

Universidad de San Carlos de Guatemala Facultad de Ingeniería Escuela de Ingeniería Química

SÍNTESIS ORGÁNICA DE PIGMENTOS MONOAZÓICOS POR MEDIO DE LOS MÉTODOS SUSTITUTIVOS EN FASE ACUOSA Y POR MICROONDAS Y SU UTILIZACIÓN EN PINTURA ARTÍSTICA

Juan Carlos Barrios Mix
Asesorado por Lic. Franz Augusto Barrios Mix

Guatemala, febrero de 2004

UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA



FACULTAD DE INGENIERÍA

SÍNTESIS ORGÁNICA DE PIGMENTOS MONOAZÓICOS POR MEDIO DE LOS MÉTODOS SUSTITUTIVOS EN FASE ACUOSA Y POR MICROONDAS Y SU UTILIZACIÓN EN PINTURA ARTÍSTICA

TRABAJO DE GRADUACIÓN

PRESENTADO A JUNTA DIRECTIVA DE LA FACULTAD DE INGENIERÍA POR

JUAN CARLOS BARRIOS MIX

ASESORADO POR: LIC. FRANZ AUGUSTO BARRIOS MIX

AL CONFERÍRSELE EL TÍTULO DE

INGENIERO QUÍMICO

GUATEMALA, FEBRERO DE 2004

UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA



FACULTAD DE INGENIERÍA

NÓMINA DE JUNTA DIRECTIVA

DECANO	Ing. Sydney Alexander Samuels Milson
--------	--------------------------------------

VOCAL I Ing. Murphy Olympo Paiz Recino

VOCAL II Lic Amahán Sánchez Álvarez

VOCAL II Ing. Julio David Galicia Celada

VOCAL IV Br. Kenneth Issur Estrada Ruiz

VOCAL V Br. Elisa Yazminda Vides Leiva

SECRETARIO Ing. Pedro Antonio Aguilar Polanco

TRIBUNAL QUE PRACTICÓ EL EXAMEN GENERAL PRIVADO

DECANO Ing. Miguel Ángel Sánchez Guerra

EXAMINADOR Inga. Thelma Maricela Cano Morales

EXAMINADOR Ing. Julio Enrique Chávez Motúfar

EXAMINADOR Ing. Rodolfo Francisco Espinoza Smith

SECRETARIO Ing. Francisco Javier González López

HONORABLE TRIBUNAL EXAMINADOR

Cumpliendo con los preceptos que establece la ley de la Universidad de San Carlos de Guatemala, presento a su consideración mi trabajo de graduación titulado:

SÍNTESIS ORGÁNICA DE PIGMENTOS MONOAZÓICOS POR MEDIO DE LOS MÉTODOS SUSTITUTIVOS EN FASE ACUOSA Y POR MICROONDAS Y SU UTILIZACIÓN EN PINTURA ARTÍSTICA

Tema que me fuera asignado por la Dirección de la Escuela de Ingeniería Química con fecha 20 de noviembre de 2000.

Juan Carlos Barrios Mix

AGRADECIMIENTOS A:

DIOS MI SEÑOR Por concederme la vida para realizar una mas de mis

metas.

LA VIRGEN MARÍA Por ser guía, modelo y ejemplo para mi vida.

MIS PADRES Augusto e Irma, por su dedicación, amor, apoyo y

comprensión, brindada a lo largo de mi vida.

DEDICATORIA

A: Mis padres Irma y Augusto por todo cuanto soy y cuanto he aprendido de ellos.

Por todo su esfuerzo durante mi vida.

Mis hermanos Franz, Fernando e Ilka por su apoyo, corrección y amor incondicional.

Franz, Grace, Hilde, y primos, por su cariño y unión.

Fabrica Fuller y Cía. de C. A., en particular a Augusto, Franz y Rafa por enseñarme a amar el color y sus formas, así como por su valiosa experiencia y colaboración en el desarrollo de este trabajo.

Clariant por dejarme desarrollar mi conocimiento en el color a lo largo de estos años de trabajo conjunto.

Mis amigos de Encuentro 104, EJE, EPJ, Escuela de Formación, Nadia, Mello, Walter C., José Carlos, Cesar, Julio, Luis J., Jorge, Walter G., Roberto, José Angel, Verónica, Mayra, Julia, Isabel, p. Tito, Bea, Carla y Patty, por todo su apoyo y amistad incondicional.

Ing. Julio Rivera

Director Escuela de Ingeniera Química

Facultad de Ingeniería

Universidad de San Carlos de Guatemala

Guatemala, 27 de Septiembre de 2002

Estimado Ing. Rivera

Adjunto a la presente, envío a usted la tesis titulada "Síntesis Orgánica de Pigmentos Monoazóicos por medio de los Métodos Sustitutivos en Fase Acuosa y por Microondas y Su Utilización en Pintura Artística", desarrollada por el estudiante Juan Carlos Barrios Mix, carné 84 11153, la cual he asesorado y me permito remitirla para su revisión final.

Agradeciendo de antemano su atención, me es grato saludarle,

Atentamente,

Lic. Franz Barrios Mix

Colegiado 1891

ÍNDICE GENERAL

INDICE DE ILUSTRACIONES		IV	
LISTA DE SÍMBOLOS GLOSARIO RESUMEN OBJETIVOS E HIPÓTESIS			VI
			VII
			VIII
			IX
INT	RODUC	CCIÓN	ΧI
1.	GEN	IERALIDADES	1
	1.1	Pigmentos	1
		1.1.1 Pigmentos inorgánicos naturales	2
		1.1.2 Pigmentos inorgánicos artificiales	3
		1.1.3 Pigmentos orgánicos	3
	1.2	Diferencia entre pigmentos y colorantes	6
2.	EST	RUCTURA QUÍMICA Y PROPIEDADES	
	FÍSI	CAS DE LOS PIGMENTOS Y SU RELACIÓN	
	CON	I EL COLOR QUE PROPORCIONAN	7
	2.1	Cromóforo y auxocromo	7
	2.2	Propiedades físicas	7
	2.3	Percepción del color	10
	2.3	Sistema de color	12

3.				INTERMEDIARIOS EN PIGMENTOS	15
4.	PIGN	MENTO	S AZÓICO	S	17
	4.1	Gene	ralidades		17
	4.2	Clasif	icación de	los pigmentos azóicos	18
	4.3	Métodos de preparación de pigmentos orgánicos azóicos			s 19
		4.3.1	Reaccion	es de formación, diazotización y	
			copulació	n por medio de solventes	20
		4.3.2	Mecanism	no de calentamiento por microondas	21
			4.3.2.1	Generalidades	21
			4.3.2.2	Sistema analítico de microondas	22
			4.3.2.3	Química de la arcilla	23
			4.3.2.4	Nomenclatura de la bentonita	24
			4.3.2.5	Propiedades de la esmectita	25
			4.3	.2.5.1 Forma de la partícula	25
			4.3	.2.5.2 Tamaño de la partícula	25
			4.3	.2.5.3 Carga de la partícula	26
5.	PIGN	MENTO	ROJO PA	RACLORO	27
	5.1 (General	lidades del	pigmento	27
	5.2 F	Rojos a	zo metaliza	idos	27
	5.3 F	Rojos a	zo no meta	lizados	28
6.	RES	ULTAD	OS Y DIS	CUSIÓN	33
CON	ICLUSI	ONES			37
REC	OMEN	DACIO	NES		39
BIBL	JOGR/	AFÍA			41

APÉNDICE	43
ANEXOS	53

ÍNDICE DE ILUSTRACIONES

FIGURAS

1	Clasificación general de los pigmentos	4
2	Reacción 1. Alfa naftol con hidróxido de sodio	29
3	Reacción 2. Orto cloro p-nitro anilina con ácido clorhídrico	30
4	Reacción final de la reacción 1 y la reacción 2	30
5	Reacción inicial para el método por microondas	31
6	Reacción final para el método por microondas	31
7	Curva de reflectancia comparativa de rojo para-cloro por los métodos de soluciones acuosas y microondas	46
8	Gráfica sistema CIE Lab*	48
9	Espectro infrarrojo comparativo	49
10	Diagrama de flujo propuesto para la producción industrial	50
11	Gráfica ilustrativa del sistema CIE Lab*	55

TABLAS

I	Reflectancias comparativas del pigmento rojo para-cloro para	
	los métodos tradicional vrs microondas.	45
II	Sistema CIE Lab.	47

LISTA DE SÍMBOLOS

HCI Ácido clorhídrico

N Elemento nitrógeno

N=N Doble enlace azo de nitrógenos

Cl₂ Elemento cloro

OH Radical hidroxilo, básico
H+ Radical hidronio, ácido

HNO₂ Ácido nitroso

NaNO₂ Nitrato de sodio NO₂ Oxido nitroso

p- Posición para en nomenclatura orgánica

a*,b* Dimensión del tono o color en el sistema CIE Lab*

L* Dimensión de la Luz en el sistema CIE Lab*

C* Intensidad o saturación del color

h° Ángulo del vector color en el sistema CIE Lab*

R- Nomenclatura para una cadena orgánica

GHz Giga hertz

Molécula de benceno o anillo de benceno

GLOSARIO

Alfa naftol Solvente orgánico

Auxocoromo Grupo de átomos que altera el tinte primario

Azóico (Azo) Familia de pigmentos orgánicos

CIE Lab* Sistema de medición del color

Copulación Proceso de la síntesis química en la que se forma el

pigmento

Cromóforo Arreglo de átomos que da color a la molécula

Diazonio Sal derivada de la síntesis orgánica de pigmentos

azóicos

Diazotización Síntesis química para los pigmentos azóicos

Longitud de onda Medición de ondas de luz

Montmorilonítica Nombre de la arcilla ácida

Orto Segunda posición en el anillo bencénico

Para Tercera posición en el anillo bencénico

Pigmento Sustancia insoluble que proporciona color

Reflectancia Índice de la reflectividad de las ondas de luz sobre un

objeto.

RESUMEN

La presente investigación es un estudio comparativo entre dos métodos de síntesis orgánica que permitan la obtención del pigmento rojo para-cloro, éste es un compuesto químico de la familia de los pigmentos orgánicos azóicos. Se seleccionó el rojo para-cloro debido a que es ampliamente conocido y utilizado en la industria de elaboración de pinturas y posee características de alta resistencia.

La síntesis se efectuó utilizando el método de soluciones sustitutivas en fase acuosa y el método de microondas. Se corroboró la viabilidad de los dos métodos en la obtención del rojo para-cloro mediante la identificación de los productos por análisis con espectroscopía infrarroja y curva de reflectancia.

Se estableció que el método de soluciones sustitutivas en fase acuosa permite la obtención de un producto más puro, comparado con el método de microondas, éste a su vez tiene la ventaja de que es más rápido, sin embargo, presenta una desventaja, el equipo necesario para su fabricación tiene un costo muy elevado.

Con cada uno de los productos obtenidos se elaboró pintura al óleo, la cual fue utilizada como muestra de aplicación que permitió evaluar las características fisicoquímicas de los mismos. Los resultados obtenidos permiten concluir que los dos métodos proveen el pigmento rojo para-cloro con las características necesarias para la elaboración de pinturas artísticas.

OBJETIVOS E HIPÓTESIS

♦ General

Realizar y estudiar la síntesis orgánica de la familia de pigmentos azóicos a través del método convencional de fase acuosa y por microondas, como parámetro de otras familias de pigmentos y utilizarlo en la elaboración de pinturas artísticas.

♦ Específicos

- Sintetizar uno de los pigmentos de la familia azóica: Rojo para cloro, por su amplia utilidad en el mercado y la facilidad de poder desarrollar su síntesis.
- 2 Recomendar métodos adecuados y eficientes para la síntesis de pigmentos comparando los métodos tradicionales y la reacción por microondas.
- 3 Proponer un proceso para la elaboración industrial de pigmentos.
- 4 Dar a conocer la utilización de pigmentos en el campo de la pintura artística.

HIPÓTESIS

Mediante la sal derivadas de anilina sustituida de diazonio y su cooptación *in situ* con alfa-naftol en un solo paso en ausencia de disolventes y asistida por reacciones sustitutivas en fase acuosa y por microondas, es posible la obtención de pigmentos monoazóicos.

La obtención de pigmento rojo para-cloro es posible por medio de una síntesis orgánica con alfa naftol y orto - cloro-para - nitroanilina. El cual tiene aplicación en la fabricación de pinturas artísticas acrílicas y óleos.

INTRODUCCIÓN

La elaboración de pigmentos para la industria química ha jugado un papel importante desde tiempos remotos, aun las culturas primitivas los utilizaban como medio de expresión. La síntesis de los pigmentos ha alcanzado hoy día mucha importancia debido a las técnicas industriales que se utilizan y la demanda que existe de este producto. La utilización de éstos en la industria de la pintura también es de gran importancia.

El presente estudio tiene por objeto sintetizar tres pigmentos de la familia de los pigmentos azóicos: rojo para cloro

- a) A partir de la reacción de orto-cloro para-nitroanilina con alfa naftol, utilizando nitrito de sodio e hidróxido de sodio como intermediarios.
- b) A partir de sales de diazonio derivadas de anilinas sustituidas y su copulación *in situ* con alfa-naftol y asistida por reacción de microondas.

Posteriormente a la síntesis, se presenta el estudio de su utilización en la fabricación de pintura artística, particularmente en óleos y acuarelas.

El estudio a realizar está enfocado a fomentar y dirigir la producción de pigmentos orgánicos en Guatemala.

1. GENERALIDADES

1.1 Pigmentos

El término pigmento se deriva del latín *pigmentum*, de la raíz de *pingere*, que significa pintar. Hoy día este significado se ha extendido, incluyendo los materiales que se incorporan a los vehículos y medios de la pintura. Los pigmentos deben diferenciarse de pinturas, tintas y otros materiales de similar composición que son preparados con los pigmentos por la adición de un medio o vehículo.

Éstos forman parte de la porción sólida de una pintura y es el que les confiere ciertas características tales como: opacidad, color y hasta cierto grado el cuerpo, cubrimiento y consistencia de la dispersión.

Existen ciertas propiedades generales que un cuerpo debe poseer para que se considere como un pigmento. En primer lugar, para que un material actúe como un pigmento es necesario que sea parcial o totalmente insoluble en el vehículo o disolvente. Además, deberá ser un polvo fino o fácil de pulverizar para que forme una parte homogénea cuando se disperse en un vehículo determinado y no deberá cambiar de color por causas de su propia naturaleza. Los pigmentos se dividen en dos grupos de acuerdo a sus propiedades fisicoquímicas: inorgánicos (naturales y artificiales) y orgánicos. (5-111)

1.1.1 Pigmentos inorgánicos naturales

Son generalmente sales, óxidos o sales complejas de metales y se caracterizan por: alta densidad, bajo poder tintóreo, resistencia térmica elevada, alta resistencia a la luz, pequeña gama de tonalidades, buen poder de cubrimiento, o sea buena capacidad para cubrir el substrato y baja superficie especifica. (3-8)

De este grupo forman parte las tierras sienas, ocres, almagres, etc. Todos ellos se encuentran diseminados en la naturaleza, algunas en tal estado de pureza, que pueden usarse directamente sin más preparación, todos son absolutamente permanentes. También pueden mezclarse muchos entre sí y con algunos minerales artificiales sin que sufran alteración alguna.

Los pigmentos naturales comparados con los artificiales no son tan brillantes y mezclados con aceite los naturales resultan más opacos pero más resistentes a la acción del tiempo, la luz y de algunos gases presentes en alguna atmósfera impura.

Cuando los ocres y las tierras sienas se someten a una temperatura prolongada y más elevada, sus tonalidades originales se alteran, transformándose en esta calcinación los pigmentos conocidos como ocres, sienas, tierras, sombras tostadas y quemadas. (4-14)

La producción de este tipo de pigmentos se realiza haciendo reaccionar los minerales con ácidos, ya solubilizados y por efecto de sedimentación y separación se obtienen las partículas del pigmento inorgánico.

1.1.2 Pigmentos inorgánicos artificiales

Son los que se obtienen por la mezcla de dos o más soluciones minerales; son brillantes y algunos reúnen casi todas las buenas cualidades que tienen los naturales, y algunas de sus deficiencias como su toxicidad como los pigmentos de cromo y su baja resistencia a la luz. (4-15)

1.1.3 Pigmentos orgánicos

Son aquellos que han sido preparados con sustancias de origen animal o vegetal, o derivados de la destilación del carbón de piedra. Los pigmentos naturales han sido sustituidos por materiales sintéticos que poseen características superiores, como variedad, uniformidad, pureza, brillantez, o resistencia a la luz y a otros agentes químicos y físicos. Los pigmentos orgánicos tienen un amplio uso en el desarrollo comercial. (4-16)

Los pigmentos orgánicos son compuestos químicos orgánicos obtenidos a través de síntesis a partir de productos derivados del petróleo. Las características generales son las siguientes: baja densidad, alto poder tintóreo, alta superficie específica, alta transparencia, amplia gama de tonalidades vivas o limpias y bajas propiedades de resistencia a agentes químicos. (3-10)

Figura 1. Clasificación de los pigmentos

Inorganicos

	1
Cromos	Amarillos
	Naranjas
	Verdes
Molibdatos	Naranjas
	Rojos
	•
Oxidos	Amarillos
de hierro	Rojos
	Negros
Cadmios	Naranjas
Gaarrigg	Amarillos
	Rojos
	110,03
Azules de	٦
Cobalto	
Cobailo	
Ferrocianuros	Azul de Fierro
1 0110014114100	ó Azul Milori
	o / Zui Willoll
Negros de	٦
Humo	
Tiulilo	_
Pigmentos	7
Metálicos	
METAIICOS	_
Azul	٦
Ultramar	
Ulliailiai	

Organicos]		
	Monoazóicos	Toluidinas	Amarillos
		· Granamias	Hansa
			Rojos
			Hansa
Azóicos	1		
	1	Derivados	Rojos
		de Naftol	Amarillos
		Naranjas	7
		Dinitroanilinas	
		Bon	7
		5011	_ _
		Rojos	
		Para	4
		Rojos	
		Paraclorados	
	Diazóicos	Amarillos	7
		Bencidinas	
		Naranjas	1
		Bencidinas	4
		Pirazolona	
	Azóicos	Rojo Laca C	7
	Precipitados	Rojo Rubí	†
		Lithol	
		Rojo	7
		Fuego	1
		Rojo	
		Lithol	
Policíclicos	Pigmentos	Rojo	
	Antraquinona	Tioindigo	1
		Marron	
		Tioindigo	

1.2 Diferencia entre pigmentos y colorantes

A pesar de que ambos son materiales colorantes, un pigmento es una sustancia insoluble en el vehículo con el cual se mezclará o se dispersará para fabricar una pintura, un barniz, una laca, una tinta de impresión o cualquier composición cubriente. Un colorante es soluble. La diferencia entre la solubilidad de colorantes y la insolubilidad de los pigmentos no es tan clara del todo, pues algunos de los colorantes reconocidos son insolubles o parcialmente insolubles. (8-3)

Los colorantes solubles también se conocen como anilinas y son materiales fundamentalmente de base orgánica y se caracterizan por su solubilidad en solventes orgánicos y/o agua. Los colorantes hidrosolubles son utilizados principalmente en el campo textil para el teñido de telas, en la industria del papel, y coloración de bases acuosas como desinfectantes y shampoo, etc.

2. ESTRUCTURA QUÍMICA Y PROPIEDADES FÍSICAS DE LOS PIGMENTOS Y SU RELACIÓN CON EL COLOR QUE PROPORCIONAN

2.1 Cromóforo y auxocromo

Todos los pigmentos tienen un grupo característico o arreglo de átomos, el cual le imparte color a la molécula. Esto es lo que se conoce como cromóforo. Adicionalmente un numero de grupos modificados está también presente el cual altera las propiedades tintóreas del tinte primario. Estos grupos modificados son conocidos como auxocromos o cromóforos auxiliares. La característica cromófora de una molécula forma una base ideal para clasificar pigmentos. Los grupos de pigmentos más importantes son el azo, vat, quinacridonas y las phthalocianinas. De menor importancia son las dioxadinas y los metales complejos. (8-12)

2.2 Propiedades Físicas

Para que un pigmento pueda considerarse como ideal, debe reunir las siguientes cualidades. (2-55)

2.2.1 Características Generales

Color

Depende del tipo de colorante o pigmento que se utilice. Para el ojo humano es el reflejo de la luz visible reflejada en una superficie. Cuando la luz incide en un objeto coloreado, este absorbe el haz de luz que corresponde al color del objeto y refleja el resto de haces de luz del espectro visible, que llevan al ojo, éste analiza la información y capta o entiende el color del objeto que observa.

Brillo

Propiedad que proporcionan los pigmentos de reflejar la luz, con mayor o menor intensidad y que funciona igualmente como en el color. En este caso el brillo depende de la capacidad de absorción o refractancia de la superficie del objeto.

Facilidad de dispersión

La dispersión es el contacto entre las partículas de un sistema pigmentoresina, que depende de la aplicación, tinta, pintura, plástico, etc. El sistema se obtiene mediante el rompimiento de las uniones entre las partículas que pueden llegar a formar aglomerados o flóculos.

Poder tintóreo o colorante

Corresponde al grado de color que un cierto pigmento de color imparte a un color blanco.

Poder cubriente

Es el grado de opacidad que un pigmento proporciona al vehículo que está en contacto con él.

Saturación

Es el máximo grado de color que alcanza un pigmento.

Resistencia al medio ambiente y a la luz

Estabilidad relativa del color al ser expuesto a las condiciones ambientales y a la luz, la cual varía dependiendo de la zona en la que se realice la exposición. Debe ser inmune a las atmósferas impuras

Resistencia térmica

La estabilidad relativa del pigmento a los cambios causados por la acción de altas temperaturas es función de los factores como tiempo de permanencia o de exposición, temperatura del proceso, tipo y concentración del pigmento, equipo del proceso y resina utilizada.

Resistencia a la migración

La migración comprende a la eflorescencia o sangrado que consiste en la difusión del pigmento o sustancia colorante dentro del material. Esto puede depender de la concentración y del tipo de pigmento y solubilidad del substrato.

Resistencia química

Propiedad conjunta del sistema substrato - pigmento de resistir el ataque de ácidos a álcalis. También contempla la resistencia a disolventes en general.

Absorción de aceite

Es la cantidad de aceite requerida para un proceso determinado, para llenar los intersticios entre partículas de pigmento. Esta es una propiedad de gran importancia en el área de pinturas y tintas.

Otras

Propiedades como densidad aparente, textura y tamaño de la partícula, propiedades dieléctricas. Otra característica importante es la de carecer de toxicidad, un pigmento no deber ser venenoso, pues el producto final puede ir destinado a productos de contacto con humanos o de exposición constante.

2.3 Percepción del color

El número de los diferentes colores que el hombre puede distinguir es diez millones. No es de extrañarse que no puedan recordarse colores lo suficiente como para identificar un tono específico. El criterio del color se ha convertido en algo cada vez más importante en toda la industria donde el está involucrado. El color es de particular importancia cuando un artículo de color está siendo fabricado en diferentes puntos geográficos, o cuando el proveedor de color es diferente, se encuentran muchos problemas para encontrar una uniformidad en ellos y el color debe ser el mismo al final.

La percepción visual del color es influenciada por diferentes sensaciones del color de persona en persona, como el estado de ánimo, la edad y otros factores; también por las variaciones del ambiente como el tipo de luminosidad; y por último también por las diferentes formas de comunicar y documentar el color. Todos estos problemas pueden ser únicamente solventados usando la instrumentación de color con sistemas de color especificados internacionalmente.

La percepción del color es la interacción de tres elementos, fuente de luz, objeto y observador.

El color cambia con los diferentes tipos de fuente de luz. Por esto se han acordado patrones para poder evaluar el color en el rango de espectro visible de luz (400 a 700 nm). La CIE ó Comisión Internacional de Iluminación (del francés *l'Eclairage*), estandariza las fuentes de luz con la cantidad de energía emitida a cada longitud de onda o distribución de poder espectral relativo. En la práctica las fuentes de luz más importantes son luz de día, luz incandescente y luz fluorescente

Sin el observador tampoco puede haber color, la luz reflejada de los objetos entran en el ojo humano y llegan a la retina en donde existen tres diferentes tipos de receptores sensibles de luz. Uno reacciona con la luz verde o roja, otro con la luz amarilla o azul y el otro reacciona a la intensidad de luz. Juntos estimulan el cerebro para producir la impresión del color. Para determinar la sensibilidad de los receptores. Algunos métodos de análisis visuales sistemáticos fueron hechos por CIE en 1931 y 1964.

La fuente de luz y el observador están definidos por la CIE, y sus funciones espectrales son definidas y guardadas dentro de los instrumentos de colorimetría. Las propiedades ópticas de los objetos son sólo variables que necesitan ser medidas.

Los modernos instrumentos de colorimetría miden la cantidad de luz que es reflejada por una muestra coloreada. Esto es hecho a cada longitud de onda y es llamado dato espectral.

Por ejemplo, un objeto negro no refleja luz a través del espectro completo (0% de reflexión) en cuanto a un objeto blanco ideal, refleja toda la luz (100% reflexión). Todos los demás colores reflejan luz sólo en seleccionadas partes del espectro de luz. Por ello tienen curvas de refractancia específicas, que son como hullas dactilares para cada color.

2.4 Sistema de color

Los sistemas de color combinan los datos de los tres elementos del color, la fuente de luz, el observador y el objeto. Estos sistemas son herramientas para comunicar y documentar el color y sus diferencias.

El sistema recomendado por la CIE y el más ampliamente usado hoy día, es el sistema CIE Lab*. Este consiste en dos ejes cartesianos a* y b* según la figura 12, los cuales están en ángulo recto y representan la dimensión del tono o color. El tercer eje es el de la luz L* y es perpendicular al plano a*b*. Dentro de este sistema cualquier color puede ser especificado con las coordenadas L*, a*, b*. Alternativamente L*,C*,h°, son comúnmente usadas. C* (croma) representa la intensidad o saturación del color, mientras que h° es otro término para expresar el ángulo actual.

Para mantener el color dentro de un color objetivo, se debe establecer un patrón y controlar contra éste los productos de la producción de una empresa. Por esto mismo se establece una comunicación de color en términos de diferencias o más bien valores absolutos. El cambio total del color está dado por delta E*, que es comúnmente usado para representar la diferencia de color. Este se obtiene de la ecuación siguiente:

$$\Delta E^* = (\Delta L^*) + (\Delta a^*) + (\Delta b^*)$$

Para determinar el cambio en el color, las diferentes variaciones o deltas ΔL^* , Δa^* , Δb^* , deben ser usadas. Las diferencias de color pueden ser aceptadas de común acuerdo entre el cliente y el proveedor. (1-4)

3. MATERIAS PRIMAS E INTERMEDIARIOS EN LA PRODUCCIÓN DE PIGMENTOS

Las materias primas que son fundamentales para la industria de materias de tinte o tintóreas, y por consiguiente también fundamentales para la manufactura de pigmentos orgánicos son: benceno, tolueno, xyleno, naftaleno y antraceno. (5-38)

En la separación de estos materiales del alquitrán de hulla, se han hecho grandes progresos técnicos para aumentar las cantidades de los diferentes productos individuales. De la destilación de la hulla se obtiene una serie de fracciones como se indica a continuación:

A. Primeras corridas h	asta 110 °C
B. Aceites livianos 1	10 a 210 °C
C. Aceites carbólicos 2	10 a 240°C
D. Aceites pesados o de creosota 24	40 a 270°C
E. Aceites de atracones 2	70 a 400°C

F. Residuos pesados.

Entre los tratamientos de primeras corridas y los aceites livianos, se producen el benceno, tolueno y xyleno. Entre los aceites carbólicos y los pesados se produce el naftaleno, juntamente con una variedad de compuestos fenólicos. El antraceno se produce con un gran número de compuestos de alto peso molecular de los aceites de antraceno. (8-38)

4. PIGMENTOS AZOÍCOS

4.1 Generalidades

Los pigmentos azo son compuestos orgánicos aromáticos sintetizados de una reacción de copulación entre una sal de diazonio y una acetarilamida o un fenol. Son compuestos coloreados en los cuales el color es derivado de la presencia del grupo azóico, es decir están caracterizados por la presencia del grupo azo (R-N=N-R) que es a su vez es un grupo cromóforo intensificado y/o modificado por grupos auxocromos tales como metilos, etilos, nitro, metoxi, etoxi, cloro, bromo y otros. Es considerado como uno de los más valiosos pigmentos sintéticos, además de que exhiben el más amplio rango de colores y una gran diversidad de propiedades físicas y químicas que ningún otro grupo de color. Esto es debido directamente a la gran aplicación del grupo diazo y de las reacciones de copulación y la casi ilimitada variedad de intermediarios disponibles para el uso. (5-123)

Fundamentalmente estos colores están formados por la cooptación de sales diazo (o de diazonio) con un segundo componente, el cual debe ser un compuesto fenólico o amino

$$R-N_2-CI + H-R'OH + NaOH$$
 $R-N_2-R'OH + NaCI + H_2O$

Ó

$$R-N_2-CI+HR'NH_2$$
 ácido $R-N_2-R'NH_2+HCI$

Los compuestos de diazonio son inestables, se descomponen gradualmente a temperaturas bajas (entre 0-5°C), y a altas temperaturas la reacción puede suceder muy rápido. Por estas razones las reacciones industriales se conducen a bajas temperaturas y como regla, con presencia de hielo.

Con acidez elevada se puede retardar la descomposición. La presencia de un exceso de acidez es generalmente recomendado como esencial. Teóricamente dos moléculas de ácido son requeridas para completar la diazotización de una amina, pero puede ser requerido más si el ácido es débil como el ácido acético, o si la amina en sí tiene grados bajos de alcalinidad. (5-125)

4.2 Clasificación de los pigmentos azoícos

Los pigmentos azóicos se dividen de la siguiente forma. (3-14)

Pigmentos azóicos no laqueados o no metálicos

a) Derivados arilamídicos

Monoazóicos

Diazóicos

Pirazolona-diazóicos

b) Derivados de alfa o beta naftol

Rojos toluidina

Rojo paracloro

Anaranjado de dinitroanilina

Derivados de naftol AS

Pigmentos azóicos laqueados o metálicos

- a) Derivados de alfa o beta naftol
- b) Derivados del ácido beta oxinaftóico (BON)Rubí litolRojo 2B

Pigmentos azóicos especiales

- a) Derivados de naftol AS
- b) Derivados de benzimidazolonaTipo arilamidasTipo naftol AS

4.3 Métodos de preparación de pigmentos orgánicos azoícos

En el presente estudio se utilizarán dos métodos diferentes de preparación para comparar sus ventajas, desventajas y eficiencias. El primero es el método convencional en el que se utilizan solventes como intermediarios y el segundo es un método innovador no convencional, en el que se utiliza un mecanismo de calentamiento por microondas. A continuación se presentan los dos métodos a trabajar.

4.3.1 Reacciones de formación, diazotización y copulación por medio de solventes

Se han encontrado tres métodos base solvente, de preparación, especialmente útiles en la práctica.

Método directo. En este procedimiento, una solución de nitrito metálico es introducida rápidamente en una solución fría de la amina en ácido mineral diluido.

Método invertido. Una mezcla de soluciones alcalinas de un nitrito metálico y una sal de amina sulfonada o carboxylada, se lleva a cabo en un exceso de ácido mineral diluido y frío.

Método de solución ácida. La amina es disuelta en ácido concentrado (sulfúrico, fosfórico, o acético glacial) y diazotizada con ácido sulfúrico nitroso. Este método es especialmente aplicable para aminas débilmente básicas.

Otros tres métodos son de interés pero de menor valor práctico en el campo:

Método Witt. Se disuelve la amina en ácido nítrico y se agrega metabisulfito, el cual forma ácido nitroso por reducción:

$$Na_2S_2O_2 + 2HNO_3$$
 $Na_2S_2O_7 + 2HNO_2$

Método Griess. Se trata la amina suspendida o disuelta en agua o alcohol, con trióxido de nitrógeno:

$$N_2O_3 + H_2O \longrightarrow 2HNO$$

Método Knoevenagel. Se trata la amina, disuelta en agua, ácido o alcohol, o suspendida en un solvente inerte, con alkil nitrito:

4.3.2 Mecanismo de calentamiento por microondas

4.3.2.1. Generalidades

Los hornos de microondas funcionan excitando las moléculas de agua de los alimentos, lo que hace que vibren y produzcan calor. Las microondas entran por medio de aberturas practicadas en la parte superior de la cavidad de cocción, donde un agitador las dispersa de forma homogénea por todo el horno. Las microondas no pueden penetrar en un recipiente de metal para calentar la comida, pero si atraviesan los recipientes no metálicos. (6-1)

Las microondas se ubican en la región del espectro electromagnético entre las ondas milimétricas y las ondas de radio. Específicamente, están definidas como las ondas con longitudes de onda entre 0.01 y 1 metro, correspondiente a las frecuencias entre 30 y 0.3 GHz. Los hornos domésticos de microondas operan a 2.45 (+/- 0.050) GHz. Ha sido largamente conocido que los materiales deben ser calentados con el uso de altas frecuencias de ondas electromagnéticas. El calentamiento incrementa la interacción del componente del campo electromagnético de la onda con partículas cargadas en el material. (6-3)

Existen dos efectos mayores responsables del calentamiento que resulta de esta interacción:

- a) Si las partículas cargadas son libres de viajar a través del material (electrones en una muestra de carbón, por ejemplo) una corriente será inducida, la cual viajará en fase con el campo.
- b) Si por otro lado las partículas cargadas son regiones del material, el componente del campo eléctrico, provocará en ellas un movimiento hasta que fuerzas opuestas balanceen la fuerza eléctrica. El resultado es la polarización bipolar en el material. La conducción y la polarización bipolar, juntamente deben dar un incremento en el calentamiento mediante radiaciones de microondas. (6-5)

4.3.2.2. Sistema analítico de microondas

La tecnología de las microondas ha reducido significativamente los tiempos de preparación de reacciones químicas. Algunas de las características principales pueden ser:

- Posibilidad de escoger la presión a trabajar usando los recipientes de seguridad. Con eficientes puntos de control de presión y temperatura.
- Reducir significativamente los tiempos de preparación en un 90% y proporcionar muestras limpias de otros componentes.
- Estos equipos son convenientes módulos de control de presión, no necesitando sistemas de dosificación de sustancias líquidas.
- Seguridad en el manejo.
- Posibilidad de conexión del sistema a control con programas de computación.

El uso de los microondas domésticos en conjunción con envases presurizados para acelerar las reacciones orgánicas era considerado peligroso, pues podrían provocar deformaciones o explosiones, ahora es sabido que este mecanismo reduce exponencialmente el tiempo de reacción. Actualmente, este método ha recibido dramáticas transformaciones y usos. La síntesis orgánica a través del sistema de microondas tuvo que ser diseñada para las condiciones de laboratorio, se encontraron ventajas en cuanto a la adición de reactivos, el manejo de las muestras, la agitación, el enfriamiento posterior a la reacción, y los controles de presión y temperatura. (7-3)

El método de microondas es muy funcional y permitirá en el presente trabajo obtener resultados en fase sólida (pigmento) sin utilización de solventes, usando un soporte en arcilla montmorilonítica que posee sitios iónicos ácidos (H⁺⁾ entre las capas o láminas donde se realizará la reacción. El principio consiste en generar la sal de diazonio con la adición de ácido nitroso dentro de los sitios iónicos y luego copular la sal para generar el rojo paracloro.

4.3.2.3. Química de la arcilla

La arcilla ocupa una posición prominente dentro de los minerales industriales. La mayoría de personas tienden a pensar que no existe mayor diferencia entre dos tipos diferentes de arcilla. Pero sí la poseen e imparten diferentes propiedades dependiendo del sistema al cual se está incorporando. Sus usos van desde la construcción, decoración, fabricación de productos industriales hasta alta tecnología en cerámica. Las arcillas son utilizadas en muchas formas en una gran variedad de aplicaciones.

4.3.2.3.1 Nomenclatura de la bentonita

Los nombres bentonita, esmectita y montmorilonita son usados indistintamente. De cualquier forma son usados para el mismo mineral pero se debe hacer uso de una apropiada nomenclatura. La bentonita es el nombre dado a la roca mineral. El mineral bentonita consiste en arcilla esmectita e impurezas como grava, pizarra o lutita, piedras de cal y otros minerales. Es la fracción de esmectita en que hay mayor interés. Purificar el mineral bentonita para extraer la arcilla esmectita de la bentonita es un proceso bastante caro.

La única característica de la esmectita que la coloca aparte de de los otros materiales, es su habilidad para hidratarse con facilidad, la cual se dispersa fácilmente en sistemas de agua, esto permite controlar la reología de éstos donde es usada. Existen algunos tipos de esmectita, pero los más destacados por su importancia comercial y valor son la arcilla montmorilonita y hectorita. La disponibilidad de la hectorita es muy limitada a diferencia de los vastos depósitos de montmorilonita.

La nomenclatura de la esmectita puede ser muy complicada y confusa, de cualquier forma para el desarrollo de este trabajo, la montmorilonita es clasificada como silicato de magnesio y aluminio, y la hectorita es clasificada como silicato de magnesio.

Esta diferencia de composición química, indica una diferencia en la forma de los cristales. La montmorilonita tiende a tener una morfología similar a una lámina plana y la hectorita tiene una forma cúbica.

4.3.2.3.2 Propiedades de la esmectita

Son tres las propiedades que hacen a la esmectita, única y de una importancia comercial considerable:

Forma de la partícula.

Los cristales de esmectita tienen una forma plana y delgada, en forma de hoja o lámina. Éstas son irregulares es su morfología y pueden ser de 1000 nm en la dimensión más larga. Una vista de lado del cristal revela un tamaño uniforme de 0.92 nm de grosor. El resultado de esta morfología es una área extremadamente grande de superficie de aproximadamente 800 metros cuadrados por gramo

La superficie tiende a acumular agua que pueda estar próxima a ella, por ello mientras mas área superficial está expuesta, mayor será el efecto. Esto permite a la esmectita, tener un gran efecto en la reología del agua con una pequeña cantidad de material.

Tamaño de la partícula:

El tamaño de la partícula también es importante, ya que la esmectita dispersa está en el rango coloidal, que es actualmente una zona gris de la categoría de las partículas no del todo definidas. Las partículas son muy grandes para la categoría de soluciones y muy pequeñas para tener el volumen de partículas grandes. El factor clave de las partículas coloidales es la interacción con la gravedad en un líquido.

Carga de las partículas

Cada cristal de arcilla montmorilonitica tiene cargas negativas, por ello tiende a atraer cualquier ión positivo (cationes), tales como iones de calcio o sodio hacia la superficie de la arcilla. Si la mayoría de estos cationes son de sodio, se denomina comúnmente como arcilla bentonita de sodio (montmorilonita). Si la mayoría de los cationes son de calcio, se denomina bentonita de calcio (montmorilonita). La carga neta es localizada dentro del mismo cristal. Por ello los cationes tienden a ser atraidos a la superficie de la partícula en un esfuerzo por neutralizar la carga. El filo o el canto del cristal tiene pocas cargas positivas de este modo atraen iones cargados negativamente o bien moléculas negativas.

Los cationes de la superficie de la arcilla pueden ser fácilmente intercambiados por otros cationes, a lo cual se denomina capacidad de intercambio de cationes y es usualmente expresada en miliequivalentes de cationes por 100 gramos de arcilla.

5. PIGMENTO ROJO PARA – CLORO

5.1 Generalidades del pigmento

Muchos de los rojos son usados in la industria de recubrimiento, caen en la clasificación de los pigmentos azóicos o azo. En el área específica de los pigmentos rojos hay más de 240 en la lista de *Colour Index*. De estos no todos pertenecen a la industria de recubrimiento, y ciertamente no todos son pigmentos azo. (4-18)

5.2 Rojos azo metalizados

Los rojos azo deben dividirse más ampliamente en pigmentos ácidos, monoazo metalizados como el rojo de manganeso 2B y el carmesí calcium lithol, y rojos no metalizados como los naphtoles y toluidinas. Típicamente cada uno de los pigmentos ácidos, monoazo metalizado contiene un grupo aniónico como un grupo carboxílico o sulfónico el cual, cuando se ioniza, posee una carga negativa que reaccionará con un metal como el calcio o el manganeso para formar un pigmento metalizado insoluble. Los pigmentos no metalizados no contienen esta agrupación aniónica y por lo tanto no pueden formar compuestos con un metal para formar un producto metalizado.

Todos los rojos azo contienen uno o más grupos (- N = N -) y son producidos por la secuencia de reacciones de disociación seguidas de cópula / acoplamiento o copulación. La disociación consiste en tratar la amina aromática primaria (RNH2) con ácido nitroso, formado *in situ* por la reacción de nitrito de sodio con ácido clorhídrico a bajas temperaturas para dar una sal de

diazonio. Invariablemente esta sal nunca se logra separar debido a su marcada inestabilidad, pero es reaccionada dentro de un corto tiempo de su formación con la apropiada segunda mitad de la molécula conocida como componente de acoplamiento.

En el caso de lithol de bario, la amina primaria es el ácido tobias (2-naftilamin-1- ácido sulfúrico) y el acoplador es el beta naftol (2-naftol). Debido a la presencia de iones libres de sodio en la mezcla de reacción, el pigmento esta inicialmente en forma de su sal de sodio. La metalización es posteriormente complementada reemplazando este sodio con el catión metálico apropiado para dar cualquiera de las sales de calcio o de bario. El lithol de bario tiene algunos usos en la industria de recubrimiento y se usa en su tono lleno.

La mayoría de los pigmentos rojos azo son químicamente similares en estructura y son todos hechos por secuencia de reacciones de diazotización, cooptación metalización. (5-126)

5.3 Rojos azo no metalizados

Este tipo de pigmentos sólo tienen resistencia a sistemas ácidos y alcalinos cuando en estos medios el ión metálico precipitado se pueda remover, resultando en un cambio en la sombra o el tinte, acompañado muchas veces por una pérdida de resistencia. Como implica el nombre, el rojo no metalizado no contiene un catión metálico precipitado y como tal es más estable en medios ácidos y alcalinos.

La síntesis de este tipo de pigmentos sigue la ruta de diazotización de los metalizados, de una amina con ácido nitroso seguida de la cooptación de la sal de *diazonium*, con un componente copulador apropiado, para dar el pigmento

deseado. Los grupos no aniónicos capaces de aceptar un catión metálico, están presentes en la molécula, de este modo la metalización no es un factor en la síntesis. Típicos rojos no metalizados son el rojo de toluidina y la amplia gama de rojos la clasificados como rojos de naftol. (3-9)

De la figura 2 a la 6 está esquematizada la síntesis orgánica del rojo para cloro que es el pigmento parámetro de las reacciones de síntesis por medio de los dos métodos expuestos.

Síntesis por el método de soluciones

Figura 2. Reacción 1. Alfa naftol con hidróxido de sodio.

Figura 3. Reacción 2. Orto cloro p-nitroanilina con ácido clorhídrico.

Figura 4. Reacción final de la reacción 1 y la reacción 2.

Síntesis por el método de soluciones

Figura 5. Reacción inicial, para el método por microondas.

$$NO_2$$
 NH_2 + HNO_2 NO_2 $N=N^+$ + lones negativos en la arcilla NO_2 NO_2 $N=N^+$ + lones negativos en la arcilla NO_2 N

Figura 6. Reacción final, para el método por microondas.

6. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Debido a que el producto final de la reacción por microondas es una mezcla del pigmento rojo p-cloro y arcilla bentonítica sólo cumple un papel catalítico en la reacción, esto significa que no se consume para formar parte en la estructura del producto principal de la reacción. Su papel es proporcionar

iones hidronio a la reacción que se encuentra entre las capas laminares de su estructura cristalina. Por medio de la cromatografía de capa fina se pudo observar que este producto no está contaminado con trazas de reactivos sin reaccionar. Esto no significa que la reacción haya sido completa sino que el proceso de purificación a través de sucesivos lavados fue efectivo.

El pigmento obtenido por medio del método de microondas funde incompletamente a 285-288 °C debido a que es una mezcla con arcilla bentonítica y pigmento.

El método de absorción de aceite DIN 53199 mide directamente la absorción de aceite así como indirectamente la cantidad mínima de vehículos requerida para su dispersión en otros vehículos de la composición de la pintura. Este método ha ido perdiendo su validez conforme los vehículos usados en pinturas difieren químicamente del aceite de linaza. Sin embargo, se sigue utilizando como un factor importante de comparación entre los distintos pigmentos en cuanto a la absorción de vehículo se refiere.

Para este estudio el método de absorción de aceite, sí tiene una aplicación directa ya que el vehículo de la pintura artística en donde se ensayan los pigmentos para este trabajo tiene una base de linaza.

Los valores de absorción de aceite dependen del tamaño de la partícula, la superficie específica del pigmento, la forma del pigmento (las partículas en forma de plato no absorben tanto vehículo como las partículas nodulares) y el tipo de vehículo usado.

El pigmento preparado mediante el método por radiación de microondas tiene una absorción mayor de aceite que el preparado por el método convencional debido a su contenido en arcilla bentonita. Las arcillas bentonitas tienen niveles de absorción de aceite por encima de 85.

Para el análisis del poder de coloración es importante utilizar un mismo pigmento de dióxido de titanio ya que las diferentes marcas en el mercado y sus diferentes grados poseen diferentes proporciones de dióxido de titanio y diferente tratamiento superficial. El tipo utilizado para este estudio fue el Kronos 2044 es un pigmento especial con un tratamiento elevado superficial inorgánico (contenido de dióxido de titanio 82%, tratamiento superficial de compuestos de aluminio y silicio).

El mayor poder de coloración del pigmento producido se da en el pigmento obtenido por el método tradicional y esto puede explicarse por el contenido de arcilla bentonita, que ejerce un poder de tinte neutral sobre el dióxido de titanio, en el pigmento preparado por el método por microondas. El efecto resultante de este análisis, es que el pigmento preparado por el método de micro ondas tiene menos porcentaje de ingrediente activo del pigmento, por lo cual su poder de coloración es menor.

En el presente estudio no se contempla la separación de la arcilla bentonita del pigmento, esto conlleva algunas consideraciones técnicas especiales ajenas al trabajo realizado, y que se enfoca particularmente a conservar la posibilidad de una reacción en estado sólido, ambientalmente más recomendable, utilizando la arcilla bentonita como sustituto del ácido concentrado del método tradicional, y el uso de microondas para hacer la reacción.

Las evaluaciones de intensidad, saturación y brillo, fueron efectuadas visualmente.

Las mediciones de reflectancia muestran que los pigmentos sintetizados por los dos métodos son iguales debido a que muestran una reflectancia similar ya que la ecuación Cie Lab* arroja un Delta E* igual a 0.154. Este valor es de significado muy apropiado para el uso en pinturas, siendo la tolerancia máxima de desviación en el mayor de los casos de valor 1. Apéndice 1 al 4.

El análisis de los espectros infrarrojos de las dos muestras de pigmento y superposición de ambos espectros muestra que son idénticos. Los picos más característicos y de mayor intensidad, picos A, B, C, D, E, F, G, H, I se encuentran a igual número de onda. Esto es una prueba clara de que la estructura química de los dos pigmentos sintetizados por métodos distintos, son iguales. En este caso se tomo el pigmento sintetizado por el método tradicional como un estándar de composición. Apéndice 5.

CONCLUSIONES

Basando el presente estudio en la similitud de los resultados de la curva de reflectancia y el espectro infrarrojo, es posible determinar que ambos pigmentos, sintetizados por los métodos de sustituciones por fases acuosas y el método de microondas, son los mismos.

El método de sustitución de fases acuosas se presenta como una mejor alternativa en comparación al método de microondas porque el pigmento se obtiene de una forma más pura.

El método de microondas tiene la ventaja de ser más rápido, como resultado se obtiene un pigmento mezclado con arcilla montmorilonítica, que puede recomendarse para formulaciones de pinturas con inertes. Tiene la desventaja de que el equipo necesario posee un costo muy alto.

En el campo de la pintura artística, la utilización del método por microondas puede ser de gran utilidad, ya que es un proceso rápido y no modifica las propiedades de formulación del producto final, debido a que el pigmento contiene silicatos de aluminio, carbonatos de calcio y arcillas reológicas, por lo que puede utilizarse sin perjudicar la pintura.

La pigmentación en una pintura artística deberá de tener un aumento del 15% cuando se utilice un pigmento producido por el método de microondas. Lo anterior puede explicarse con el hecho de que la arcilla contenida en él proporciona condiciones reológicas óptimas y disminuye así el uso de estos agentes en la formulación final.

RECOMENDACIONES

- Hacer un estudio de factibilidad de producción de pigmentos azóicos a nivel industrial, tanto por el método tradicional de sustitución de soluciones como por el método de microondas.
- Analizar la síntesis de pigmentos orgánicos de otras familias de pigmentos orgánicos por medio de los dos métodos presentados en este trabajo.
- 3. Realizar un estudio más profundo de las características de los pigmentos y hacer comparaciones fisicoquímicas entre los pigmentos orgánicos y los pigmentos inorgánicos.
- 4. Estudiar la aplicación de pigmentos en las diferentes industrias y aplicaciones, como plástico, pinturas decorativas, jabonería, ceras, látex y caucho.

BIBLIOGRAFIA

- Bautista Sagastume, Juan. Artes plásticas, Guatemala:
 Editorial Universidad Popular de Guatemala, departamento de Artes Plásticas, 1972. 55pp.
- 2. Byk Gardner, *Instrument Catalog 2001*, Columbia, Estados Unidos: Editorial Byk Gardner, 2001. 278pp.
- Gerson Almeida, "Pigmentos orgánicos, Boletín Técnico Informativo Hoechst Brasil". Brasil: Editorial Hoechst, 1990. 35pp.
- 4. Hernández Espinosa, Fernando. Criterios de termodinámica para selección de pigmentos en termoplásticos y su evaluación práctica. Tesis Ing. Quím. México, Universidad La Salle, S.A. incorporada a Universidad Nacional Autónoma de México, 1988 60pp
- 5. Lambourne. *Paint & surface coating*. Estados Unidos de Norte América: Editorial Ellis Horwood Limited, 1987, 155pp.
- 6. Microsoft Corporation **Microondas**, Enciclopedia Microsoft Encarta 99, Estados Unidos: s.e., 1999. 5pp
- 7. Milestone Inc. *Microwave assisted chemical reactions*, Artículo Internet., Estados Unidos de Norte América: s.e., 1998, 4pp

- 8. Pratt L. *The chemistry & physics of organic pigments.*Estados Unidos de Norte América: Editorial John Wiley & Sons, Inc.,1947, 150pp.
- 9. Sun Chemical, *Azoic pigments*, Estados Unidos de Norte América: Editorial Sun Chemical, 1995. 41pp.
- Whittaker, *Microwave heating mechanisms*, Estados Unidos de Norte
 América: Artículo Internet Del Journal of Microwave Power and
 Electromagnetic Energy, s.e., 1997. 5pp.

Tabla 1. Reflectancias comparativas del pigmento rojo para – cloro para los métodos tradicional versus microondas

tradicional versus inicioonaas				
Longitud de onda	Reflectancia	Reflectancia		
Nm		Método microondas		
360	5.553	5.675		
370	4.161	4.244		
380	3.530	3.586		
390	3.251	3.347		
400	3.153	3.250		
410	3.095	3.200		
420	3.085	3.172		
430	3.075	3.173		
440	3.057	3.151		
450	3.059	3.150		
460	3.119	3.201		
470	3.195	3.277		
480	3.272	3.359		
490	3.351	3.438		
500	3.424	3.496		
510	3.388	3.452		
520	3.311	3.363		
530	3.305	3.356		
540	3.420	3.454		
550	3.714	3.772		
560	4.503	4.550		
570	6.738	6.779		
580	12.257	12.302		
590	22.404	22.408		
600	38.892	38.856		
610	56.511	56.365		
620	69.874	69.628		
630	77.434	77.084		
640	81.092	80.745		
650	82.852	82.548		
660	83.651	83.610		
670	84.388	84.172		
680	84.686	84.566		
690	85.084	84.978		
700	85.498	86.409		
710	85.916	85.872		
720	86.323	86.273		
730	86.641	86.621		
740 46	86.934	86.921		
750	87.153	87.230		

Figura 6. Curva de reflectancia comparativa de rojo para – cloro por los métodos de soluciones acuosas y microondas

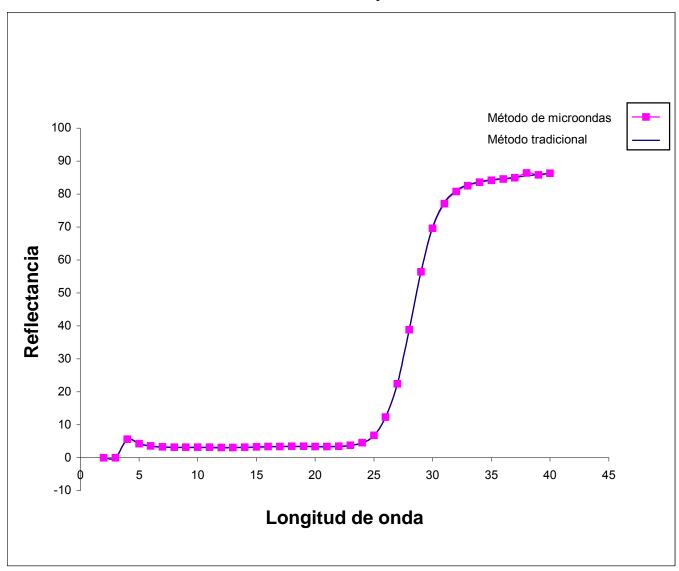


Tabla 2. Sistema CIE Lab*

Fuller y Cía de CASA

Optiview Quality Control Version 2.0d

Observer:

10°

Status: Depress

01/01/1997 6.57 AM Illuminant: A

Equation: CIELab

Instrument: CE 7000A - XA0511XA0511

Standard: Rojo Para Cloro

Método Tradicional

Estándar	llum	L*	a*	b*
Rojo Para Cloro	Α	55.106	59.627	59.418
	CWF(2)	46.715	45.348	45.202

Método Microondas

Trial	llum	L*	a*	b*
Rojo Para Clroro	Α	55.085	59.444	56.797
	CWF(2)	46.731	45.185	44.620

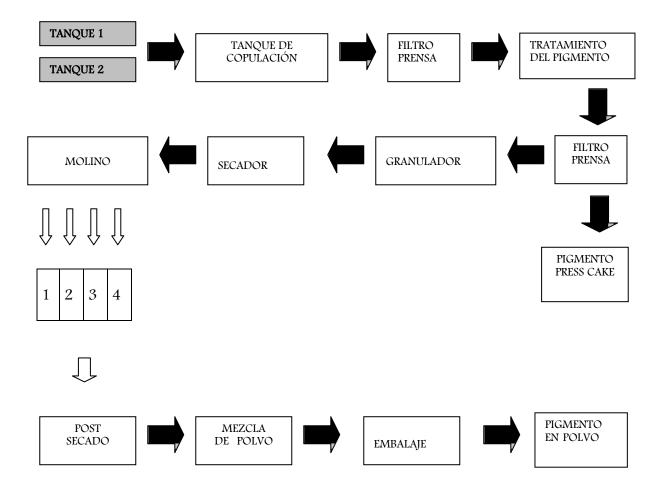
	DL*	Da*	Db*	DE*
Ī	-0.023	-0.184	-0.621	0.648
	0.015	-0.163	-0.583	0.605

Multitrial Color Difference/Color Plot Report

Figura 7. Gráfica sistema CIE Lab*

Figura 7. Espectros infrarrojos comparativos entre los métodos de soluciones y el método de microondas

Figura 8. Diagrama de flujo sugerido para la producción industrial de pigmentos. "mezcla en seco"



INTERPRETACION DEL DIAGRAMA DE FLUJO PARA EL PROCESO INDUSTRIAL SUGERIDO

- 1 El tanque 1 se convierte en el tanque de diazotización, en donde la amina aromática se mezclará con el nitrito de sodio y el ácido para formar la sal diazonio.
- 2 El tanque 2 es el tanque de disolución del componente de copulación, el beta naftol se mezcla con la soda cáustica.
- 3 En el tanque de copulación se unen los dos reactivos para producir la copulación o precipitación del pigmento y otros compuestos secundarios.
- 4 El filtro prensa elimina el exceso de los disolventes y soluciones.
- 5 En el tratamiento del pigmento se eliminan las sales indeseables y se agregan los aditivos necesarios para evitar su aglomeración.
- 6 Nuevamente se filtra, de forma que el producto resultante se divida en dos partes.
- 7 Una de las partes el p*ress cake* humedo, es la materia prima necesaria para elaborar dispersiones de pigmento en soluciones acuosas, donde no se requiera un secado del mismo.
- 8 La otra parte del producto resultante de los filtros, la parte más seca, entra al proceso de secado en los hornos.
- 9 En el proceso de molino, los aglomerados de partículas primarias de pigmento son reducidos a su mínima expresión, haciendo pasar el pigmento varias veces en el molino.
- 10 El producto resultante del proceso de molino sufre una ultima etapa de secado, para obtener el pigmento en polvo.
- 11 Con el pigmento elaborado en varios turnos y cumpliendo con los estándares regulados, se hace una mezcla de ellos produciendo un solo lote de fabricación.
- 12 El pigmento es empacado y almacenado.

ANEXOS

Figura 9. Gráfica ilustrativa del sistema CIE Lab*