimiento del núcleo hasta la gran-
deza requerida por el pigmento. Los resultados óptimos se obtienen con relaciones molares amoníaco/sulfato ferroso de 0,9/1 a 2,2/1.

20. La cantidad de nitroderivado presente en la mezcla de reacción debe ser por lo menos igual a la estequiométrica para la reacción (ii) ya expuesta.

La relación molar máxima entre los moles de amoníaco y el número de grupos nitro del nitroderivado aromático es por tanto de aproximadamente 6/1.

25. De este modo se provoca la formación de bisulfato de amonio como se desprende de la ecuación expuesta.

30. Todavía es posible adicionar mas amoníaco hasta formar sulfato neutro de amonio, sin que se comprometa en ningún momento el desarrollo de la reacción de formación del pigmento.

En tal circunstancia el valor máximo de la relación entre los moles de amoníaco y del nitroderivado llega a valores del orden de 12/1 aproximadamente.

5. Obviamente se puede operar con un exceso de nitroderivado aromático respecto al valor estequiométrico, si bien ello comporta el problema de su superación de los otros productos de la reacción.

10. En la práctica se adiciona amoníaco acuoso al medio de reacción manteniendo el pH a un valor lo más constante posible. La reacción ha terminado cuando dicho pH tiende a aumentar sobre los niveles citados.

Los mejores resultados se obtienen operando en un medio de pH de 4 a 7,5 y una temperatura comprendida entre 35° y 65°C.

15. Aunque en la etapa de preparación del pigmento es importante el grado de dilución del medio en donde se opera y en la práctica las condiciones se regulan de modo que la suspensión del pigmento producida posea un contenido de sólidos valorado como FeOOH no superior a 120 g/l, es más conveniente de 45 a 65 g/l.

Otro factor importante consiste en la entidad del núcleo en relación con la cantidad de pigmento producido y ello para una correcta crecida de dicho núcleo hasta las dimensiones apropiadas del pigmento.

25. Mas particularmente las condiciones se regulan de modo que la cantidad de los núcleos producidos en la primera etapa sea de 8 a 20 partes y, de preferencia de 10 a 15 partes en peso, por cada 100 partes en peso del pigmento producido en la segunda etapa.

30. Etapa c) - Separación de los productos de la reacción

Los productos de la reacción obtenidos en la etapa precedente son una suspensión de pigmento en

una mezcla líquida conteniendo la amina aromática correspondiente al nitroderivado utilizado, el eventual nitroderivado inalterado y una solución acuosa conteniendo disuelto el disulfato de amonio y el eventual sulfato ferroso inalterado.

5.

La separación de esta mezcla en los constituyentes simples se realiza con las técnicas normales.

Por ejemplo, se pueden separar los constituyentes orgánicos mediante destilación con vapor.

10.

La suspensión residual se filtra para separar el pigmento y este último se somete a lavado con agua, de tipo acidulada y por último se seca.

La solución residual puede tratarse con el fin de recuperar las sales inorgánicas en ésta contenidas.

15.

El pigmento así obtenido está constituido en cada caso por hidróxido de hierro $FeOOH$, de color amarillo, de forma acicular, con dimensiones medias de las agujas del orden de $0,12 \times 0,7$ micras y con una estrecha distribución de dichas dimensiones.

20.

En cada caso este pigmento presenta elevados valores de "tinting strenght", cuando esta característica se evalúa según la norma ASTM D 387-60, según aparecerá evidente a partir de los ejemplos experimentales que siguen.

25.

EJEMPLO 1.

Formación de los núcleos

Se utiliza sulfato ferroso heptahidrato, obtenido como subproducto en la producción de dióxido de titanio con el procedimiento al sulfato y con la siguiente composición expresada en tanto por ciento en peso:

30.

$FeSO_4 \cdot 7H_2O$ 88,5%, $MgSO_4 \cdot 7H_2O$ 6,3%, $Al_2(SO_4)_3 \cdot 18H_2O$ 0,3%,

TiSO_4 0,1%, $\text{MnSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 0,3%, H_2SO_4 libre 0,5%, $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 0,2%, H_2O libre 3,5%. Están también presentes vestigios de VO_2 (50 ppm) y de $\text{Cr}_2(\text{SO}_4)_3$ (2ppm).

5. Se disuelven 314 gramos del sulfato ferroso heptahidro (conteniendo un mol de sulfato ferroso) en agua hasta una concentración de dicho sulfato ferroso igual a 0,68 mol/litro.

10. A la solución resultante, mantenida bajo agitación a 25°C, se adicionan durante 3 minutos, 0,55 mol de amoníaco en forma de dilución acuosa con concentración de hidróxido ferroso que precipita en forma gelatinosa.

15. A la suspensión así obtenida se adicionan durante 3 minutos 0,17 mol (21 gramos) de nitrobenzol y la mezcla resultante se mantiene bajo agitación a 25°C.

- Poco después de la adición del nitrobenzol el pH es igual a 5,6 y disminuye gradualmente con el transcurso del tiempo mientras que el precipitado pierde su característica coloidal y su color asume una tonalidad amarilla.

20. Al cabo de unas 6 horas el pH alcanza el valor constante de 3,5 y no se verifica ninguna transformación ulterior de la partícula del precipitado.

La suspensión contiene una cantidad de sólidos valorada como FeOOH igual a 27 g/l.

25. Estos sólidos, con el análisis químico, resultan constituidos por FeOOH y con el análisis microscópico por agujas finísimas de espesor próximo a 1/10 con respecto al de la partícula del pigmento.

Formación del pigmento

30. Se disuelven 1256 gramos del sulfato ferroso heptahidrato ya descrito (conteniendo 4 moles de

sulfato ferroso) en 4 litros de agua operando a 25°C.

A la misma temperatura se adicionan a la solución acuosa, 0,67 mol (82,5 gramos) de nitrobenzol.

5. A la mezcla así obtenida se adiciona la suspensión de los núcleos cuya preparación se ha descrito en la primera parte del ejemplo y se calienta todo ello a 60°C.

10. Alcanzada esta temperatura se adicionan, gradualmente, 4,45 moles de amoníaco en forma de solución acuosa con concentración de 1,85 mol/litro.

La adición de la solución amoniacal se produce durante unas 19 horas y durante este periodo el valor del pH se mantiene constantemente a 4,1-4,2.

15. Precipita con el hierro bajo forma de FeOOH, la parte en peso del precipitado debido a la etapa de formación de los núcleos, constituyendo el 12% con respecto a la de formación del pigmento.

20. Al final de la adición de la solución acuosa amoniacal la suspensión conteniendo 54 g/litro de sólidos expresado como FeOOH se somete a destilación en corriente de vapor acuoso con el fin de separar la anilina producida.

25. Se filtra el residuo para separar el pigmento que, después de lavado bajo agitación con agua acidulada con ácido sulfúrico hasta el 2% en peso, se somete a desecación.

30. El pigmento de color amarillo es FeOOH en cristales aciculares homogéneos, con dimensiones medias de 0,12 x 0,17 micras y con características de "tinting strenght" (ASTM D 387-60) igual a 112, puesto igual a 100 el producto comercial SIOF C 1015.

EJEMPLOS 2 a 8

Se opera de modo análogo que en el ejemplo 1 en la formación de los núcleos variando los parámetros operativos como se indica en la Tabla 1.

En particular en la tabla se indican los valores

5. de:
- la cantidad (moles) y concentración (moles/litro)
 - sulfato ferroso (este último es el del ejemplo 1),
 - la cantidad (moles) y concentración (moles/litro) del amoníaco acuoso adicionado a la solución acuosa del sulfato ferroso.
- 10.
- la cantidad (moles) del nitrobenzol adicionado a la suspensión de hidrato ferroso;
 - el valor del pH inmediatamente después de la adición del nitrobenzol y final,
- 15.
- la temperatura a que se opera.
- El ejemplo 5 se ofrece con el fin de comparación. En dicho ejemplo el precipitado hidrato ferroso mantiene su naturaleza gelatinosa y por tanto no puede utilizarse en la formación del pigmento.
- 20.
- La suspensión de los núcleos obtenida en los ejemplos 2 a 4 y 6 a 8 se utiliza en la formación del pigmento y en la tabla 2 se indican las condiciones en las que se opera.
- En particular en dicha tabla se expone:
- 25.
- la cantidad (moles) y la concentración (moles/litro) del sulfato ferroso,
 - la cantidad (moles) de nitrobenzol,
 - la cantidad (moles) y la concentración (moles/litro) de amoníaco,
- 30.
- el valor del pH,
 - la temperatura a la que se opera.

El ejemplo 4 es comparativo por cuanto se conduce fuera del ámbito de la temperatura apta para la formación del pigmento.

5. Los ejemplos 7 y 8 son comparativos por cuanto los núcleos contribuyen al precipitado final según una entidad fuera de los límites ya descritos y mas concretamente del 22,5% y 6,4%, respectivamente.

10. En los ejemplos 2 a 4 y 6 la entidad del precipitado debida a la etapa de formación de los núcleos es del 2% con respecto a la precipitación sucesiva.

15. Por lo que respecta a las características del pigmento obtenido; en los ejemplos 2, 3 y 6 se obtienen cristales aciculares amarillos, similares a los del ejemplo 1, con valores de "tinting strenght" iguales a 115, 113 y respectivamente 118, valorados de modo análogo al ejemplo 1.

20. En los ejemplos 7 y 8 se obtienen todavía cristales aciculares amarillos de forma bastante irregular y con valores de "tinting strenght" iguales a 103 y 98 respectivamente.

En el ejemplo 4 se obtienen cristales de color naranja y en mezcla heterogénea relativamente a su forma (parcialmente acicular y parcialmente esférica).

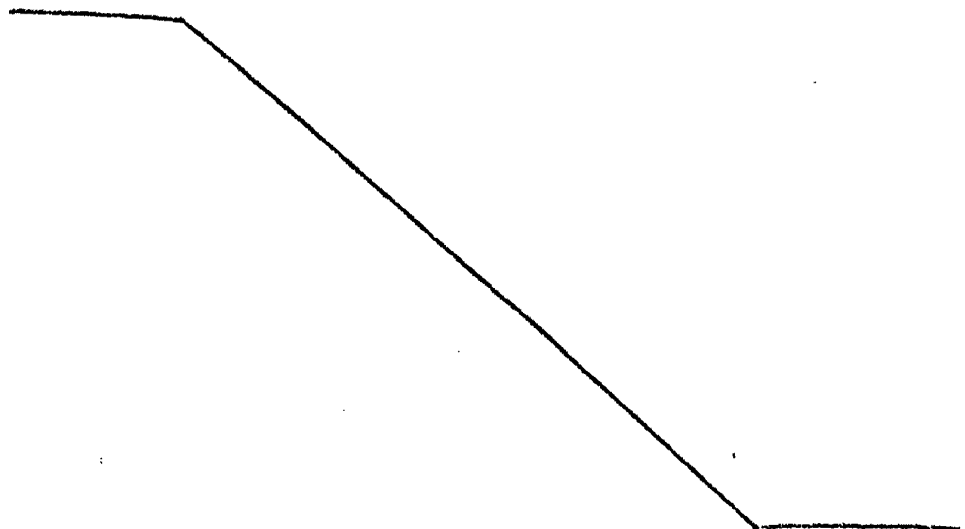


TABLA 1

Ej.	FeSO ₄ (moles) (moles / l)		Nitro- benzol (moles)	Amoniaco (moles) (moles / l)		pH (inicial) (final)		Tempera- tura (°C)
	1	2		1	2	1	2	
5. 2	1	0,68	0,17	0,55	1,83	5,6	3,5	40
3	1	0,68	0,17	0,55	1,83	5,6	3,5	60
4	1	0,68	0,17	0,55	1,83	5,6	3,5	60
5	1	0,68	0,17	2,0	1,83	6,9	6,9	60
10. 6	1	0,68	0,17	0,55	1,83	5,6	3,5	40
7	2	0,68	0,34	1,1	1,83	5,6	3,5	40
8	0,5	0,68	0,085	0,275	1,83	5,6	3,5	40

TABLA 2z

Ej.	Sulfato ferroso (moles) (moles / l)		Nitrobenzol (moles)	Amoniaco (moles) (moles / l)		pH	Tempera- tura (°C)
	1	2		1	2		
20. 2	4	1	0,67	4,45	1,83	4,1- 4,2	60
3	4	1	0,67	4,45	1,83	4,1- 4,2	60
4	4	1	0,67	4,45	1,83	4,1- 4,2	80
25. 6	4	1	0,67	10	1,83	7,3	60
7	4	1	0,66	4,9	1,83	4,1- 4,2	60
8	4	1	0,67	4,2	1,83	4,1- 4,2	60

30.

Se declaran nuevas y de propia invención las siguientes:

REIVINDICACIONES

- 1.- Procedimiento para la preparación de un pigmento amarillo de hidróxido de hierro, esencialmente del tipo $FeOOH$, en forma acicular con dimensiones medias de las agujas del orden de $0,12 \times 0,7$ micras, a partir de
5. sulfato ferroso, una base inorgánica y un nitroderivado orgánico aromático, caracterizado porque en su realización comprende a) hacer reaccionar entre sí, en una primera etapa, sulfato ferroso en solución acuosa, amoníaco acuoso y un nitroderivado aromático, con una relación molar entre el amoníaco y el sulfato ferroso inferior a 1/1 y una relación máxima entre los moles de dicho amoníaco y el número de grupos nitro de dicho nitroderivado aromático equivalente o inferior a 6/1, y manteniendo la masa en
10. tratamiento a una temperatura de 20 a $70^{\circ}C$, durante un tiempo por lo menos igual al requerido para alcanzar un pH constante o sustancialmente constante en el medio de reacción, formándose así una suspensión de núcleos de pigmento hidróxido de hierro $FeOOH$, con un contenido en
15. sólidos valorado como $FeOOH$ no superior a 80 g/l.;
20. b) en una segunda etapa del proceso, se somete a reacción una solución acuosa de sulfato ferroso, un nitroderivado orgánico y los núcleos de pigmento hidróxido de hierro formados en la etapa precedente y, operando a una temperatura comprendida entre 20 $^{\circ}$ y $70^{\circ}C$, se alimenta a dicha masa reactiva amoníaco acuoso hasta un máximo de 2,0-2,5 moles por cada mol de sulfato ferroso, siendo la relación molar entre el amoníaco y el nitroderivado orgánico de aproximadamente 12/1, efectuándose dicha alimentación de amoníaco de forma lenta y gradual para mantener en el medio de
25. reacción un pH igual o inferior a 8,5, formándose así una suspensión de pigmento de hidróxido de hierro $FeOOH$,
- 30.



con un contenido de sólidos valorado como FeOOH no superior a 120 g/l, siendo la entidad del núcleo de la primera fase de 8 a 20 partes en peso por cada 100 partes en peso del precipitado de la segunda fase; y

5. c) finalmente, se separa el hidróxido de hierro pigmentario y la amina aromática de los productos de reacción formados en la etapa anterior.

10. 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el sulfato ferroso que participa en el proceso está constituido por el sulfato ferroso heptahidrato subproducto en la obtención de dióxido de titanio por el método al sulfato.

15. 3.- Procedimiento, según las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque el nitroderivado aromático que participa en el proceso contiene uno o mas grupos nitro ligados a un anillo aromático, o bien a mas anillos aromáticos condensados o menos.

20. 4.- Procedimiento, según las reivindicaciones precedentes caracterizado porque en la primera etapa se opera preferentemente con una relación molar entre el amoníaco y el sulfato ferroso de 0,2/1 a 1/1 y, más especialmente entre 0,4/1 y 0,6/1.

25. 5.- Procedimiento, según las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque en la primera etapa se opera a una temperatura preferentemente comprendida entre 35° y 65°C.

6.- Procedimiento, según las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque en la primera etapa se opera a un pH comprendido entre 3,0 y 5,8.

30. 7.- Procedimiento, según las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque la suspensión de núcleos

24

formada en la primera etapa posee un contenido de sólidos valorado como FeOOH , de 10 a 80 g/l y, de preferencia, del orden de 30 g/l.

5. 8.- Procedimiento, según las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque en la segunda etapa se opera preferentemente con una relación molar entre el amoníaco y el sulfato ferroso de 0,5/1 hasta 2/1-2,5/1 y, más especialmente entre 0,9/1 y 2,2/1.

10. 9.- Procedimiento, según las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque en la segunda etapa se opera a un pH de 3,5 a 8,5 y, preferentemente, de 4 a 7,5.

10.- Procedimiento, según las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque en la segunda etapa se opera preferentemente a una temperatura de 35º a 65º C.

15. 11.- Procedimiento, según las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque en la segunda etapa se forma una suspensión del pigmento con un contenido en sólidos, valorado como FeOOH , de 45 a 65 g/l.

20. 12.- Procedimiento, según las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque la cantidad de núcleos formados en la primera etapa es de 10 a 15 partes en peso por cada 100 partes en peso del pigmento obtenido en la segunda etapa.

25. 13.- Procedimiento para la preparación de un pigmento amarillo de hidróxido de hierro.

Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 19 páginas foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, a 2 de Noviembre de 1.977

P.a.

p.p. JAIME ISERN

Firmado: JOSE F. NIETO

6