

UNIVERSIDAD AUTONOMA DE NUEVO LEON

**FACULTAD DE INGENIERIA MECANICA
Y ELECTRICA**

DIVISION DE ESTUDIOS DE POSTGRADO



**ESTUDIO DE PIGMENTOS POR MEDIO DE
MICROSCOPIA ELECTRONICA**

T E S I S

**QU PARA OBTENER EL GRADO DE
MAESTRO EN CIENCIAS DE LA INGENIERIA
MECANICA CON ESPECIALIDAD EN MATERIALES**

PRESENTA

ING. JUAN FRANCISCO HERNANDEZ PAZ

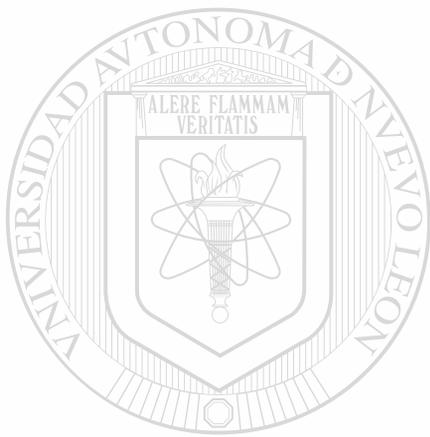
SAN NICOLAS DE LOS GARZA, N. L. MAYO DE 1999



ESTUDIO DE PIGMENTOS POR MEDIO DE
ESPECTROSCOPIA ELECTRONICA



1080092586



UANL

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN

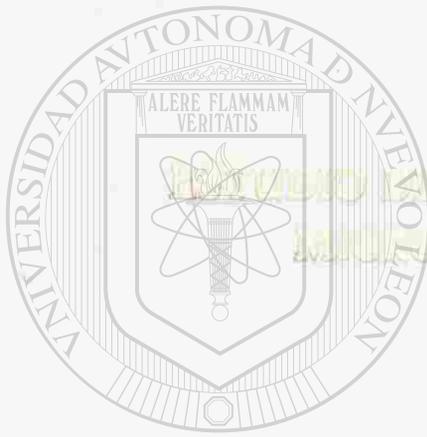


DIRECCIÓN GENERAL DE BIBLIOTECAS

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN

FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA
Y ELÉCTRICA

DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSTGRADO



EL DISEÑO DE LOS PIGMENTOS POR MEDIO DE
MÉTODOS DE INGENIERÍA MECÁNICA

UANL

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN

®

DIRECCIÓN GENERAL DE BIBLIOTECAS

MANIFIESTA LOS RESULTADOS DE LA INVESTIGACIÓN

DE LA FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA Y ELÉCTRICA

PRESENTA

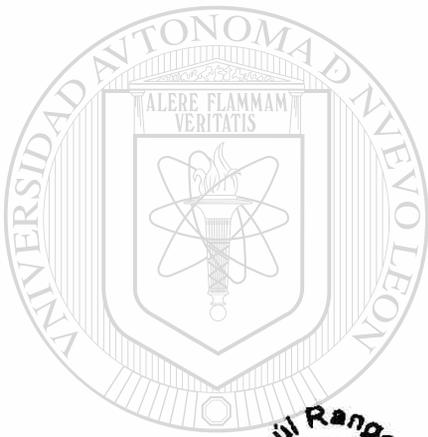
ING. JUAN FRANCISCO HERNÁNDEZ RÍZ

SAN NICOLÁS DE LOS GARZA, N. L. MAYO DE 1994

TP935

o. 44
1999

o. 1



UANL

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN



DIRECCIÓN GENERAL DE BIBLIOTECAS

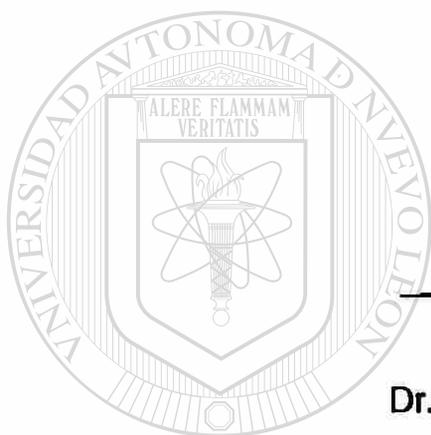
FONDO
ESIS MAESTRIAT

®

UNIVERSIDAD AUTONOMA DE NUEVO LEON
FACULTAD DE INGENIERIA MECANICA Y ELECTRICA
DIVISION DE ESTUDIOS DE POSTGRADO

Los miembros del comité de tesis recomendamos que la tesis "*Estudio de pigmentos por medio de microscopía electrónica; casos amarillo (PY 13) y azul (C.I. 15:1)*" realizada por el Ing. Juan Francisco Hernández Paz, matrícula 722983 sea aceptada para su defensa como opción al grado de Maestro en Ciencias de la Ingeniería Mecánica con especialidad en Materiales.

El comité de tesis



A handwritten signature in black ink, appearing to be "J. Aguilar Garib", written over a horizontal line.

Asesor

Dr. Juan Antonio Aguilar Garib

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN

A handwritten signature in black ink, appearing to be "Moisés Hinojosa Rivera", written over a horizontal line.

Coasesor

Dr. Moisés Hinojosa Rivera

A handwritten signature in black ink, appearing to be "Virgilio González González", written over a horizontal line.

Coasesor

Dr. Virgilio González González

A handwritten signature in black ink, appearing to be "Roberto Villarreal Garza", written over a horizontal line.

Vo.Bo.

M.C. Roberto Villarreal Garza

División de Estudios de Postgrado

San Nicolás de los Garza, N.L., Mayo de 1999

DEDICATORIA



A DIOS

A MIS PADRES

UANL

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN

®

DIRECCIÓN GENERAL DE BIBLIOTECAS

A MIS HERMANOS

A CLAUDIA

AGRADECIMIENTOS

Al consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACYT) por impulsar y apoyar el desarrollo científico y tecnológico en México y en especial por el apoyo económico brindado para la realización del presente trabajo a través de su sistema de becas.

A la Universidad Autónoma de Nuevo León por darme la oportunidad de formarme y desarrollarme profesionalmente en las aulas de su Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica.

Al programa Doctoral en Ingeniería de Materiales (DIMAT) por permitirme realizar estudios de Posgrado.

Al Dr. Juan Antonio Aguilar Garib por el apoyo, consejo y dirección brindados durante la realización de esta investigación.

DIRECCIÓN GENERAL DE BIBLIOTECAS

Al Dr. Moisés Hinojosa R. y al Dr. Virgilio González G. por sus valiosas sugerencias para la realización de este trabajo.

Al Dr. Rafael Colás y al Dr. Alberto Pérez por su amistad, apoyo y consejos que siempre me han brindado.

Al M.C. Jesús Moreno por su apoyo incondicional y desinteresado.

A los profesores del DIMAT quienes con su conocimiento contribuyen a la formación de profesionistas de maestría o doctorado.

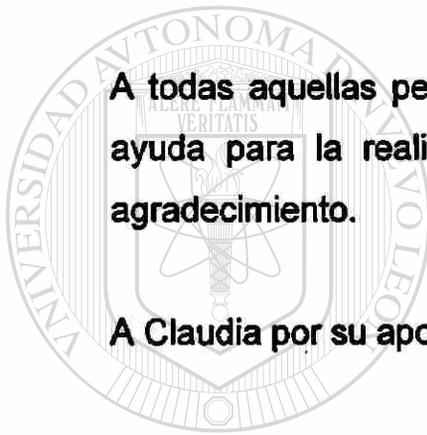
Al M.C. Jorge Luis Hernández Piñeiro del la Facultad de Biología por su apoyo y amistad incondicional, gracias a lo cual pude hallar el sentido del TEM.

A los compañeros del DIMAT:

Efrén, Antonio, Eulogio, Doris, Palafox, Esperanza, Hugo, Talamantes, Mario, Nahum, Francisco (Domel), Tomás, Pablito, Paty, Javier Grijalva, Xavier (químico), Idalia, Chuy Garza, Víctor, Enrique, Chava, Miguel, Memo, Cavazos, Ana María, Carlos Jauregui, Omar Garza, Ezequiel, Tacho, Poncho, Amulfo, Selene, Carlos Martínez y Oswaldo con quienes compartí momentos agradables y amistad, las cuales espero haber correspondido.

A todas aquellas personas que de alguna u otra manera me brindaron su ayuda para la realización del presente trabajo a todos mi más sincero agradecimiento.

A Claudia por su apoyo incondicional e impulso.



UANL

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN

®

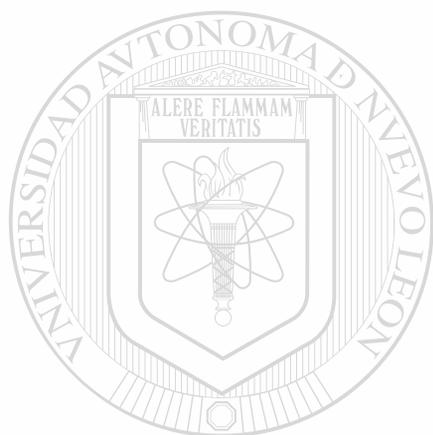
DIRECCIÓN GENERAL DE BIBLIOTECAS

PROLOGO

Dada la capacidad del ojo humano para distinguir colores, apreciamos un mundo en el cual ésta es una de las características de cada objeto que nos rodea. Hoy en día no nos sorprende que los dispositivos que nos muestran el mundo de manera virtual sean capaces de presentar colores. Sin embargo, hace alrededor de doce años los monitores de las computadoras eran "monocromáticos" y en unos cuantos años se volvieron obligatoriamente capaces de presentar "millones de colores". La televisión también pasó por un momento similar y en nuestros días hay niños que piensan que la televisión en blanco y negro no es más que una broma, aunque los que vivimos en la época de transición recordamos como los programas se anunciaban "a todo color". El color es tan importante que en una película de hace sesenta años, llamada "El mago de Oz" todo empieza en un mundo en blanco y negro y aunque parezca increíble el efecto especial es una escena clave a partir de la cual la presentación continua en color. De cualquier manera, pasando por ejemplos modernos y antiguos, tales como murales de civilizaciones indígenas o maquillajes egipcios, el punto es que el color es importante en el arte, en la publicidad y en la percepción general que tenemos del mundo.

Una de las maneras de hacer atractivo un producto es pintarlo de una combinación de colores que de alguna manera se ha determinado que son agradables a la vista, con la idea de que éste se vuelva atractivo y hasta deseable para quien lo observa. En ocasiones no es posible pintar el producto en sí, entonces lo que se colorea es el empaque que lo contiene y una de las técnicas que se emplea involucra la utilización de pigmentos, los

cuales tienen, por supuesto, la función de dar color al objeto. Se puede decir que en general se tienen identificados los fenómenos que rigen el comportamiento de los pigmentos. Sin embargo, es común encontrar que pigmentos de características físicas y químicas similares muestren un rango amplio de tonalidades. Por esta razón en este trabajo se llevó a cabo una revisión de las diversas técnicas que se utilizan para evaluarlos y se decidió incluir el uso del microscopio electrónico de transmisión, el cual no se utiliza muy comúnmente en la caracterización de pigmentos orgánicos, pero como se podrá observar en este documento, cuando se requiere hacer un análisis completo resulta ser indispensable.



UANL

Juan Antonio Aguilar Garib

Mayo 1999

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN



DIRECCIÓN GENERAL DE BIBLIOTECAS

INDICE

	Página
DEDICATORIA	i
AGRADECIMIENTOS	ii
PROLOGO	iv
INDICE	
RESUMEN	1
CAPITULO 1. INTRODUCCION	3
CAPITULO 2. CONCEPTOS SOBRE EL COLOR	5
2.1 Introducción.	5
2.2 Naturaleza de la luz y fuentes luminosas.	6
2.3 Modificación de la luz por los materiales.	9
2.4 Detección de la luz y el color por el ojo humano.	13
2.5 El color y la estructura química.	14
2.6 El color y la estructura física.	19
CAPITULO 3. LOS PIGMENTOS	20
3.1 Introducción.	20
3.2 Reseña histórica.	21
3.3 clasificación de los pigmentos.	22
3.3.1 Pigmentos inorgánicos.	23
3.3.2 Pigmentos orgánicos.	23
3.4 Manufactura y/u obtención de pigmentos.	24
3.4.1 Pigmentos inorgánicos naturales.	24
3.4.2 Pigmentos inorgánicos sintéticos.	24
3.4.3 Pigmentos orgánicos naturales.	25
3.4.3.1 Palo de Brasil.	25
3.4.3.2 Cochinilla.	26
3.4.3.3 Indigo.	27

3.4.4 Pigmentos orgánicos sintéticos.	27
3.4.4.1 Materias primas.	28
3.4.4.2 Clasificación de los compuestos orgánicos sintéticos.	29
3.5 Características de los pigmentos	30
CAPITULO 4. PIGMENTOS ESTUDIADOS	32
4.1 Descripción de los pigmentos estudiados	32
4.2 Amarillos de bencidina (C.I. 13)	34
4.2.1 Características del pigmento	35
4.2.2 Aplicaciones	35
4.3 Ftalocianinas de Cobre (C.I 15:1)	36
4.3.1 Características del pigmento	37
4.3.2 Aplicaciones	38
CAPITULO 5. CARACTERIZACION DE PIGMENTOS	39
5.1 Introducción	39
5.2 Materiales y equipos utilizados en el presente trabajo	40
5.3 Preparación de muestras para MET	41
5.4 Preparación de muestras para MEB	43
5.5 Muestras para análisis térmico	43
5.6 Difracción de rayos X	44
5.7 Forma de partícula	45
5.8 Tamaño de partícula	45
CAPITULO 6. RESULTADOS Y DISCUSION	47
6.1 Introducción	47
6.2 Difracción de Rayos X	48
6.3 Características de los pigmentos	49
6.3.1 Forma de la partícula	52
6.3.2 Tamaño de partícula	53
6.3.3 Histogramas de pigmentos amarillos	55
6.3.4 Histogramas de pigmentos azules	57

6.4 Imágenes obtenidas por MEB	59
6.5 Análisis termogravimétricos	62
CAPITULO 7. CONCLUSIONES	67
CAPITULO 8. RECOMENDACIONES	68
REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS	69
LISTA DE TABLAS	71
LISTA DE FIGURAS	73
RESUMEN AUTOBIOGRAFICO	76



UANL

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN



DIRECCIÓN GENERAL DE BIBLIOTECAS

RESUMEN

Los pigmentos son materiales insolubles en forma de polvo, de tamaño de partícula pequeño y de baja densidad. Estas características imponen la necesidad de pigmentos que tengan una forma física fácil de manejar y al mismo tiempo de dispersar.

En el presente trabajo, se determina la técnica de preparación de muestras para realizar observaciones de partículas individuales de pigmentos mediante Microscopía Electrónica de Transmisión (MET) y Microscopía Electrónica de Barrido (MEB). Además, se analizan las imágenes obtenidas mediante MET y se cuantifica la forma y tamaño de las partícula de estos pigmentos.

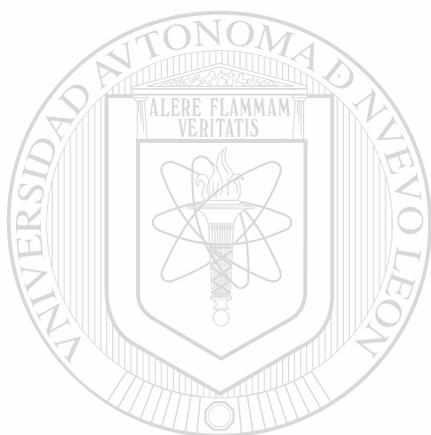
Se estudian tres muestras de amarillos de bencidina y tres azules de ftalocianinas de cobre. Cada muestra se obtuvo de distinto proveedor.

Mediante la realización de difracción de Rayos X se corrobora que las muestras de pigmentos de colores iguales tienen una estructura cristalina igual lo que pudiera indicar que tienen una composición química semejante.

Se obtiene el tamaño de partícula tomando como factor de medición el diámetro de feret máximo y el factor de forma de cada una de las muestras y se comparan los resultados entre colores iguales.

La comparación de estas características entre colores iguales revela que el tamaño de partícula (diámetro de feret máximo) no está relacionado directamente con el la tonalidad del color tanto en los amarillos de bencidina como en las ftalocianinas de cobre y que el factor de forma tampoco esta relacionado con el tono del color en los colores estudiados en este trabajo.

Se presentan además los análisis termogravimétricos (TGA) de las diferentes muestras, los cuales pueden dar un indicador de la resistencia térmica de los pigmentos además del contenido de otras sustancias como aditivos e impurezas.



UANL

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN

®

DIRECCIÓN GENERAL DE BIBLIOTECAS

CAPITULO 1

INTRODUCCION.

El color ha sido utilizado por el hombre como medio de expresión desde sus orígenes para representar sus actividades diarias, de ornato o con fines alegóricos en sus ceremonias rituales. Los primeros colorantes, se extraían directamente de vegetales, minerales y animales, en los cuales se reconocieron propiedades colorantes.

La evolución en la manufactura de los colorantes ha ido a la par del desarrollo de la ciencia y se ha visto acrecentada conforme se requieren productos con colores mas resistentes y de mayor calidad.

Esto ha traído consigo la necesidad de investigar con mayor profundidad y controlar con más precisión tanto los procesos de manufactura como el comportamiento de los pigmentos en las diferentes aplicaciones que involucran su uso. Se han realizado a través del tiempo investigaciones acerca de la estructura química y física de los colorantes y su relación con el color. Estas investigaciones han arrojado resultados sorprendentes sobre todo en el área de la estructura química, ya que se han identificado los compuestos primordiales para la impartición del color, mejor conocidos como Cromóforos y Auxocromos [1].

Con respecto a la estructura física se han publicado un gran número de trabajos en los cuales se manifiesta que tanto la forma como el tamaño de partícula son las características principales a observar en los pigmentos [2], además de indicar que el grado de cristalinidad y/o amorfismo juegan un papel muy importante en las propiedades coloras de los mismos.

Tomando como base las consideraciones arriba mencionadas, el objetivo de esta investigación fue primeramente encontrar una técnica que permitiera observar partículas individuales de pigmentos en el microscopio electrónico de transmisión y derivado de esto estudiar la relación existente entre el tamaño y forma de partícula con el color que presenta el pigmento.

Se utilizó la microscopía electrónica de transmisión y el análisis de imágenes para estudiar principalmente la forma y tamaño de partícula en 3 muestras de amarillos de bencidina y 3 azules de ftalocianinas de cobre, los cuales tienen estructura cristalina igual entre los mismos colores.

A pesar de que la microscopía electrónica y el análisis de imágenes no son técnicas de caracterización nuevas, el uso de éstas en el ámbito de los pigmentos no tiene el mismo uso que tiene en otros materiales, ya que la caracterización de éstos se realiza químicamente.

Por último, se realizan análisis termogravimétricos (TGA) con el fin de estudiar el comportamiento de las muestras a temperaturas elevadas y verificar la existencia de aditivos o impurezas en estas muestras.

CAPITULO 2

CONCEPTOS SOBRE EL COLOR

2.1 Introducción.

La visión a color es tal vez uno de los mayores dones con que la naturaleza a dotado al ser humano. El color a pesar de tener muchas definiciones, se puede describir como el resultado de la modificación física de la luz por los colorantes tal como lo observa el ojo humano [3], es decir, la visión a color es el efecto resultante de la interacción entre la luz y la materia en el ojo de un espectador que posteriormente lo interpretará como una imagen.

DIRECCIÓN GENERAL DE BIBLIOTECAS

La óptica abarca un gran número de tópicos. Entre ellos resaltan los siguientes:

- Los colorantes, que son sustancias que se conocen comúnmente en la forma de tintes y pigmentos, las cuales se utilizan en los procesos de coloración de materiales.
- La coloración, se entiende como el proceso físico de aplicar o incorporar agentes colorantes en materiales tales como: textiles, pinturas, tintas, plásticos y otros.

El contenido del presente capítulo tiene como propósito presentar los antecedentes de los efectos y relaciones resultantes de la interacción entre el espectro electromagnético y la materia; también se describirán brevemente las relaciones entre la estructura química y física con respecto al color.

2.2 Naturaleza de la luz y fuentes luminosas.

La luz es una radiación electromagnética que atraviesa el espacio con un movimiento ondulatorio. La velocidad de la luz , c , (3×10^{10} cm./seg.) es igual al producto de la frecuencia, ν , por la longitud de onda λ .

$$c = \nu \times \lambda \quad (1)$$

La frecuencia es el número de oscilaciones por unidad de tiempo (figura 1) mientras que la longitud de onda es la distancia entre dos puntos correspondientes de la onda ya sea de cresta a cresta o de valle a valle (figura 2).

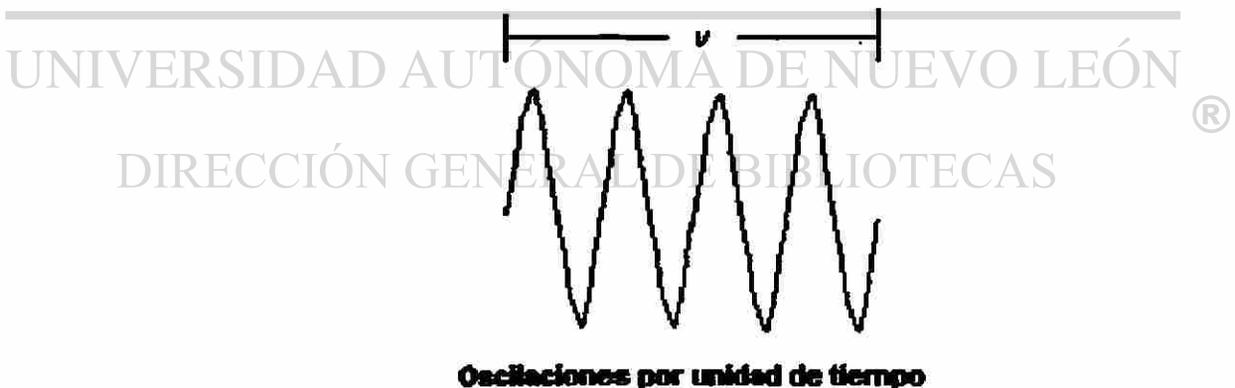


Figura 1. Representación esquemática de la frecuencia.

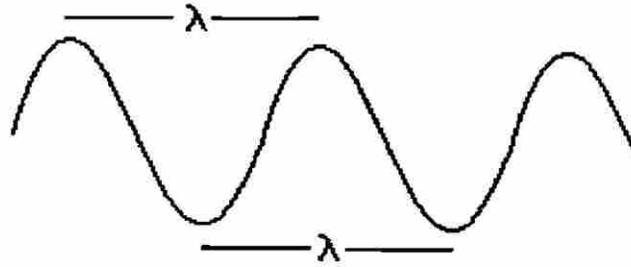
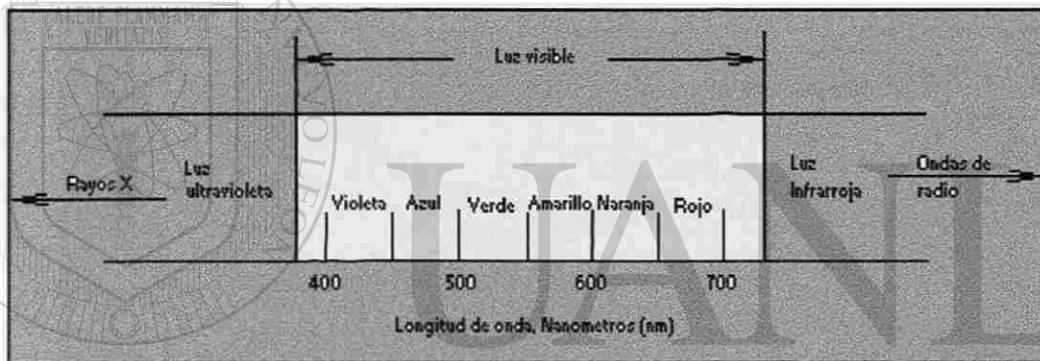


Figura 2. Representación esquemática de la longitud de onda.

La luz visible forma parte del espectro electromagnético el cual incluye a otro tipo de ondas tales como: de radio, rayos X, microondas, ultravioleta, infrarrojo, etc. tal como se observa en la figura 3.



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN

Figura 3. Ubicación del espectro visible dentro del espectro electromagnético y su relación con las otras clases de radiación (no a escala).

El término luz visible involucra un intervalo de longitudes de onda que van desde aproximadamente los 380 nm. hasta los 750 nm. Los diferentes colores que se pueden observar corresponden a diferentes longitudes de onda del espectro visible. Por ejemplo, el azul tiene una longitud de onda por debajo de los 480 nm, el verde entre 480 y 560 nm, el amarillo entre 560 y 590 nm, el naranja entre 590 y 630 nm, mientras el rojo posee mayores a 630 nm.

Sir Isaac Newton (1642 - 1727) demostró en 1667, que la luz blanca está compuesta de todas las longitudes de onda visibles, esto lo logró con el uso de un prisma como medio de dispersión (figura 4). Muchos de los objetos que conocemos como fuentes luminosas emiten luz blanca o casi blanca como son: el sol, los filamentos metálicos calientes de las bombillas y las lamparas fluorescentes entre otras. Por otro lado, muchas lamparas de arco tales como las de Mercurio, Neón y Sodio, no emiten luz en todas las longitudes de onda sino solamente en algunas líneas características del material.

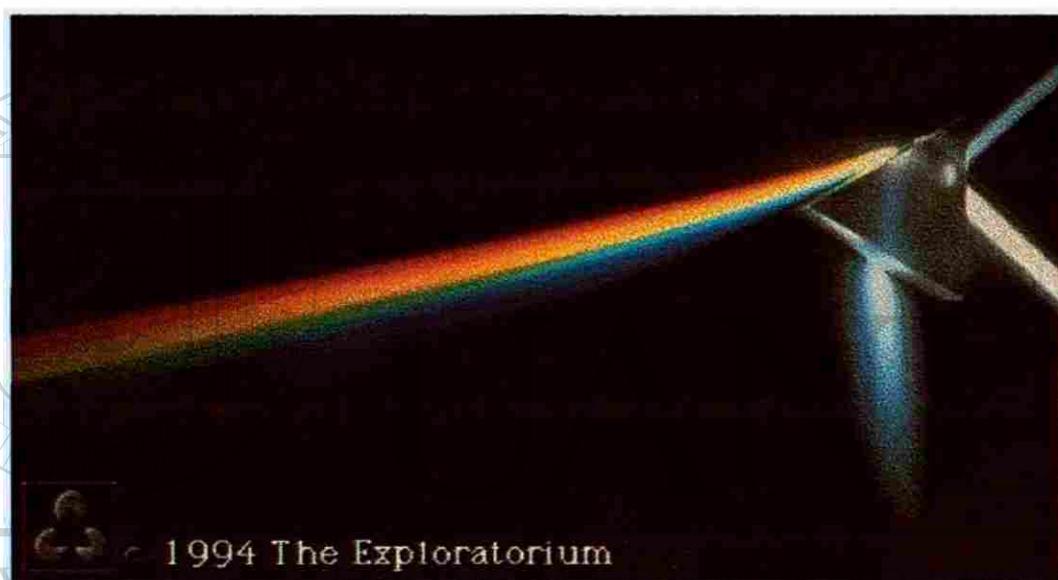


Figura 4.- La luz blanca se compone de diferentes ondas electromagnéticas, tal como lo demostró Sir. Isaac Newton en su experimento con el prisma [4].

Otro grupo de fuentes luminosas son los llamados cuerpos negros, que deben su nombre a la propiedad absorber toda la radiación que reciben e irradiar mas radiación térmica en todos los intervalos de longitud de onda que cualquier otra masa de la misma área y temperatura [5]. Cuando estos cuerpos se calientan (por lo general a altas temperaturas) brillan como metales, pasando primero de un rojo tenue (similar al de un horno eléctrico) hasta llegar progresivamente a un tono brillante y blanco como el de los filamentos incandescentes de las bombillas.

Un ejemplo de un cuerpo negro, sería el de una cavidad esférica con una pequeña abertura en su superficie en donde su pared se conserva a una temperatura uniforme (figura 5).

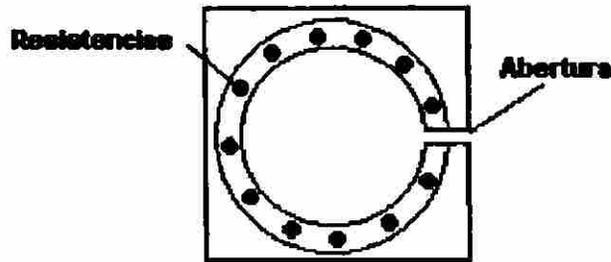


Figura 5. Diagrama de un cuerpo negro de cavidad esférica

2.3 Modificación de la luz por los materiales.

Cuando la luz incide sobre un material puede ocurrir lo siguiente:

Transmisión.- La luz pasa a través de la materia sin experimentar ninguna modificación; es decir el objeto es transparente a ésta.

Reflexión.- No toda la luz es transmitida ya que una pequeña cantidad de ésta se reflejada por las superficies del objeto sobre las cuales incide. La reflexión, tal como se observa en la figura 6, se debe a la diferencia del índice de refracción aire-material, la cual mide la desviación en la trayectoria de la luz al contacto con el material.

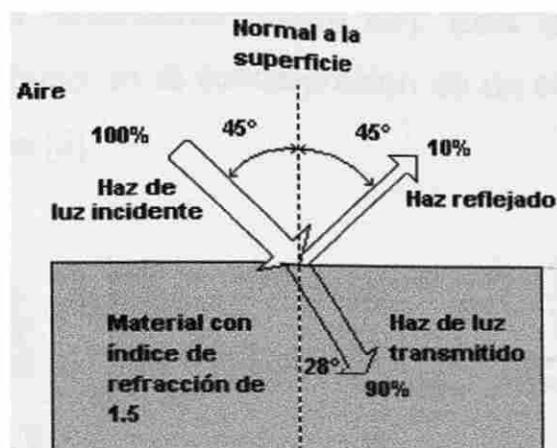


Figura 6. Modificación de un haz de luz por el índice de refracción.

Absorción.- Además de transmitirse o reflejarse, la luz puede ser absorbida y transformarse en calor al interactuar con la materia. Cuando la luz se absorbe parcialmente en un material, éste puede colorearse o no, tal como se observa en la figura 7.

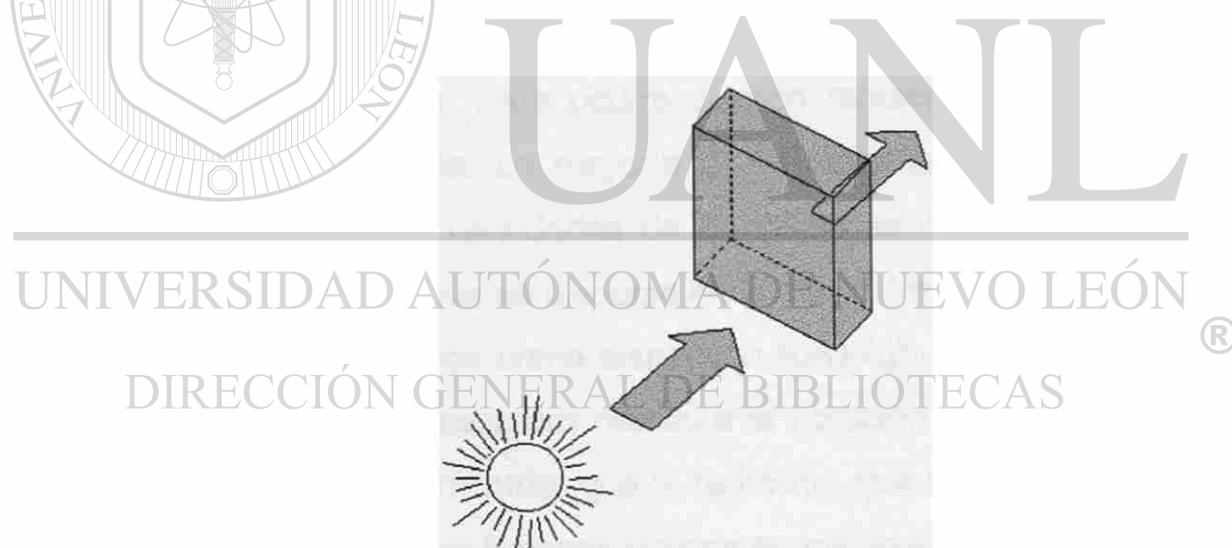


Figura 7. Absorción de la luz por un material

La ley fundamental de la absorción de la luz es la ley de Lambert , la cual enuncia que montos iguales de absorción de luz monocromática resultarán del paso de ésta a través de materiales con el mismo espesor (figura 8a). Una segunda ley de absorción es la ley de Beer, la cual dice que iguales montos de absorción resultarán del paso de la luz monocromática a través de mismas

cantidades de material absorbente (figura 8b). Esta ley es muy importante cuando se explica el efecto de la concentración de un colorante en el color de un material transparente [3].

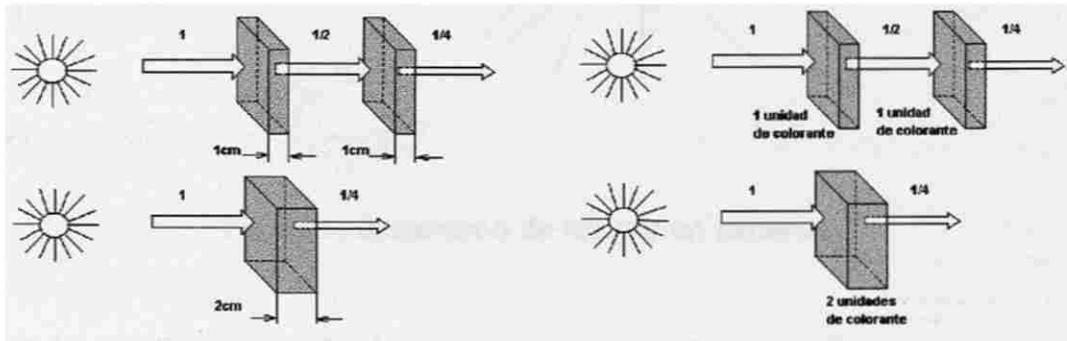


Figura 8a. La ley de Lambert establece que espesores iguales de material causarían cantidades iguales de absorción. **8b** La ley de Beer establece que cantidades iguales de material causarían cantidades iguales de absorción.

Dispersión.- Por último, otro fenómeno que ocurre por la interacción de la luz y la materia es la dispersión. Esta ocurre cuando radiación electromagnética pasa a través de la materia. La mayoría de la radiación continuará con su trayectoria pero pequeñas cantidades de la misma se dispersarán en otras direcciones. La radiación que se dispersa en la misma longitud de onda que la radiación incidente se conoce como dispersión Rayleigh. La radiación que es dispersada en sólidos transparentes debido a la vibración (fonones) se conoce como dispersión Brillouin, mientras que la radiación que se dispersa debido a la vibración molecular o a los fonones ópticos en materiales sólidos se conoce como dispersión Raman. Un ejemplo sencillo de la dispersión se observa en la figura 9. El efecto de dispersión es común e importante. La dispersión de la luz por moléculas de aire es lo que le da el tono azul a la bóveda celeste, la dispersión por partículas de mayor tamaño es lo que da la sensación de blancura a las nubes, humos y a la gran mayoría de pigmentos blancos.

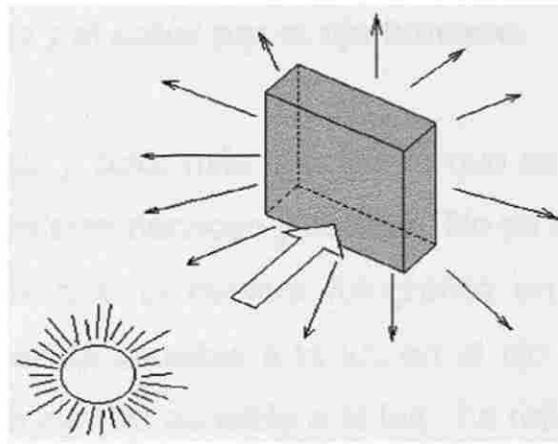


Figura 9. Dispersión de luz por un material .

Cabe indicar que la luz causa dispersión cuando golpea partículas pequeñas que tienen índice de refracción diferente al del material que las rodea. La cantidad de luz que se dispersará dependerá fuertemente de la diferencia entre índices de refracción entre los dos materiales. La cantidad de luz dispersada también dependerá del tamaño de las partículas dispersantes; partículas muy pequeñas dispersarán poco. La dispersión de la luz aumentará conforme se incremente el tamaño de partícula hasta un punto en el cual el tamaño de partícula sea casi del mismo tamaño que la longitud de onda incidente, para después decrecer al tener partículas más grandes tal como se observa en la figura 10.

DIRECCIÓN GENERAL DE BIBLIOTECAS

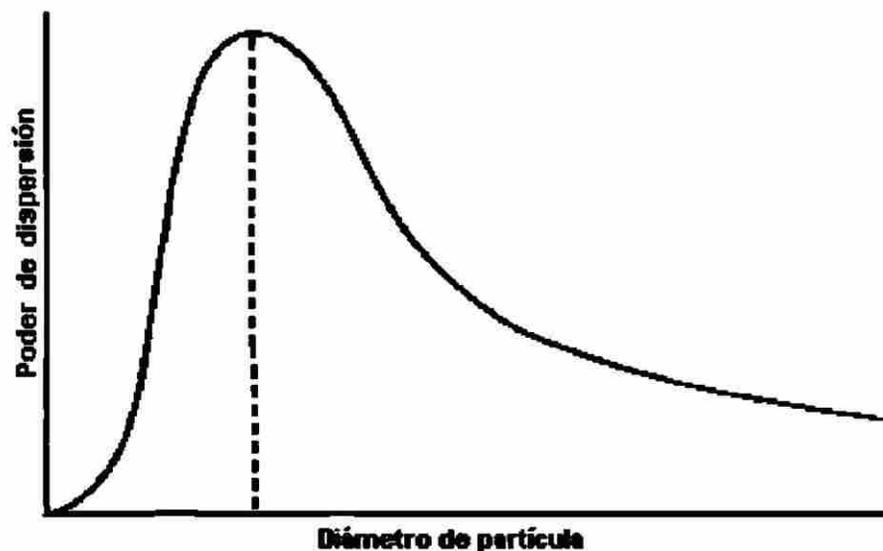


Figura 10. La dispersión como una función del tamaño en un pigmento típico [3].

2.4 Detección de la luz y el color por el ojo humano.

El detector de luz y color más importante que se conoce es el sistema que comprende ojos, sistema nervioso y cerebro. No se sabe con certeza como funciona, pero al igual que la cámara fotográfica en donde la imagen se imprime sobre una película sensible a la luz en el ojo humano la imagen se forma sobre la retina la cual es sensible a la luz. La retina es también el lugar donde se encuentran varios tipos de detectores de luz llamados conos y bastones debido a la forma que presentan.

Los bastones son los que permiten la visión en condiciones de baja iluminación, pero no ayudan a la visión a colores.

Comúnmente, se acepta la existencia de tres tipos de conos receptores en la retina; respondiendo cada uno de ellos de manera distinta a la luz en sus diferentes longitudes de onda. Es decir poseen curvas de respuesta espectral diferentes. Esto es lo que permite al ojo la capacidad de percibir el color. Los conos se concentran mayormente en la región central de la retina, la cual es llamada fovea y se encuentra libre de bastones. Un esquema del ojo humano puede observarse en la figura 11.

Existen deficiencias en la percepción del color, siendo la más común de ellas el no distinguir entre el rojo y el verde. Esto puede resultar de la falta de algún tipo de cono, defecto en el ojo o sistema nervioso entre el ojo y el cerebro.

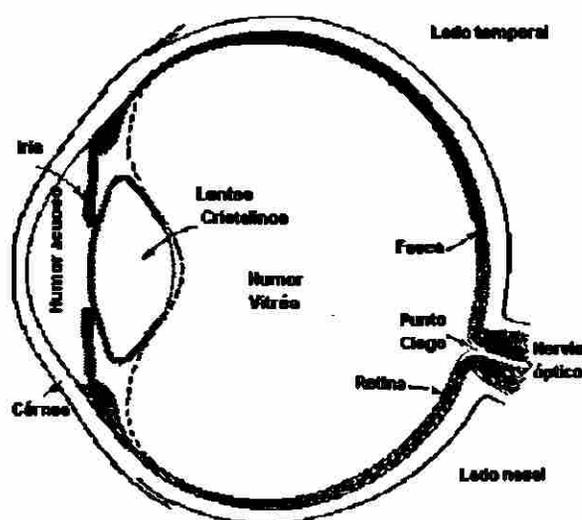


Figura 11. Esquema del ojo humano donde se aprecian los componentes que influyen en la visión a color.

2.5 El color y la estructura química.

La determinación del origen del color en los tintes y pigmentos ha ocasionado una gran cantidad de trabajo tanto a químicos como físicos. Las primeras investigaciones científicas realizadas para determinar la fuente del color se centraba solamente en el estudio del color visible el cual es una pequeña porción del amplio espectro electromagnético; el enfoque bajo el cual se llevaron a cabo estos estudios marcó una gran diferencia entre los compuestos coloros e incoloros.

Por algún tiempo se creyó que la posición de las bandas de absorción correspondía con la presencia de varios grupos en las moléculas y se utilizó la comparación de espectros de absorción para determinar la composición molecular.

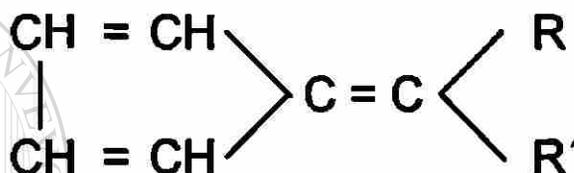
Uno de los primeros estudios que intentaba relacionar la estructura química y el color fue realizada por Graebe y Liebermann en 1868. Ellos observaron que muchos de los compuestos coloros que estudiaban y que no

contenían grupos aromáticos poseían cadenas conjugadas de enlaces dobles y sencillos conjugados como los que se muestran en la tabla I.

Tabla I.- Algunos compuestos con cadenas conjugadas de enlaces dobles y sencillos conjugados.

<i>Glyoxal</i>	$O = CH - CH = O$
<i>Diacetil</i>	$O = C(CH_3) - (CH_3) C = O$
<i>Acido tetraetílico</i>	$CH_3(CH=CH)_4 - COOH$

Los Fulvenos son también un buen ejemplo de hidrocarburos conjugados coloros:



Naranja a rojo profundo

En 1876, O.N Witt, presentó una interpretación del trabajo realizado por Graebe y Liebermann, éste trabajo realmente cimentó un verdadero progreso en el estudio del color relacionado con la estructura química.

Witt concluyó que ciertos grupos o arreglos de átomos dentro de la molécula y que absorben energía en la región visible del espectro, son los responsables del color en un compuesto [6]. El llamó a estos grupos Cromóforos (del griego chroma: color; phoros: portador).

Existen dos tipos de Cromóforos. Con el primer tipo de ellos llamado Cromóforos fuertes (tabla II), basta la presencia de uno de ellos en la molécula para que ésta sea colora; mientras que con el segundo tipo llamados débiles (tabla III) producen color solamente cuando se encuentran varios de ellos en la molécula.

Tabla II.- Cromóforos fuertes

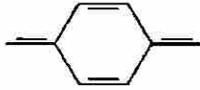
Nombre	Cromóforos
□ Quinoide	□ 
Azo	- N = N -
Nitroso	- N = O

Tabla III.- Cromóforos Débiles

Nombre	Cromóforos
Doble enlace Carbono-Carbono	>C=C<
Compuestos Nitro	-NO ₂
Aldehídos, cetonas, ésteres	>C=O

Entre los trabajos de Witt se encuentra también el reconocimiento de ciertos grupos que por si solos no producen color en una molécula, pero, cuando se encuentran en combinación con un Cromóforo cambian el color o la tonalidad del mismo. Estos grupos son llamados Auxocromos (del griego auxo: aumentar).

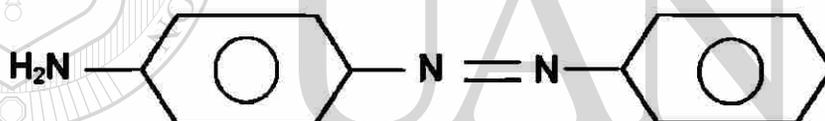
Los Auxocromo se definen como grupos capaces de donar electrones de pares no compartidos, mediante un mecanismo de resonancia al sistema insaturado del Cromóforo [1]. Algunos Auxocromos se listan en la tabla IV.

Tabla IV.- Auxocromos

Nombre	Auxocromo
Hidroxilo	- OH
Amina Primaria	- NH ₂
Amina Secundaria	-NHR
Amina Terciaria	-NR ₂
Sulfónico	-SO ₃ H
Carboxilo	- COOH

Una molécula que no contenga un Auxocromo recibe el nombre de Cromógeno.

Un ejemplo donde se observan los grupos explicados con anterioridad se observa en el Aminoazobenceno:

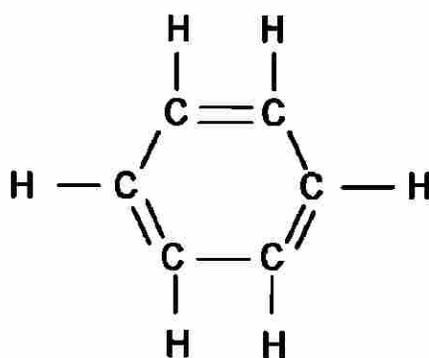


donde se encuentra el Cromóforo - N = N - conocido como el grupo azo, el Cromógeno y el Auxocromo NH₂.

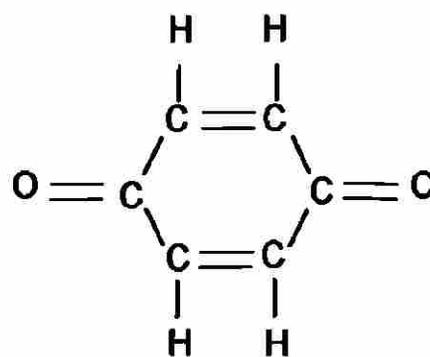
Continuando con los antecedentes del porque la existencia del color en la materia, surge el estudio de las quinonas, las cuales son un tipo muy especial de cetonas α - β instaurada, las cuales tienen una estructura de dicetona cíclica y son coloreadas debido a su extensa conjugación. Se conocen las *orto* y *para* quinonas; las meta - quinonas no existen.

El hecho es que en muchos casos la transformación de un bencenoide a algún tipo de estructura quinónica es acompañado de una súbita aparición de color.

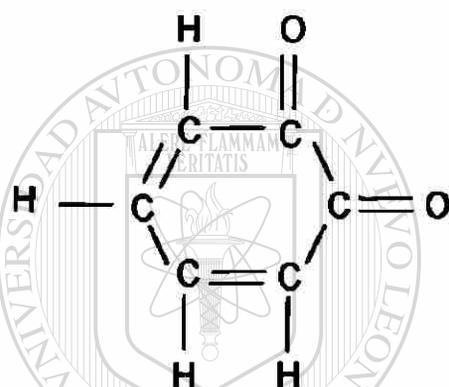
Por ejemplo:



El Benceno es incoloro



La *para* - quinona es amarilla



y la forma estable de *orto*- quinona es roja.

De acuerdo a lo anterior, se observa que muchos de los grupos típicos de pigmentos pueden formarse de acuerdo con la estructura quinónica como se muestra en la tabla V.

Tabla V.- Algunos grupos de pigmentos que pueden formarse a partir de la estructura quinónica

Nitro	Antraquinonas
Difenil-metano	Azina
Trifenil-metano	Quinolina
Xanteno	Acridina

2.6 El color y la estructura física.

El estudio de la estructura física de los pigmentos orgánicos es muy singular, ya que los cristales que se forman por fenómenos de nucleación y crecimiento tienen influencia sobre las ondas electromagnéticas (incluyendo la luz) que inciden de sobre ellos y que aparte de producir fenómenos de absorción también producen efectos de dispersión y reflexión; el resultado de esta serie de fenómenos traerá como consecuencias en las cambios en las características del color en los pigmentos.

Se han llevado a cabo diversos estudios para conocer los efectos que ejerce la estructura física sobre las características de los pigmentos. Estos por lo general se realizan comparando las características de dos o más pigmentos de igual composición química incorporados en un vehículo oleaginoso. Como resultado de estos estudios se ha encontrado que las características en estos pigmentos pueden diferir al compararse entre sí.

Otro punto que merece consideración dentro del estudio de la estructura físicas de los pigmentos, es el hecho de que los cristales poseen diferentes ejes o planos de simetría, los cuales en el caso de algunos colorantes tienden a producir diferentes colores en un mismo cristal según sea el plano (cara) que se observe [2].

CAPITULO 3

LOS PIGMENTOS

3.1 Introducción

Pigmento se puede definir como la forma más simple de cualquier sustancia que sea insoluble en el vehículo en el cual se incorpora ya sea para hacer pinturas, barnices, tintas o cualquier otra composición cobertora. Su etimología proviene del sustantivo Latín *pigmentum*, que proviene de la raíz *pingere*, la cual significa pintar [7].

Comercialmente, la presentación de los pigmentos tanto orgánicos como inorgánicos es en forma de polvos. Está bien establecido que las partículas presentes en estos polvos se encuentran en forma de agregados los cuales se forman de partículas individuales y aglomeradas de tal forma que se comporta como una sola partícula compuesta [8].

El presente capítulo está dedicado a dar una visión general de lo que involucra el término pigmento tal como es su historia, características y propiedades, clasificación, obtención y su aplicación.

3.2 Reseña histórica.

El origen de los pigmentos como medio colorante, se pierde en lo más remoto de la historia, su descubrimiento ocurre cuando los primeros habitantes del planeta utilizan materiales de su uso diario tales como tierra, arcillas, semillas, flores e inclusive colores extraídos de animales como colorantes para decorar y registrar su modo de vida.

Otro tipo de colorantes un poco menos disponible que la tierra y los vegetales, fueron los colores minerales de metales pesados. A pesar de eso, estos colores fueron bien conocidos por los antiguos y utilizados para pigmentar. Entre los minerales de donde se obtenían estos colores se encuentran la Malaquita, Azurita, Cinabrio, Rejalgar (Sandárac), Oropimente y Lazulita.

Conforme avanzó la civilización, surgieron nuevos adelantos y desarrollos en el ámbito de los pigmentos y para el año 1500 A.C. los egipcios habían desarrollado una gran cantidad de colores. En América se desarrolló también ampliamente la cultura del color, la cual puede apreciarse tanto en las grandes manifestaciones arquitectónicas como de cerámica y textiles que se encuentran en los vestigios arqueológicos legados por estas civilizaciones.

Durante mucho tiempo los materiales para pigmentos se mantuvieron sin cambio. Durante el renacimiento, se utilizaban todavía muchos pigmentos vegetales tales como los provenientes del palo de brasil, cártamo, girasol y glasto.

El principio del siglo XVIII, marca el comienzo de la era de los pigmentos sintéticos. Fue en 1704 cuando Diesbach [9] en Alemania descubre el azul Prusia que actualmente se continua fabricando. Este es el primer

pigmento, del cual se tiene registrada la fecha de descubrimiento y los pormenores del mismo. A partir de entonces las fechas y procedimientos de descubrimientos de pigmentos se encuentran disponibles en los registros de las publicaciones científicas.

La época de los pigmentos orgánicos comienza en 1856 cuando William Perkin anuncia en Inglaterra la presentación del primer pigmento sintético, el color de malva.

3.3 Clasificación de los pigmentos.

Los pigmentos por su origen pueden clasificarse como orgánicos e inorgánicos. Esto puede observarse fácilmente en la figura 12.

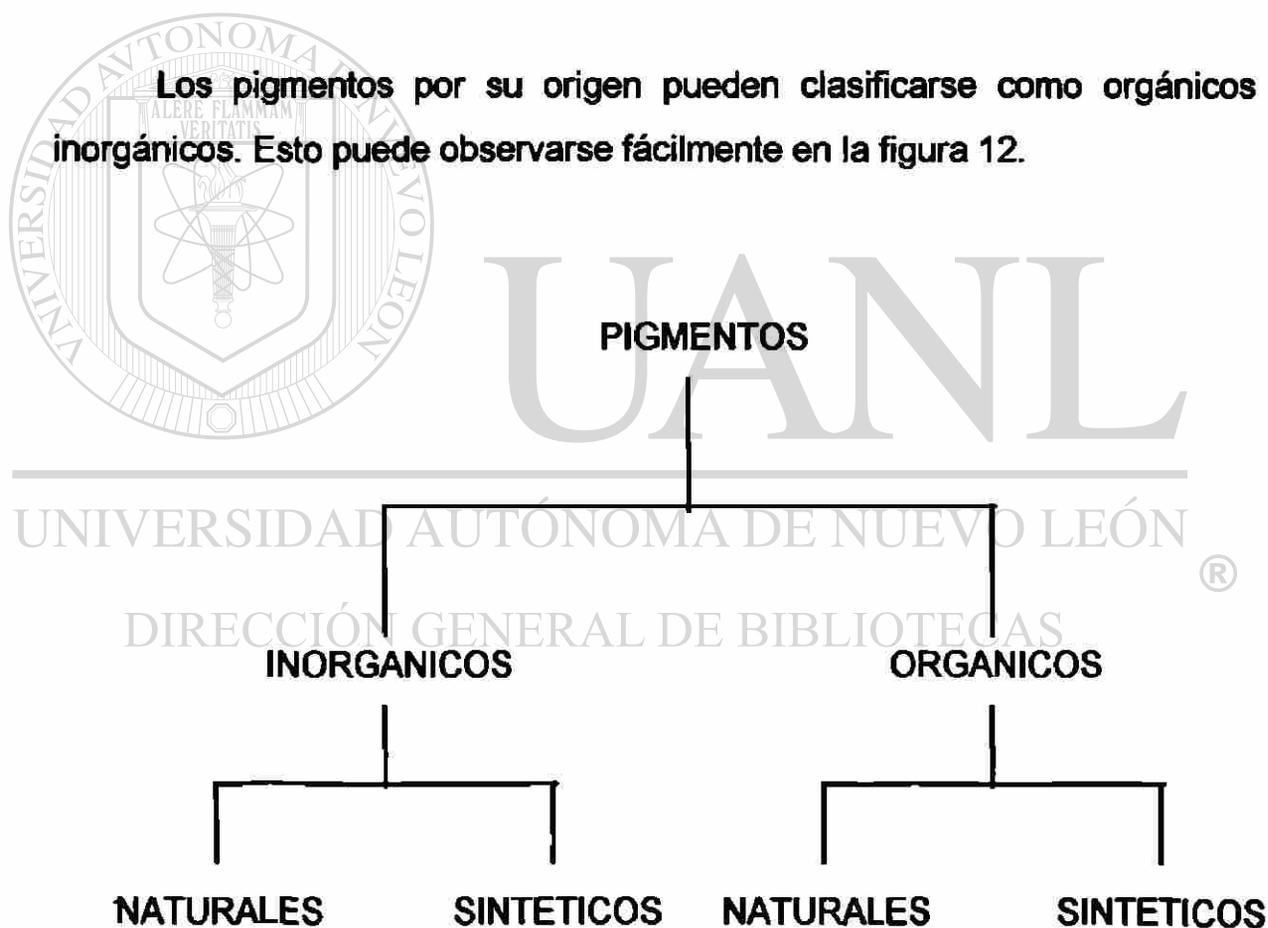


Figura 12.- Clasificación de los pigmentos según su origen [10].

3.3.1 Pigmentos Inorgánicos

Pueden dividirse en naturales y sintéticos.

Al primer subgrupo pertenecen aquellas sustancias colorantes que se obtienen directamente de la naturaleza; éstas son en general óxidos, sales y sulfuros que existen bajo diversas formas en la corteza terrestre. Para su obtención, requieren procesos simples tales como la calcinación y molienda.

Al segundo subgrupo (pigmentos inorgánicos sintéticos) pertenecen algunos compuestos químicos bien definidos, por ejemplo el Blanco de Zinc o bien mezclas de compuestos tales como el Amarillos de Cromo que se obtienen por procesos químicos.

Los pigmentos inorgánicos sintéticos se obtienen en la mayoría de los casos por los tipos procesos químicos llamados por vía seca o húmeda. El primer proceso queda limitado a ciertos pigmentos como son: óxido de hierro, blanco de Zinc y negro de humo entre otros. El proceso de vía húmeda es el más empleado y se basa en reacciones de precipitación.

3.3.2 Pigmentos Orgánicos

Al igual que los pigmentos inorgánicos se subdividen en naturales y sintéticos.

Los pigmentos orgánicos naturales son aquellos que se obtienen directamente de vegetales y animales. Tal es el caso del palo de campeche, la cochinilla y otros.

Por su parte los pigmentos orgánicos sintéticos son aquellos que se obtienen por procesos químicos y en su mayoría se derivan de fenoles, anilina, antracenos y otros.

3.4 Manufactura y/u obtención de pigmentos

3.4.1 Pigmentos inorgánicos naturales.- Se obtienen de yacimientos que contienen el mineral colorante. La manufactura de este tipo de pigmentos es relativamente sencilla ya que se pueden calcinar o después de ser desecados se trituran, ciernen, pulverizan, para posteriormente lavarse, secarse y volverse a pulverizar.

3.4.2 Pigmentos inorgánicos sintéticos.- Éstos se obtienen por procesos químicos que involucran la precipitación de compuestos.

La precipitación en el proceso de preparación de pigmentos se lleva a cabo de diferentes maneras; una de ellas es obtener un material insoluble de la mezcla de dos soluciones que contengan una sal soluble en agua; por ejemplo si una solución de Nitrato de Plomo y Cromato de Sodio se mezclan un Amarillo de Cromato de Plomo precipitará de acuerdo a:



Otra forma de obtenerlo sería con la presencia durante la precipitación de una base insoluble tal como la Barita, dando como resultado la formación de partículas de la base. A este tipo de pigmentos se les conoce como reducidos y su poder de coloración dependerá de la cantidad de base presente.

Una tercer forma de obtener pigmentos es la co-precipitación. Ésta se lleva a cabo cuando en una solución se encuentra mas de una sal metálica. Por ejemplo el Cromo limón se obtiene de:



La precipitación de los compuestos dependerá de la concentración, temperatura y de otras variables durante la reacción.

3.4.3 Pigmentos orgánicos naturales

Estos pigmentos son los que se obtienen directamente de los colores orgánicos naturales y son conocidos desde la antigüedad. A continuación se describen algunos de los más importantes.

3.4.3.1 Palo de Brasil.- Es un rojo natural que se obtiene del árbol *Caesalpinia brasiliensis*. Fue conocido como de "Brasil" muchos siglos antes del descubrimiento de este país. El término Palo de Brasil proviene de la palabra brasa, que significa "brillante como el fuego".

DIRECCIÓN GENERAL DE BIBLIOTECAS

La extracción del pigmento del palo de brasil, se realizaba hirviendo los trozos de madera finamente cortados en agua y concentrando el licor al vacío. El compuesto colorante es el brazilin, $\text{C}_{16}\text{H}_{14}\text{O}_5$. La estructura propuesta para el brazilin puede observarse en la figura 13.

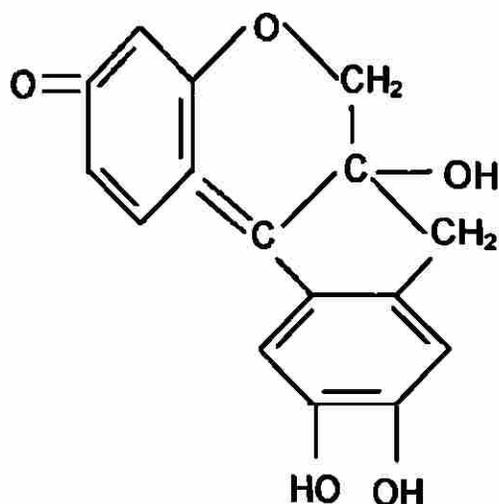


Figura 13. - Estructura tipo quinónica propuesta para el brazilin.

3.4.3.2 Cochinilla. - Es un colorante natural, que se obtiene del cuerpo seco de la hembra del insecto, *Coccus cacti*, que habita principalmente en México, Centro y Sudamérica. Este colorante fue introducido a Europa después de la conquista de México en 1523.

El colorante principal del extracto de la cochinilla es el ácido carmínico, $C_{22}H_{20}O_{13}$, el cual tiene la estructura que se muestra en la figura 14.

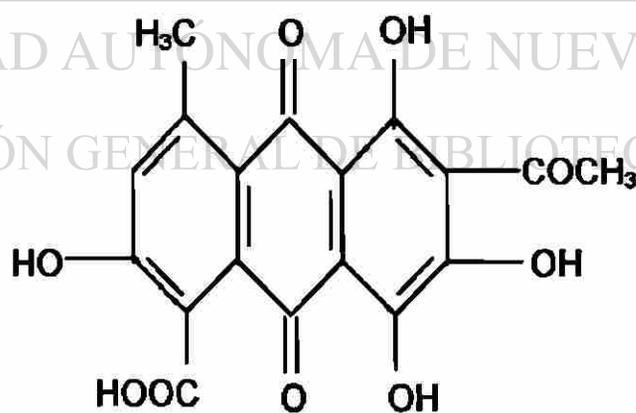


Figura 14.- Estructura aceptada para el ácido carmínico.

3.4.3.3 Indigo.- Se extrae de las plantas Indigoferas (*Papilionatae*), originarias del este asiático y también se puede encontrar en Filipinas, Centro América, Brasil y Java.

Para su obtención, la planta recién cortada es macerada, empacada en grandes tanques y dejada fermentar. Durante este proceso la glucosa es hidrolizada a índigo y azúcar. el precipitado es cribado y secado en pastas.

La estructura química del índigo se muestra en la figura 15.

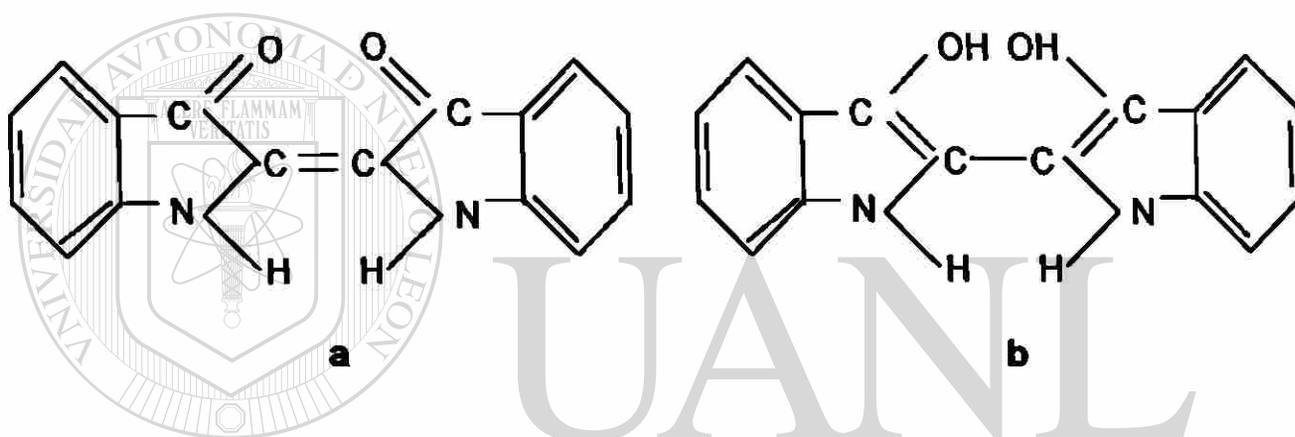


Figura15. - (a) Forma colora (azul) del índigo . (b) forma incolora del mismo.

3.4.4 Pigmentos orgánicos sintéticos

El término pigmento orgánico sintético, se aplica a aquellas sustancias colorantes que han sido manufacturadas a partir de materias primas básica y de productos intermedios, mediante la construcción de estructuras responsables del color [2].

Básicamente existen tres métodos generales por medio de los cuales pueden manufacturarse los pigmentos orgánicos:

1.- Por medio del tratamientos a materias primas o a productos intermedios de tal manera que se convierten en productos colorantes insoluble.

2.- Por medio de la combinación de 2 ó más productos intermedios de tal modo que forman un compuesto colorante insoluble.

3.- Por la formación de un pigmento insoluble a partir de un colorante previamente obtenido de uno o mas productos intermedios.

La mayor parte de los pigmentos orgánicos sintéticos se obtienen por medio del segundo y tercer método.

3.4.4.1 Materias Primas

Las principales materias primas fundamentales en la manufactura de los pigmentos orgánicos se listan en la tabla VII:

— Un número considerable de materiales inorgánicos son esenciales para la manufactura de pigmentos orgánicos sintéticos. Entre estos se encuentran ácidos, álcalis, nitruros, metales y sales entre otras.

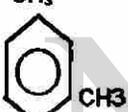
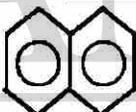
Como se menciona anteriormente, para la manufactura de los pigmentos orgánicos sintéticos se usan productos intermedios los cuales son compuestos químicos generalmente incoloros salvo excepciones, derivados de las materias primas y convertidos en colorantes o en otros intermedios por medio de tratamientos químicos.

Las principales reacciones de intermediación son:

- Nitruración.
- Reducción de Amino - Compuestos.

- Reducción Hierro – Ácido.
- Reducción Estaño – Ácido.
- Reducción alcalina del Zinc.
- Reducción alcalina del Sulfato y Polisulfato.
- Halogenación de Compuestos.

Tabla VI.- Materias primas fundamentales en la manufactura de pigmentos orgánicos

Benceno	
Tolueno	CH_3 
Xileno	CH_3  CH_3
Naftaleno	
Antraceno	

3.4.4.2 Clasificación de los pigmentos orgánicos sintéticos

Una clasificación completa de los pigmentos orgánicos, se puede observar en la tabla VII.

3.5 Características de los pigmentos

El valor comercial o artístico de los pigmentos, depende de las propiedades físicas, químicas y del color que estos posean ya sea solos o incorporados en algún medio.

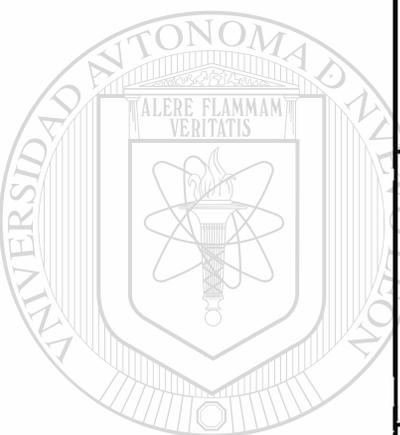
Entre las características que mayor importancia tienen en los pigmentos, sobresalen las siguientes:

Fineza.- Es el valor que indica si la desintegración (molienda) de la masa de producto se ha llevado bajo condiciones normales. La fineza de una muestra de pigmento previamente pesada se obtiene cribando el material a través de tamices de tamaño de malla número 80, 100 y 200 para posteriormente pesar la cantidad de material retenido en cada una [11].

Textura.- Se refiere a la facilidad de incorporación del pigmento en un barniz o vehículo [12]. Una textura buena o suave indica que el pigmento es fácilmente separado y dispersado con un equipo convencional, mientras que una textura mala o dura indica que se requiere de mayor trabajo para incorporar un pigmento en un vehículo determinado . Aunque la textura no es término bien definido, se considera como una propiedad física y no está directamente asociada con la composición química.

Tabla VII.- Clasificación de los pigmentos orgánicos [2]

Pigmentos colorantes	Amarillo Hansa Benzidina	Anaranjado Dinitroanilina o-Nitroanilina	Rojos Toluidina Rojos brillante	Marrón Toluidina Indantreno	Verde	Azul	Púrpura
Pigmentos tipo sal Sales metálicas de colorantes Azo	Tartrazina	Lítil Sodio Dojo de Sodio Lake C Anaranjado Persia	Lítil Rojos Lake C Rojos Lake D Lítil Rubine Litosol 2B Pigmento Escarlata Escarlata Acido	Helio Burdeos Acido Burdeos Azo Burdeos B.O.N. Marrón Lítil Marrón			
Pigmentos tipo sal Sales colorantes de otros colorantes ácidos	Nafтол Quinolina		Phloxin Madder Rodamina B Rodamina 6G	Helio Rápido Rubine	Verde Acido Malaquita Brillante Tioflavina Auramina	Pavoreal Azul álcali Victoria	Violeta Acido Metil violeta
Otros					Ftalocianina verde	Ftalocianina azul	



CAPITULO 4

PIGMENTOS ESTUDIADOS

4.1 Descripción de los pigmentos estudiados

Para la realización de este trabajo, se utilizaron 3 muestras de pigmentos amarillos de bencidina y 3 muestras azules de ftalocianinas de cobre, todas ellas provenientes de distintos proveedores. Los colores que se muestran en las tablas VIII y X son imágenes escaneadas que se obtuvieron aplicando una mezcla de 1gr de pigmento con 20 ml de etilén glicol que posteriormente se aplicó uniformemente sobre una hoja blanca.

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN

El color de las imágenes escaneadas se analizó con la utilería Photoshop y los resultados obtenido se muestran en las tablas X y XII.

Tabla VIII.- Tonos de los colores amarillos utilizados en el presente trabajo

	AM1
	AM2
	AM3

Tabla IX. - Análisis del color de las muestras de amarillos de bencidina

MUESTRA/COLOR	ROJO	VERDE	AZUL
AM1	Promedio: 255 Desv. Std. : 0.00	Promedio: 241.13 Desv. Std. : 5.68	Promedio: 0.08 Desv. Std. : 0.00
AM2	Promedio: 255 Desv. Std. : 0.07	Promedio: 222.80 Desv. Std. : 7.03	Promedio: 0.08 Desv. Std. : 2.58
AM3	Promedio: 254.89 Desv. Std. : 0.73	Promedio: 220.20 Desv. Std. : 5.61	Promedio: 0.08 Desv. Std. : 1.68

Tabla X.- Tonos de los colores azules utilizados en el presente trabajo

	AZ1
	AZ2
	AZ3

Tabla XI. - Análisis del color de las muestras azules de ftalocianinas de cobre

MUESTRA/COLOR	ROJO	VERDE	AZUL
AZ1	Promedio: 49.13 Desv. Std. : 9.04	Promedio: 46.85 Desv. Std. : 14.23	Promedio: 131.97 Desv. Std. : 14.38
AZ2	Promedio: 43.97 Desv. Std. : 9.77	Promedio: 42.67 Desv. Std. : 15.41	Promedio: 129.00 Desv. Std. : 14.82
AZ3	Promedio: 47.29 Desv. Std. : 7.98	Promedio: 47.98 Desv. Std. : 16.9	Promedio: 124.29 Desv. Std. : 15.31

Como se observa en la tabla VIII, el color que presentan AM2 y AM3 es prácticamente igual y esto se corrobora comparando los resultados de la tabla X en donde la aportación del color verde en AM2 y AM3 presenta una variación del promedio de 2.6 píxeles mientras que AM1 la variación es superior a 19.63 píxeles en promedio comparado contra AM2 y AM3 lo que si representa una diferencia considerable en el color que se percibe de esta muestra.

En el caso de los pigmentos azules, en la tabla IX se observa que estos colores son prácticamente iguales y esto se corrobora en la tabla XI en donde se observan solamente ligeras variaciones en el contenido de rojo, verde y azul.

4.2 Amarillos de bencidina (C.I 13)

Los amarillos de bencidina son pigmentos que se obtienen por el acoplamiento de compuestos tetrazo derivados de la bencidina y acetoacetanilida y sus derivados. Este tipo de pigmento es muy importante comercialmente debido a su gran poder de coloración, su tono claro y brillante además de su resistencia a la luz. El amarillo más importantes de este tipo, se manufactura del acoplamiento de *o,o'* diclorobencidina y la acetoacetanilida. Esta reacción puede llevarse a cabo tanto en una solución ácida como alcalina. En cualquiera de los casos la solución reaccionara con la *o,o'* diclorobencidina en donde formará una sal diazo la cual al acoplarse con la acetoacetanilida formara el amarillo de bencidina. La estructura del amarillo de bencidina se muestra en la figura 16.

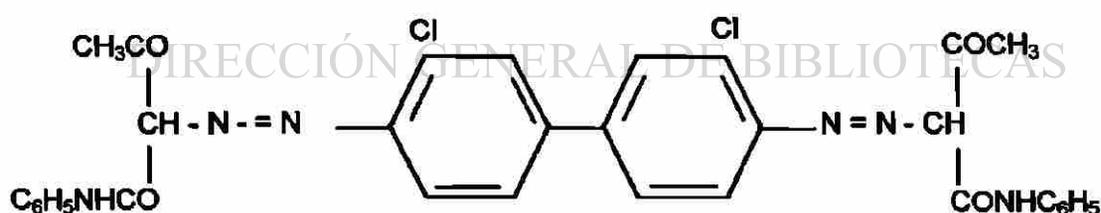


Figura 16. Estructura del amarillo de bencidina

4.2.1 Características del pigmento

A continuación se listan algunas de las características más importantes de este pigmento [13].

Densidad	1.44 g/ml.
Densidad aparente	0.32 g/ml.
Absorción de aceite	55 gr/100 gr. de pigmento
Resistencia a la luz	Tono lleno 7 - 8
	Tono reducido 1:10 4
Valor pH en solución	7
Resistencia a solventes (Escala 1 – 5)	
Agua	5
Etanol	5
Metil – etil – cetona	4
Xileno	1
Acetona	5
Resistencia ácido – base (Escala 1-5)	
Solución al 2% HCl	5
Solución al 2% NaOH	5

DIRECCIÓN GENERAL DE BIBLIOTECAS

4.2.2 Aplicaciones

Su uso se concentra principalmente en las artes gráficas. También se usa como pigmento para el caucho y en algunas pinturas [13].

4.3 Ftalocianinas de Cobre (C.I 15:1)

Las ftalocianinas fueron descubiertas durante la preparación de ftalamida por Diesbach y Von der Weid como una sustancia azul insoluble, la cual identificaron como una sal metálica compleja de di-nitrilos aromáticos con cobre y piridina.

Existen 4 tipos de ftalocianinas, de las cuales la de mayor importancia es la ftalocianina de cobre tanto por su éxito comercial como por su facilidad de sintetizar, además de que posee buenas propiedades de coloración y alta resistencia química. Este pigmento, se conoce comercialmente con el nombre de azul monastral, azul heliogeno o azul cyan. La estructura de la ftalocianina de cobre puede observarse en la figura 17.

Las ftalocianinas de cobre pueden manufacturarse por los siguientes procesos [14].

Ftalonitrilo + Cobre → Ftalocianina de cobre

Ftalonitrilo + Cloruro cuproso → Ftalocianina de cobre + Ftalocianina de monoclorocobre

Anhídrido ftálico + Urea + Cloruro cúprico catalizado → Ftalocianina de cobre

Tal como se fabrica, la ftalocianina posee un color azul intenso brillante, de solidez general tan excelente frente a los agentes destructivos que se ha introducido en casi todos los campos de aplicación de pigmentos y representa una aproximación al pigmento ideal [15].

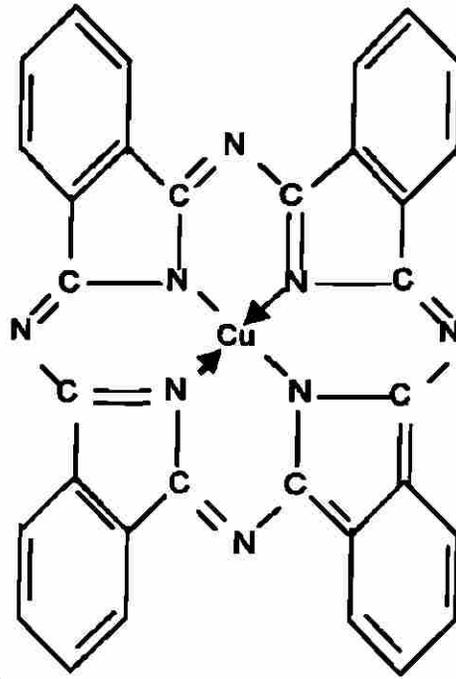


Figura 17. Ftalocianina de cobre

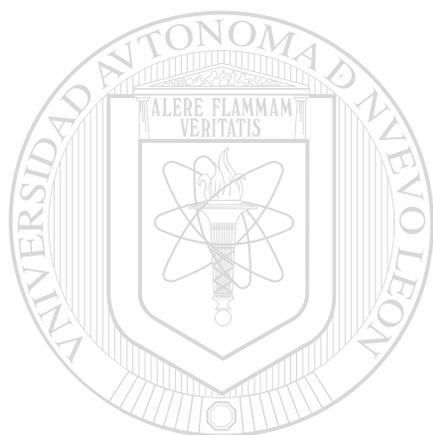
4.3.1 Características del pigmento

A continuación se listan las características más importantes de este tipo de pigmentos [13].

Densidad	1.60 g/ml.	
Densidad aparente	0.40 g/ml.	
Absorción de aceite	55 gr/100 gr. de pigmento	
Resistencia a la temperatura	280° C	
Resistencia a la luz	Tono lleno	7 - 8
	Tono reducido 1:10	5
Valor pH	7	
Resistencia a solventes (Escala 1 – 5)		
Agua	5	
Etanol	5	
Metil – etil – cetona	5	
Tolueno	5	
Acetato de etilo	5	

Resistencia ácido – base (Escala 1-5)**Solución al 2% HCl** 5**Solución al 2% NaOH** 5**4.3.2 Aplicaciones**

Aunque su aplicación es prácticamente universal, el uso de la ftalocianina de cobre es muy amplio en pinturas, lacas, impresión textil y tintas que contienen disolventes orgánicos además de recubrimientos y como colorante para plásticos [13].

**UANL**

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN

®

DIRECCIÓN GENERAL DE BIBLIOTECAS

CAPITULO 5

CARACTERIZACION DE PIGMENTOS

5.1 Introducción

Las características finales de los pigmentos están determinadas por las condiciones bajo las cuales se manufacturó, pero para conocer la influencia del proceso en éstas, es necesario conocer el comportamiento del pigmento en su medio de trabajo.

Como se mencionó en capítulos previos, la comparación química de pigmentos de composiciones supuestamente iguales (no importa que provengan de procesos de manufactura diferentes) no arrojará resultados reveladores sobre el comportamiento del color de éstos una vez incorporados en los vehículos apropiados.

Es por tal razón, que los estudios realizados en este trabajo, se inclinan por la caracterización por medio de la microscopía electrónica de transmisión de las características físicas de las partículas de pigmentos a las cuales diversos autores han atribuido mayor importancia como son la:

Forma: La cual en este trabajo se expresa en función del factor de forma.

Tamaño: La cual se consideró como el diámetro de Feret máximo.

El conocimiento y comparación de estas partículas se hace obligado, ya que el presente trabajo complementado con pruebas de desempeño, puede proporcionar información de gran valor y términos de referencia en la manufactura de pigmentos.

5.2 Materiales y equipos utilizados en el presente trabajo.

La materia prima fundamental para la realización de el presente trabajo fueron pigmentos orgánicos sintéticos de dos diferentes colores los cuales provenían de diferentes proveedores. Esto se realiza con la finalidad de comparar las características previamente mencionadas entre los pigmentos de colores iguales.

Para el estudio de la morfología y el tamaño de partícula se utilizó la microscopía electrónica de transmisión (Jeol 2010) así como también el equipo de análisis de imágenes compuesto de una cámara digital, computadora y software. También se realizan observaciones en el microscopio electrónico de barrido (Leica-Leo 440) con la finalidad de ver la utilidad de esta técnica en el estudio de los pigmentos.

También se realizaron estudios termogravimétricos (TGA Shimadzu 50 H) de las diferentes muestras de pigmentos con la finalidad de estudiar su comportamiento cuando se les aplica calor.

5.3 Preparación de muestras para microscopía electrónica de transmisión.

La parte principal de caracterización de este trabajo se realizó por medio del MET. Las observaciones preliminares se realizaron en un amplio rango de voltajes de aceleración y en base a éstos, se decidió utilizar 130 KeV de aceleración. Esto se debe, que a voltajes menores de 130 KeV el haz electrónico no es lo suficientemente intenso para mostrar completamente la muestra de pigmento. Por otro lado, a voltajes de aceleración mayores y sobre todo después de 160 KeV el haz electrónico es de tal intensidad que la muestra se quema, lo que provoca contaminación en la bomba iónica lo cual repercute directamente en el vacío del instrumento y en consecuencia se afecta la calidad de la observación.

Para poder llevar a cabo la observación de los pigmentos, se ensayaron diferentes métodos de preparación de las muestras, entre los cuales estuvieron los siguientes:

La preparación de una mezcla de 1 gr de pigmento con 10 ml de etilén glicol mezclados por medio de ultrasonido. Posteriormente se tomaba una gota pequeña de la muestra y se aplicaba sobre un portamuestras (rejilla de cobre de 3 mm de diámetro) recubierto previamente con colodión reforzado con grafito evaporado.

Este tipo de preparación de muestras no resultó el adecuado debido a que gran cantidad de pigmento presente en la mezcla se aglomeraba y no permitía la observación de partículas individuales del mismo.

Otra manera como se intentó preparar la muestra para el MET fue mediante la mezcla de 5 gr de pigmento en 50 ml de alcohol etílico. Esta

técnica tampoco resultó efectiva ya que al momento de realizarse la observaciones en el MET solamente se encontraba material aglomerado.

Por último y después de realizar pruebas con la cantidad de pigmento y el medio a mezclar, se determinó que la mejor manera de preparar muestras de pigmento para observar en el MET es la siguiente:

Se toma una cantidad pequeña del pigmento estudiar (1 a 2 mg) y se incorpora en una gota de etilén glicol y se revuelve manualmente o por ultrasonido hasta obtener un lodo uniforme del cual se tomará con la muestra que se depositará en el portamuestras.

El portamuestras (rejilla de cobre), debe ser cubierto con una película de colodión (celulosa) y con una capa de grafito vaporizado para resistir la incidencia del haz electrónico sobre ella.

La preparación de la película de colodión en el presente trabajo se realizó de la siguiente manera:

Se calentó una cantidad de entre 400 a 500 ml de agua destilada a 40°C, una vez alcanzada la temperatura, se vació el agua en un recipiente amplio y se procedió a agregar 1 gota de colodión, la cual al entrar en contacto con el agua forma una película delgada de diferentes espesores, en la cual se identifican las zonas mas gruesas por los colores (oro y plata) que presentan al reflejar la luz.

Una vez identificadas las zonas mas gruesas, se procede a depositar sobre ellas las rejillas de cobre de forma tal que no queden a una separación menor de 3 mm. Una vez realizado esto, se coloca película de laboratorio (PARAFILM "M") sobre el área de rejillas y se recogen.

Una vez cubierto el portamuestras con la película de colodión, puede aplicársele la muestra de pigmento y proceder a recubrir con grafito vaporizado o recubrir el portamuestras solamente y luego aplicar la muestra de pigmento. Cualquiera que sea el caso la preparación es funcional.

La cantidad de muestra aplicar debe ser mínima, de tal manera que resulte casi imperceptible a la vista una vez aplicada.

5.4 Preparación de muestras para microscopía electrónica de barrido

Las muestras de pigmentos para observar en el MEB se prepararon montando éstos sobre una cinta recubierta con grafito con la finalidad de hacer contacto con el portamuestras y después se procedió a recubrir la muestra con grafito vaporizado con la finalidad de incrementar la conductividad de las muestras. En este caso los pigmentos se depositaron secos.

5.5 Muestras para análisis térmico

Las muestras utilizadas para el TGA se pesaron y se colocaron en los crisoles propios del equipo.

Los parámetros de las pruebas termogravimétricas (TGA) se pueden observar en la tabla XII.

Tabla XII. - Parámetros bajo los cuales se realizaron los análisis termogravimétricos (TGA) a las muestras de pigmentos.

Material del crisol	Aluminio
Peso de la muestra	10 mg
Atmósfera	Nitrógeno 50 ml/min
Rapidez de calentamiento	10°C/min
Temperatura máxima	450°C a 500°C
Tiempo en temperatura máxima	10 min

5.6 Difracción de Rayos X

Las pruebas de difracción de rayos X se realizaron en un equipo SIEMENS D-5000 de acuerdo a las condiciones enunciadas en la tabla XIII.

Tabla XIII.- Parámetros bajo los cuales se obtuvieron los difractogramas de las muestras de pigmentos.

Ángulo Inicial (θ)	0
Ángulo final (θ)	55
Velocidad	3°/min
Potencia	40 Kw
Ánodo	Cobre ($K\alpha$)

5.7 Forma de la partícula

Esta característica, se obtuvo realizando cálculos con el factor de forma tipo Área/Perímetro² el cual es adimensional e independiente de la orientación del objeto [16]. La fórmula para calcular este factor es la siguiente:

$$ff = \frac{1}{4\pi} \frac{p^2}{A}$$

En donde:

ff = Factor de forma

p = Perímetro de la partícula medida

A = Área de la partícula medida

5.8 Tamaño de partícula

En este trabajo se consideró el diámetro de Feret máximo como el tamaño de partícula; éste se define como la distancia linear entre dos líneas paralelas tangentes ubicadas en los lados opuestos de una partícula [16].

Para definir el tamaño de partícula, se calculó un factor de calibración por medio del análisis de fotografías e imágenes digitales tomadas a diferentes magnificaciones a una rejilla graduada de 6.4 mm de separación promedio tal como se observa en la figura 18.

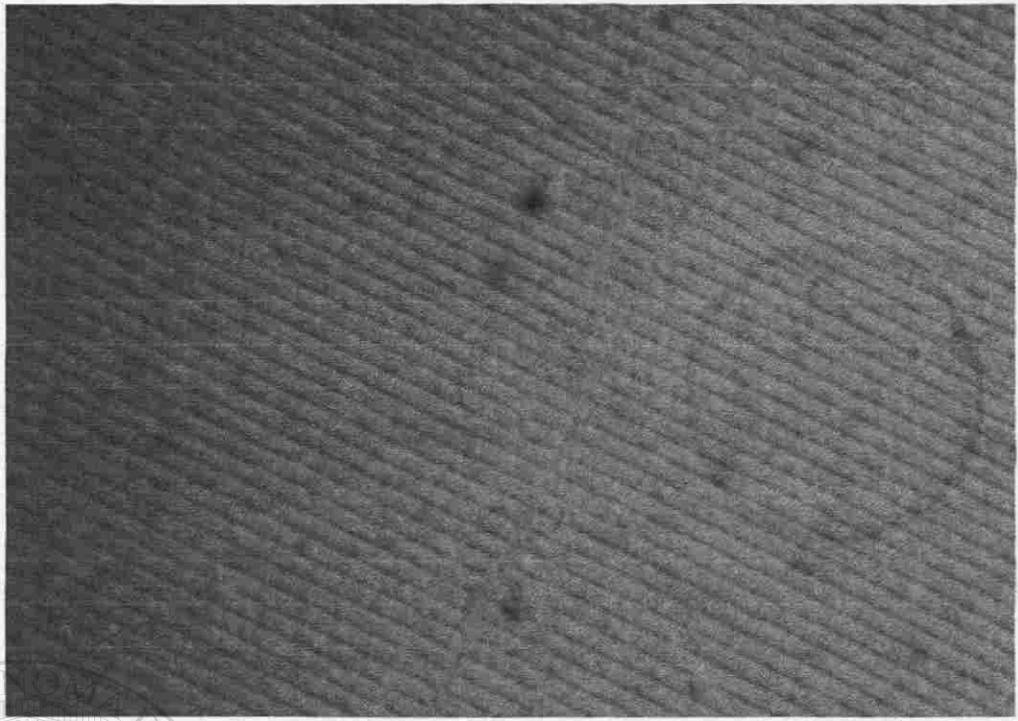


Figura 18. - Rejilla patrón utilizada para calcular el tamaño real de partículas a 4,000 X.

De las mediciones realizadas, se construyó la gráfica magnificación vs. Factor de calibración que se observa en la figura 19, la cual sirvió para determinar el tamaño real de las partículas medidas digitalmente.

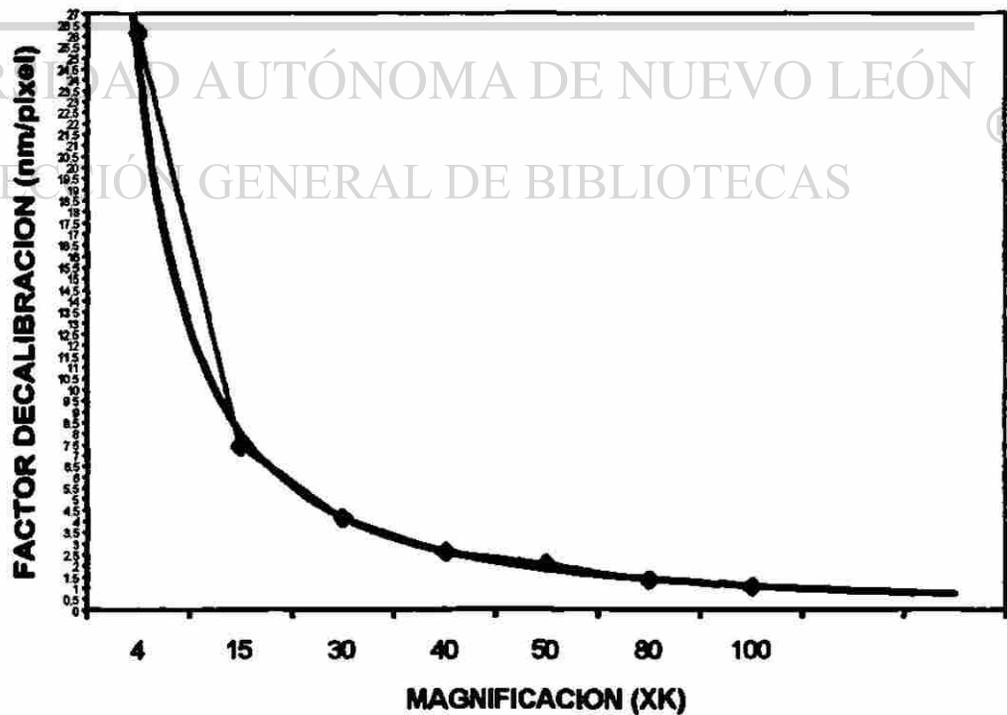


Figura 19. - Gráfica (.) para determinar el tamaño de partícula por medio del MET. Las observaciones realizadas en el presente trabajo se realizaron de 50,000X a 100,000X.

CAPITULO 6

RESULTADOS Y DISCUSION

6.1 Introducción.

En este capítulo se presentan y discuten los resultados de las diferentes observaciones y pruebas realizadas en la presente investigación.

La información se presenta a través de tablas, histogramas e imágenes (MET y MEB) obtenidas de cada pigmento estudiado.

Se presentan también difractogramas de rayos X de los diferentes pigmentos con la finalidad de verificar si los pigmentos del mismo color son estructuralmente iguales lo que implicaría una similitud química.

Además, se presentan las gráficas obtenidos por el análisis termogravimétrico y se discuten resultados.

6.2 Difracción de rayos X.

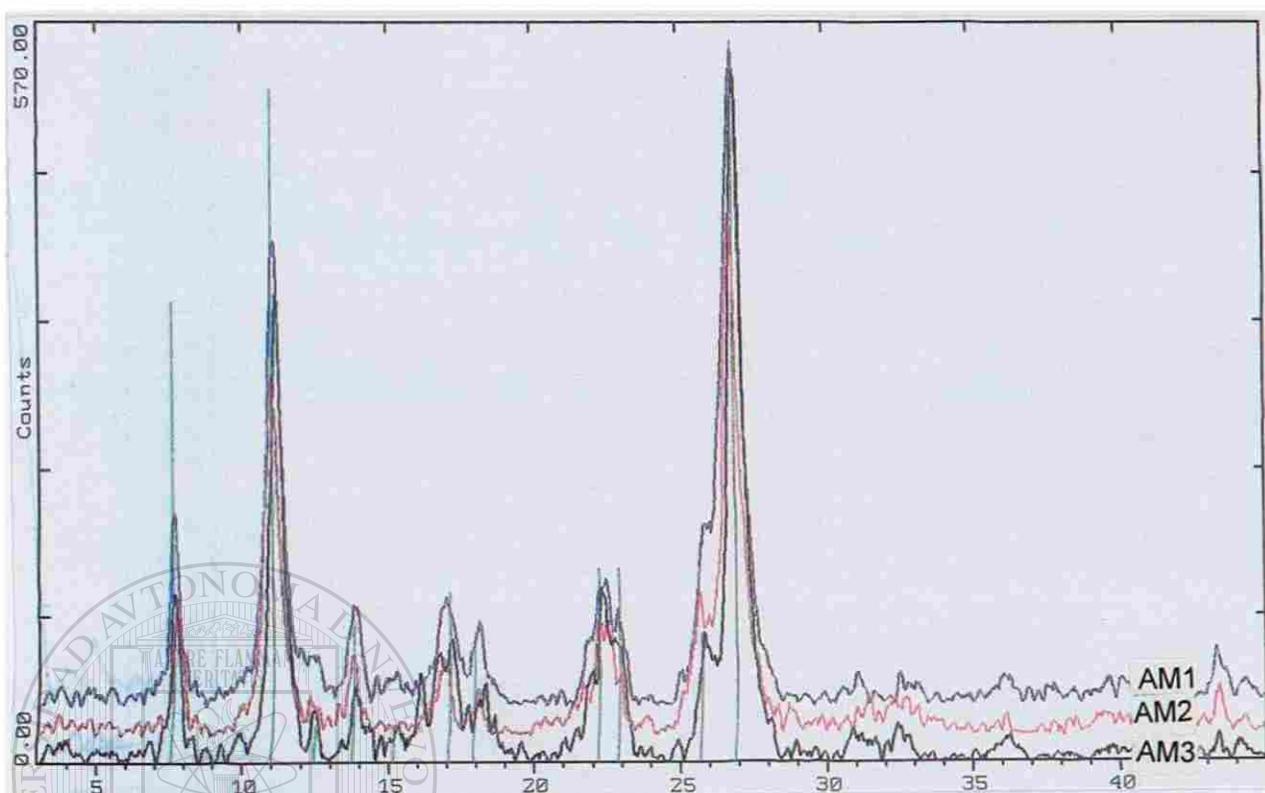


Figura 20.-Comparación de los difractogramas de pigmentos amarillos. Los difractogramas en esta imagen se encuentran desplazados para mejor apreciación.



Figura 21.-Comparación de los difractogramas de pigmentos azules. Los difractogramas en esta imagen se encuentran desplazados para mejor apreciación.

El realizar la comparación de difractogramas de las muestras del mismo color muestra que los pigmentos estudiados en este trabajo de investigación son estructuralmente iguales, tal como se muestra en las figuras 20 y 21.

La igualdad en la estructura que presentan las muestras de colores iguales pudiera sugerir que estos son químicamente iguales o muy semejantes.

6.3 Características de los pigmentos

Con la finalidad de estudiar la forma y tamaño de las partículas de las muestras estudiadas en esta investigación, se capturaron imágenes digitalmente las cuales se muestran a continuación en las figuras 22 a 27.

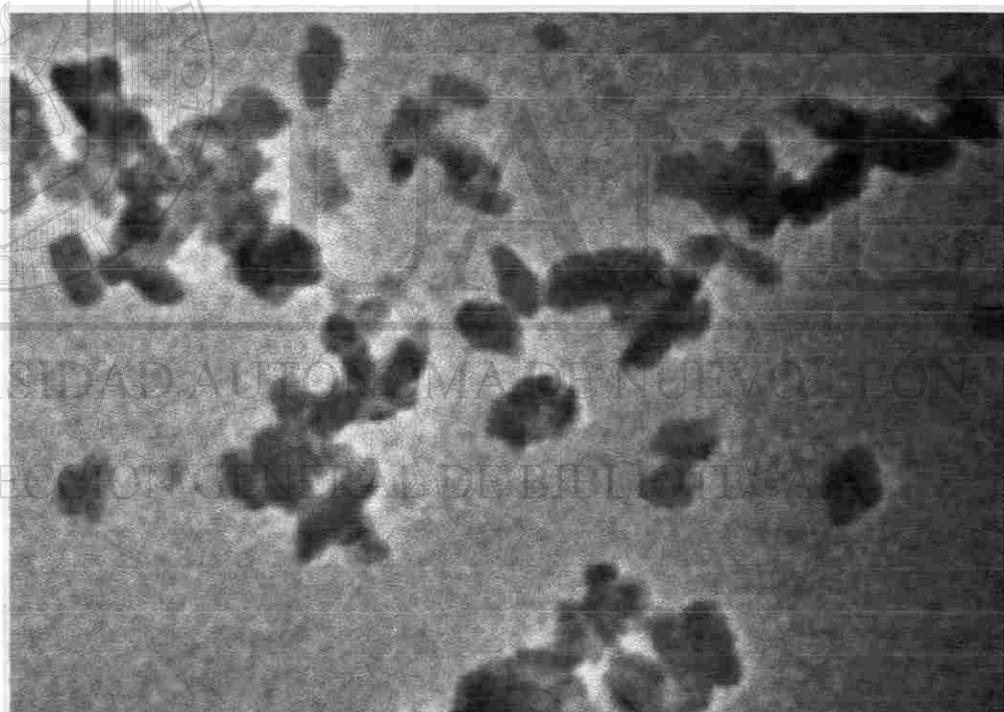


Figura 22. - Imagen de MET que muestra las partículas constituyentes del pigmento AM1 a 80,000 X. En la parte superior izquierda puede observarse un aglomerado, nótese como los bordes corresponden a la forma de las partículas individuales.

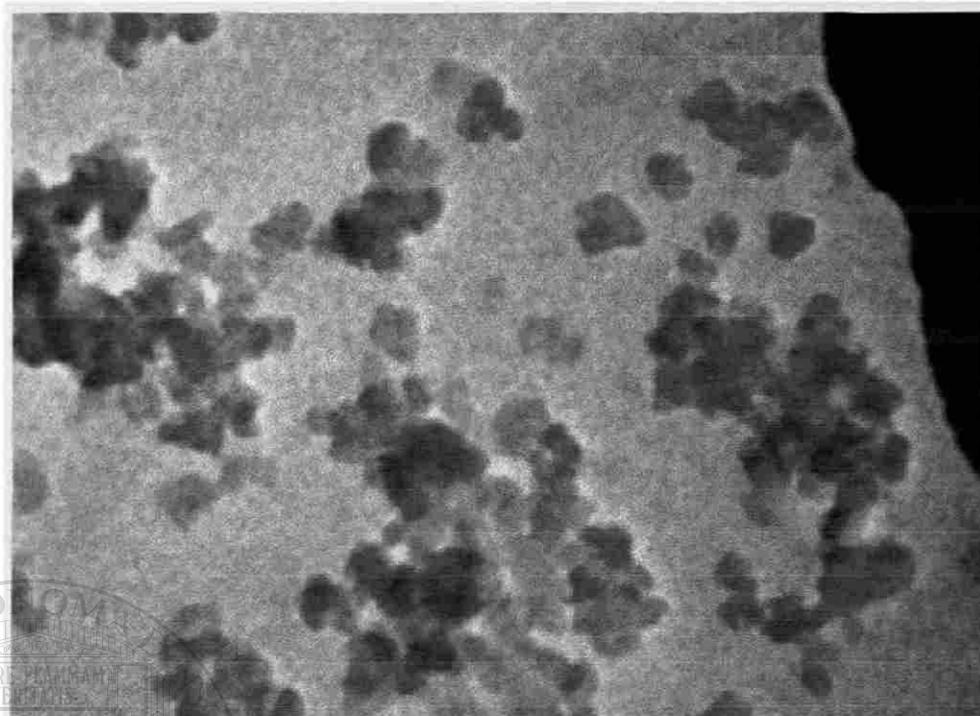


Figura 23. - Imagen de MET que muestra las partículas constituyentes del pigmento AM2 a 80, 000 X. A la izquierda se aprecia un aglomerado en el cual con mayor amplificación se pueden identificar partículas individuales.

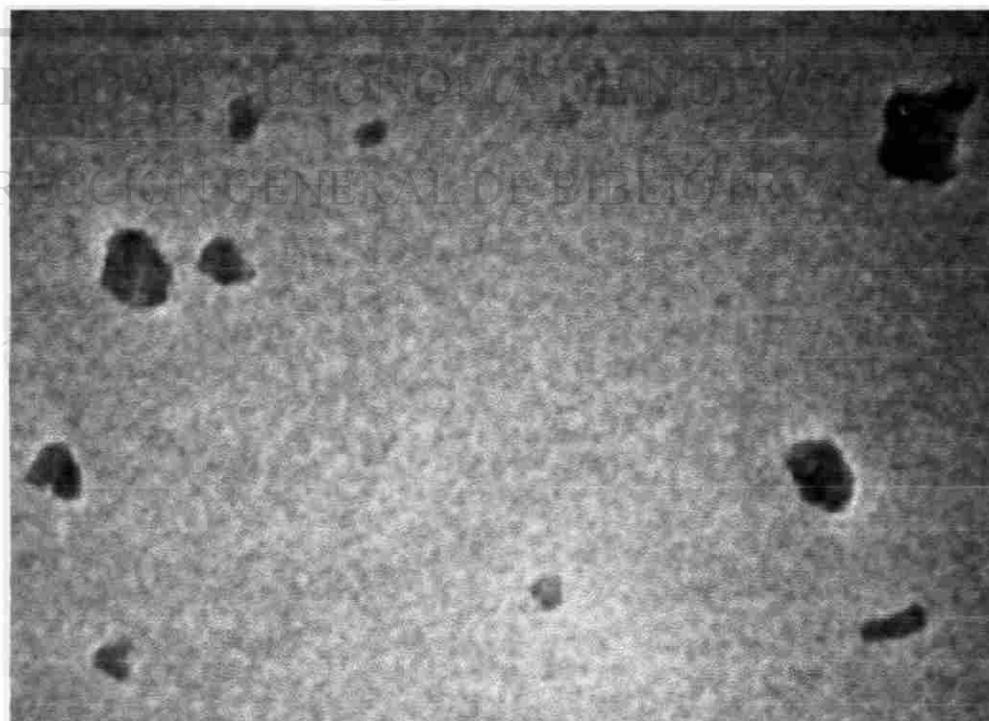


Figura 24. - Imagen de MET que muestra las partículas constituyentes del pigmento AM3 a 80,000 X.

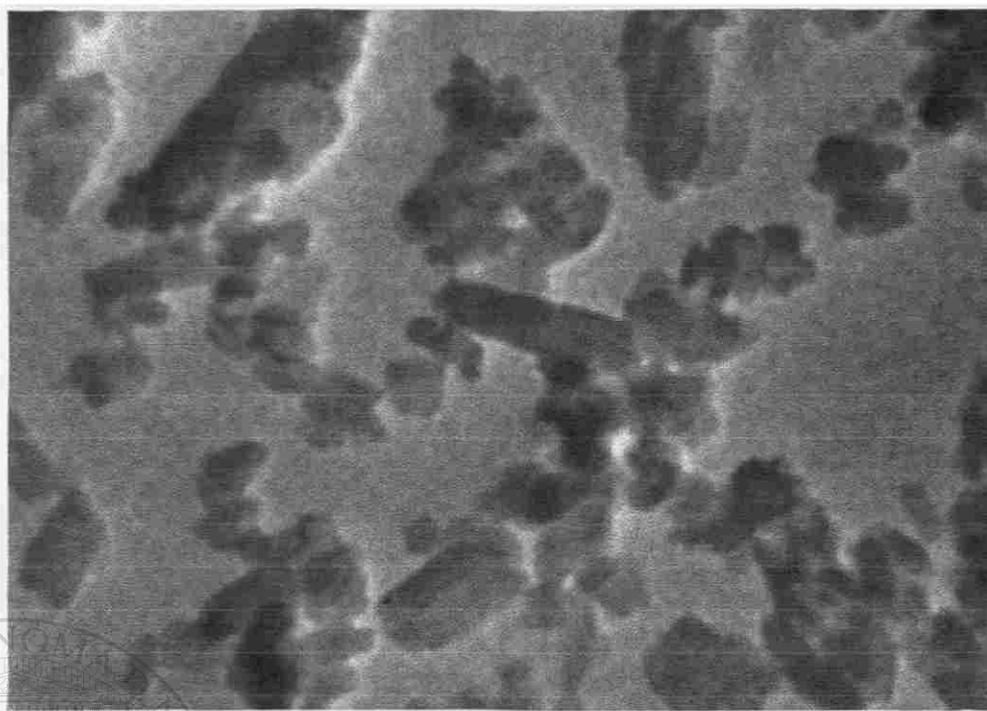


Figura 25. - Imagen de MET que muestra las partículas constituyentes del pigmento AZ1 a 80,000 X. En donde se puede notar la utilidad del MET para diferenciar partículas en aglomerados.

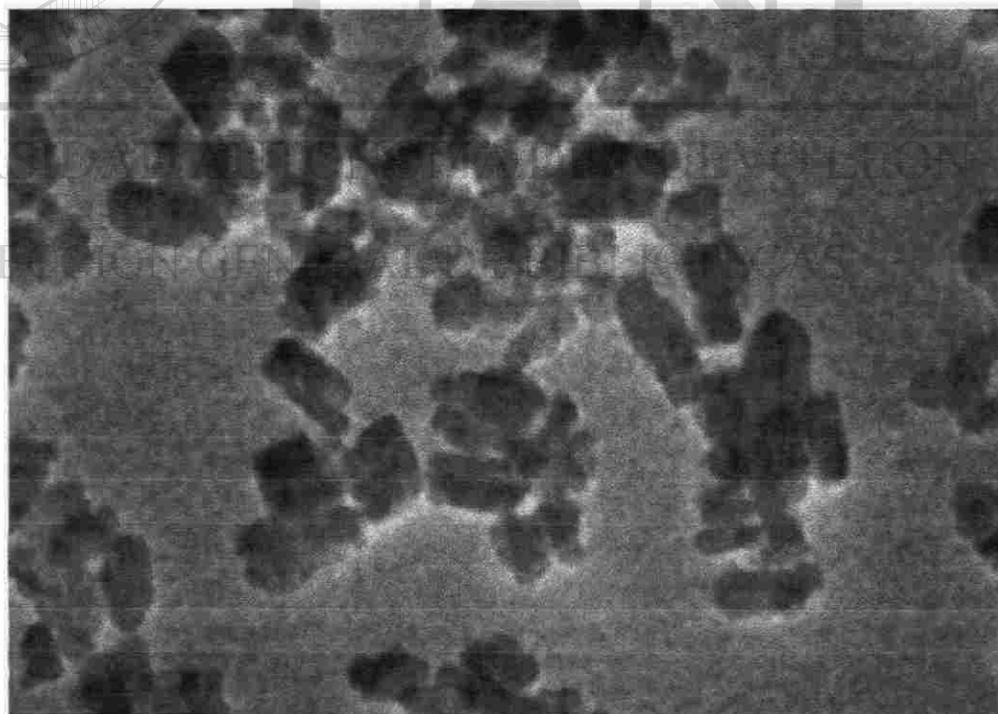


Figura 26. - Imagen de MET que muestra las partículas constituyentes del pigmento AZ2 a 80,000 X. Al igual que en la imagen anterior gracias al MET se pueden distinguir partículas de aglomerados.

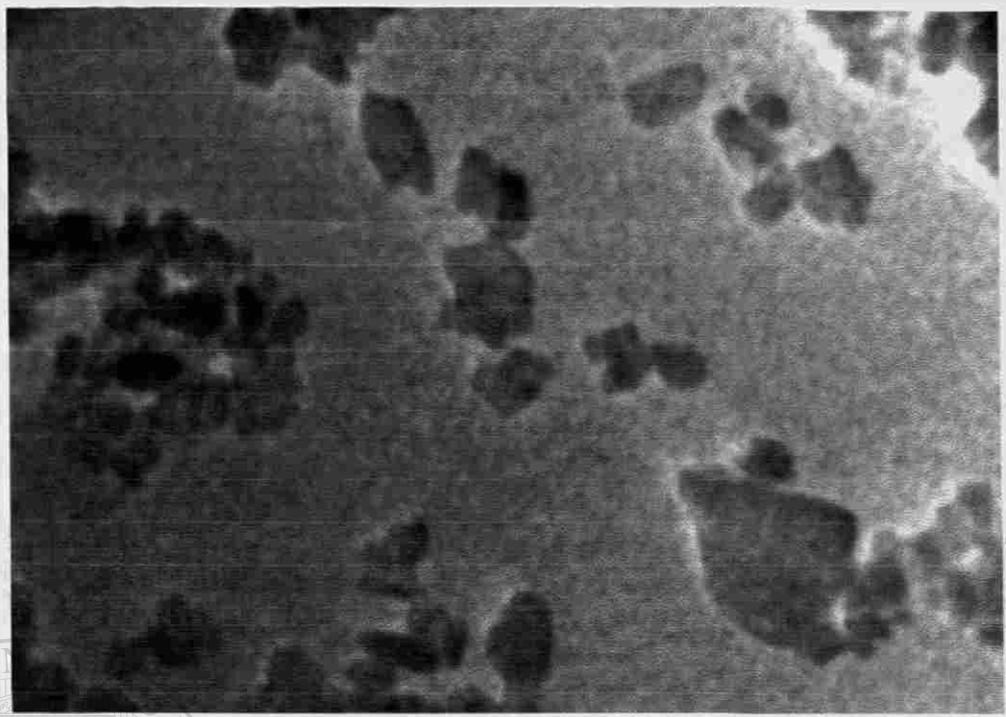


Figura 27. - Imagen de MET que muestra las partículas constituyentes del pigmento AZ3 a 100,000 X. En la parte central izquierda de la imagen se observan partículas individuales resaltando del aglomerado.

6.3.1 Forma de la partícula

Los resultados de los cálculos realizados con las partículas de las muestras analizadas en el presente estudio (Fig. 22 a 27) se muestran en la tabla XIV.

Tabla XIV. - Factor de forma promedio de los pigmentos estudiados

PIGMENTO	FACTOR DE FORMA PROMEDIO
AM1	1.57
AM2	1.64
AM3	1.75
AZ1	3.44
AZ2	3.52
AZ3	2.47

Comparando los factores de forma obtenidos para los pigmentos amarillos contra las imágenes presentadas en las figuras 22 a 24 se corrobora que la forma predominante en este tipo de pigmentos es próxima a la circular tomando en cuenta que un factor de forma de valor 1 representaría un círculo.

Por otra parte teniendo en cuenta que la tonalidad del AM1 es diferente a la de AM2 y que la tonalidad de AM2 es igual a la de AM3 y que los factores de estructura entre AM1 y AM2 varían en 0.08 y que la diferencia entre los factores de estructura de AM2 y AM3 son de 0.11 unidades se pudiera sugerir que para el caso de los amarillos de bencidina estudiados en esta investigación la forma de partícula no está relacionada con la tonalidad: ✱

En cuanto a las ftalocianinas de cobre, en las imágenes presentadas en las figuras 25 a 27 se observa que AZ1 y AZ2 tienen casi la misma forma de partícula de tipo rectangular lo cual se corrobora comparando sus factores de forma los cuales presentan solamente una diferencia de 0.08 entre sí, mientras que AZ3 quien presenta una forma de tipo más aproximado al circular que AM1 y AM2 tiene un factor de forma de 2.47.

En relación con la tonalidad los pigmentos azules se observa que presentan diferencias casi imperceptibles y relacionando esto con el factor de forma podría implicar que tal como sucede con los amarillos de bencidina la tonalidad no está relacionada con la forma de las partículas del pigmento.

6.3.2 Tamaño de partícula

Se consideró al diámetro de Feret máximo como el tamaño de partícula de los pigmentos estudiados en este trabajo. Los resultados obtenidos de realizar estas mediciones a los amarillos de bencidina, se pueden observar en la tabla XV mientras que la de las ftalocianinas azules se observan en la tabla XV.

Tabla XV.- Características del tamaño de los amarillos de bencidina.

TIPO DE PIGMENTO	TAMAÑO PROMEDIO (nm)	DESVIACION ESTANDAR	MEDIANA
AM1	78.76	27.24	74.77
AM2	68.79	18.98	66.04
AM3	78.20	26.00	73.63

Con referencia a los amarillos de bencidina se observa que AM1 y AM3 tienen tamaños de partícula promedio y desviaciones estándar casi iguales, mientras que AM2 tiene un tamaño de partícula promedio y desviación estándar menores las muestras antes mencionadas.

Relacionando el tamaño de partícula con la tonalidad del color de estos pigmentos se podría decir que AM2 y AM3 son prácticamente iguales en tonalidad pero difieren en tamaño de partícula mientras que AM1 y AM3 difieren de tonalidad pero tienen casi el mismo tamaño de partícula por lo cual se infiere que el tamaño de partícula no afectaría la tonalidad del color en los amarillos de bencidina.

Tabla XVI.- Características del tamaño las ftalocianinas de cobre.

TIPO DE PIGMENTO	TAMAÑO PROMEDIO (nm)	DESVIACION ESTANDAR	MEDIANA
AZ1	82.06	30.48	78.00
AZ2	76.12	30.50	71.89
AZ3	59.28	17.13	56.55

Con respecto a las ftalocianinas de cobre, se observa que a pesar de que tienen prácticamente la misma tonalidad tal como se vió en el capítulo 4, su tamaño de partícula es diferente en cada una de ellas por lo que al igual que con los amarillos de bencidina el tamaño de partícula no interviene en la tonalidad del color en las ftalocianinas de cobre.

6.3.3 Histogramas de pigmentos amarillos

Con la finalidad de visualizar la distribución del tamaño de partículas en los pigmentos amarillos, se muestran los histogramas en las figuras 28 a 30.

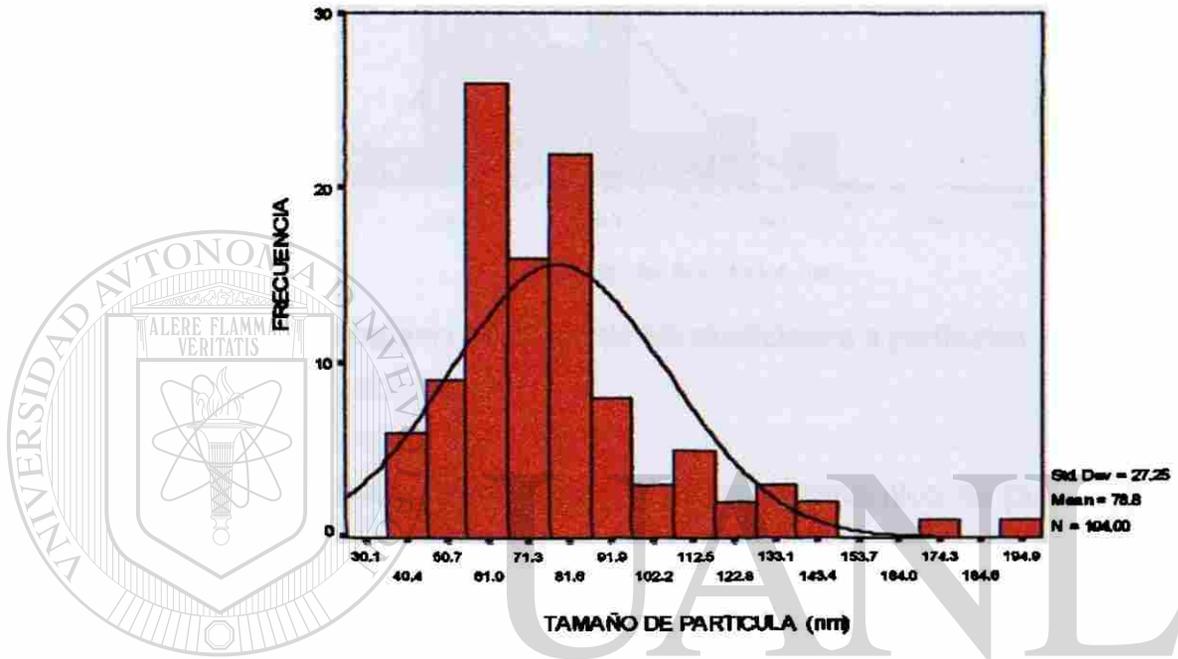
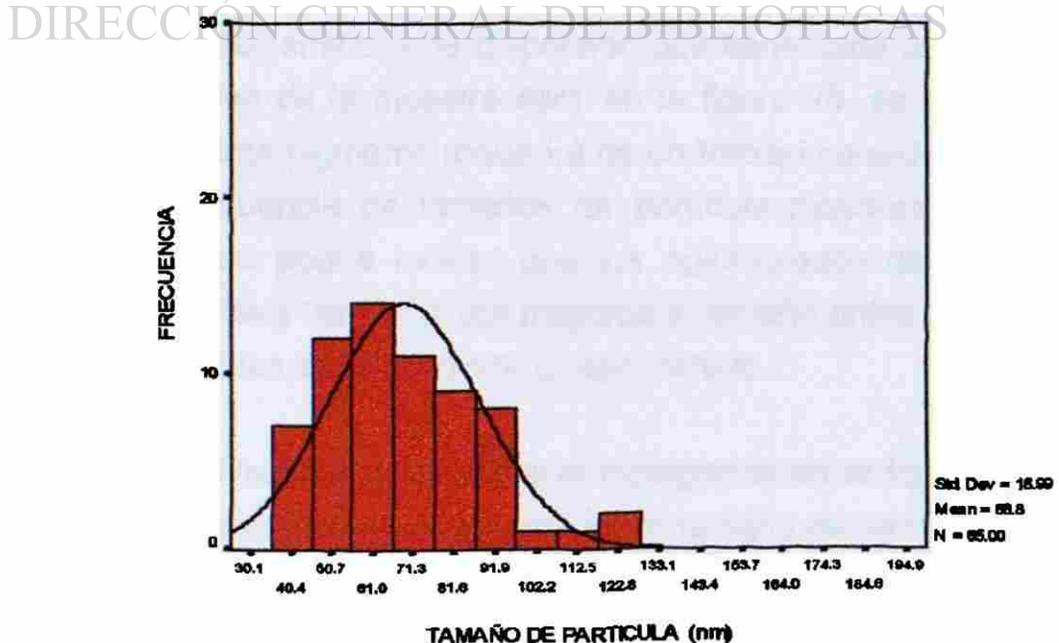


Figura 28. Histograma obtenido de las mediciones a partículas del pigmento AM1.



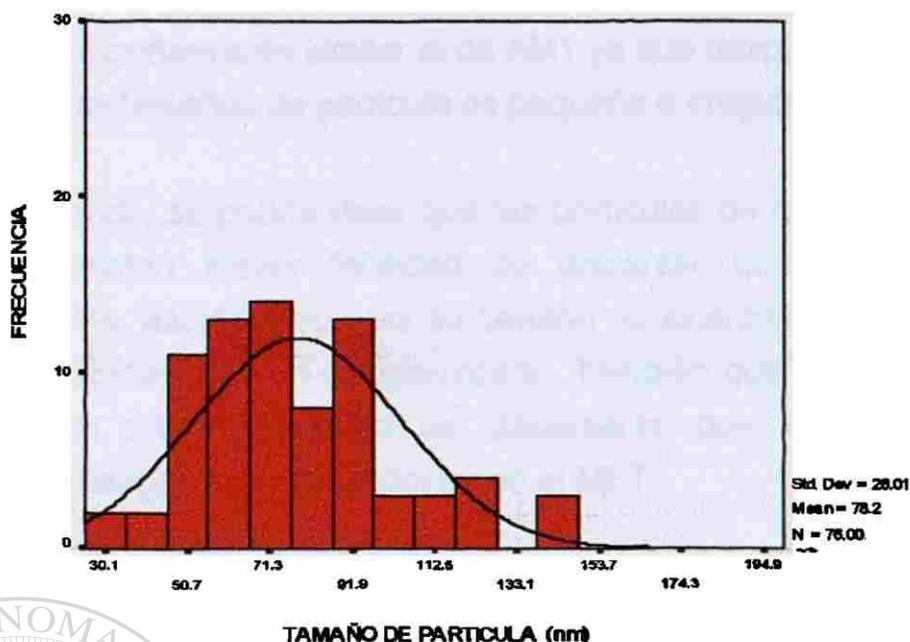


Figura 30. Histograma obtenido de las mediciones a partículas del pigmento AM3.

De los histogramas de los pigmentos amarillos se puede decir que AM1 y AM2 tienen un tamaño crítico de partícula que oscila en los 40 nm, mientras que AM3 presenta un tamaño crítico de 30 nm aproximadamente; en donde estas diferencias en el tamaño pudieran provenir muy posiblemente de las condiciones del proceso.

Por otra parte, la forma que presentan los histogramas puede estar ligada a las características de dispersión que tiene cada una de las muestras. En el histograma de la muestra AM1 en la figura 28, se podría decir que la dispersión de este pigmento requerirá de un trabajo considerable, ya que si se observa la frecuencia de tamaños de partícula mayores a 90 nm es muy pequeña, lo que podría indicar que los aglomerados de este pigmento no liberan fácilmente a las partículas mayores al tamaño antes mencionado debido a que están unidas de algún modo al aglomerado.

Por otro lado, si se observa el histograma en la figura 29 de AM2, se nota mayor continuidad en la frecuencia del tamaño de partículas mayores a 70 nm lo que indicaría que los aglomerados que se forman en este pigmento requerirían de menor energía para separarlos.

En cuanto a AM3, tal como se puede observar en la figura 30 se presenta un comportamiento similar al de AM1 ya que después de los 74 nm la frecuencia de los tamaños de partícula es pequeña e irregular.

Resumiendo, se podría decir que las partículas de tamaños menores al promedio presentan mayor facilidad de dispersar que las de tamaños superiores a este, debido a que por su tamaño no alcanzan a integrarse tanto química como físicamente en el aglomerado. También que el pigmento AM1 y AM3 presentan mayor dificultad de dispersarse que AM2 tal como se comprueba al realizar las observaciones en el MET.

6.3.4 Histogramas de pigmentos azules

Con la finalidad de visualizar la distribución del tamaño de partículas en los pigmentos azules, se muestran los histogramas construidos en las figuras 31 a 33.

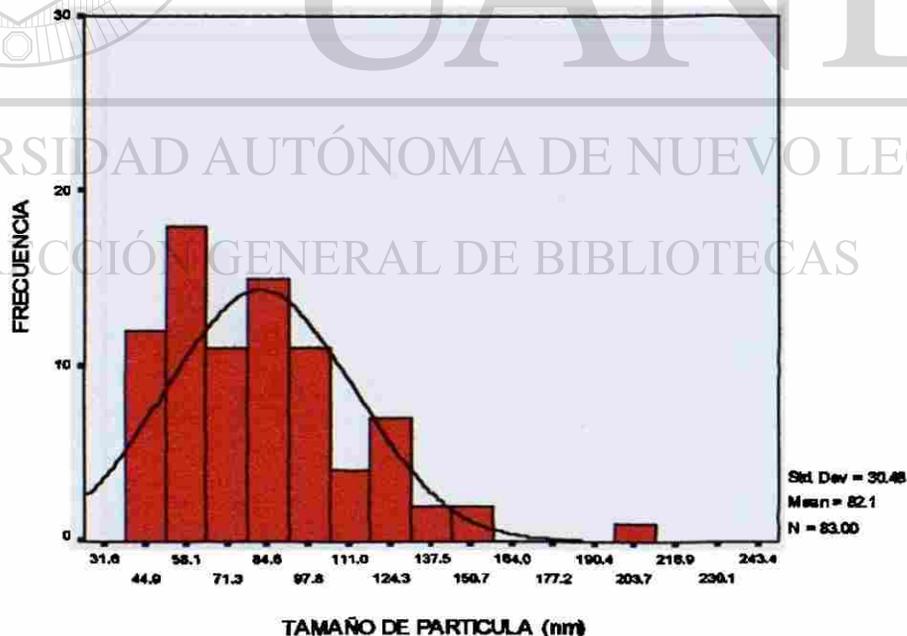


Figura 31. Histograma obtenido de las mediciones a partículas del pigmento AZ1.

De los histogramas de los pigmentos azules se puede decir que tienen un tamaño crítico de partícula que varía de los 25 nm en AZ3 a los 30 y 40 nm para AZ2 y AZ1 respectivamente.

Al igual que los pigmentos amarillos, los pigmentos azules presentan irregularidades en la frecuencia del tamaño de partícula después de pasar el tamaño promedio, pero a diferencia de estos, dichas irregularidades no son tan marcadas entre ellos, lo que podría indicar y se comprueba al observarlos en el MET que su facilidad de dispersión es similar.

Es necesario tener presente que las partículas que fueron medidas, son aquellas que se encontraban dispersas y que gracias a la resolución del MET pudieron ser identificadas.

6.4 Imágenes obtenidas por MEB

Las imágenes de pigmentos obtenidas por MEB se observan en las figuras 34 a 39.

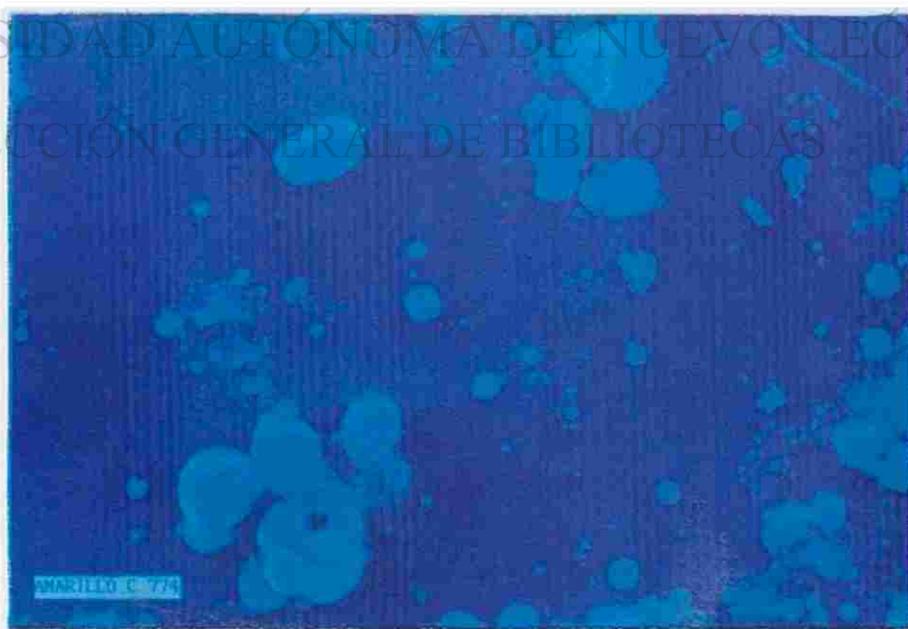


Figura 34.- Imagen de MEB que muestran aglomerados y partículas del pigmento AM1 a 350 X.



Figura 35.- Imagen de MEB que muestran aglomerados y partículas del pigmento AM2 a 350 X.

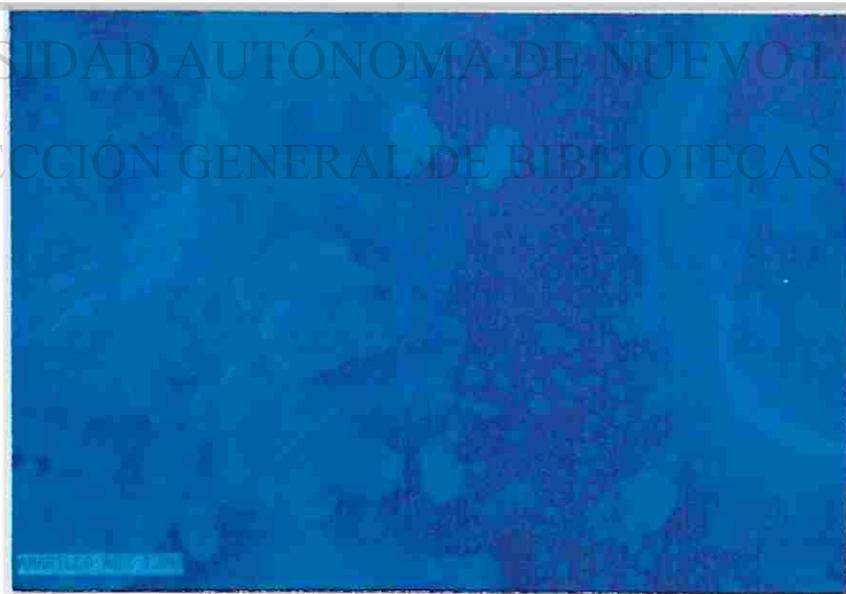


Figura 36.- Imagen de MEB que muestran aglomerados y partículas del pigmento AM3 a 350 X.



Figura 37.- Imagen de MEB que muestran aglomerados y partículas del pigmento AZ1 a 350 X.



UANL

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN
DIRECCIÓN GENERAL DE BIBLIOTECAS

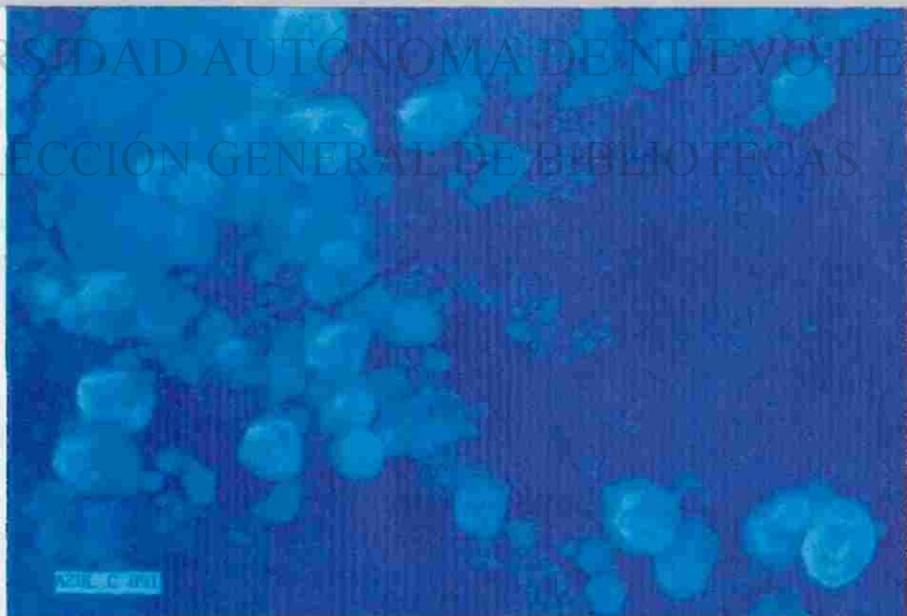


Figura 38.- Imagen de MEB que muestran aglomerados y partículas del pigmento AZ2 a 350 X.



Figura 39.- Imagen de MEB que muestran aglomerados y partículas del pigmento AZ3 a 350 X.

Las imágenes de los pigmentos obtenidas del MEB, muestran los aglomerados formados por estos materiales. A diferencia de las imágenes que se obtienen del MET en donde es posible observar partículas individuales, las del MEB no son representativas de cómo podría ser el comportamiento de los pigmentos ya que éstas fueron tomadas en seco es decir sin la interacción de algún agente líquido que es como regularmente se aplica un pigmento.

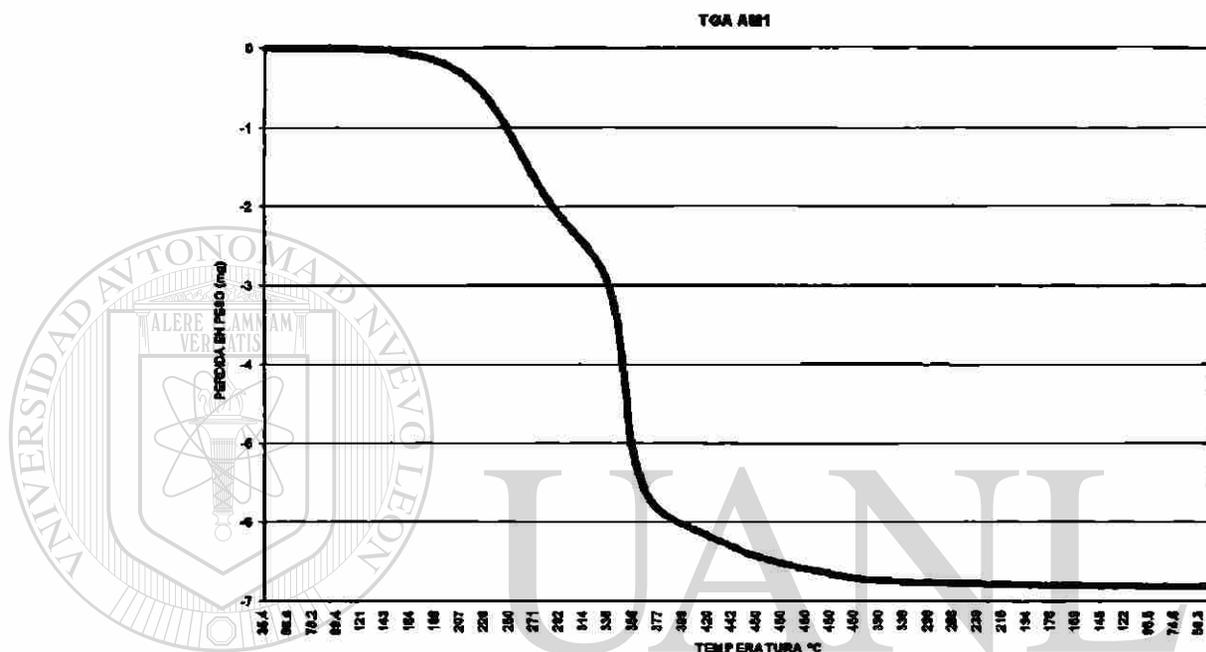
6.5 Análisis termogravimétricos.

Los análisis termogravimétricos (TGA) han demostrado ser de mucha utilidad para determinar el comportamiento de un material sometido a la acción del calor además de ayudar por medio de la identificación del o los cambios de peso a encontrar si un material está compuesto de uno o más materiales diferentes. En el este trabajo, los análisis térmicos se muestran como una

herramienta poderosa para verificar la presencia de aditivos o impurezas en las muestras estudiadas.

A continuación, se muestran las gráficas obtenidas de realizar TGA a las muestras de pigmentos.

En las figuras 40 a 42 se muestran los TGA de pigmentos amarillos:



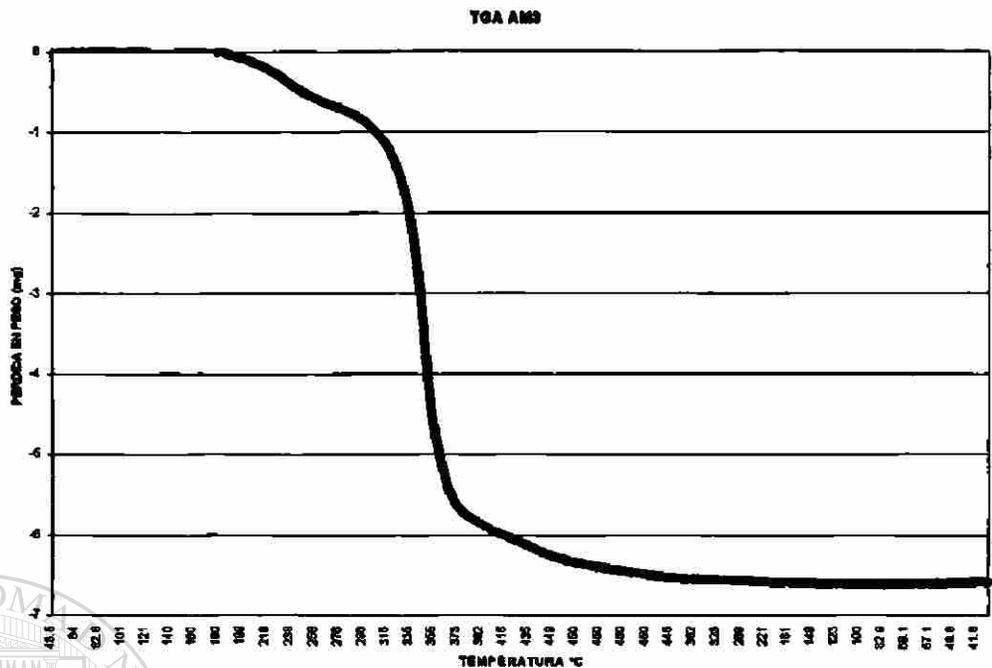


Figura 42.- Gráfica obtenida por medio del TGA de la muestra AM3.

De la observación de los análisis termogravimétricos de los pigmentos amarillos se encuentra que las muestras AM2 y AM3 comienzan a perder peso alrededor de los 185° C mientras que AM1 comienza alrededor de los 150° C. Por otro lado, se observa que las temperaturas en las cuales comienza una acelerada pérdida en peso varía de los 220° C en AM1, los 325° C en AM2 y los 300° C en AM3. Lo que indica que AM1 tiene menor resistencia a la temperatura que AM2 y AM3.

Por otro lado, en AM1 se presenta un cambio de pendiente en los 225° C que termina en los 275° C seguido de otro que comienza en 275° C y termina cerca de los 330° C, lo que indica la presencia de dos aditivos en esta muestra. En cuanto a AM2, la pérdida de peso se presenta continua desde los 185° C lo que indica que este pigmento no contiene aditivos. En lo que respecta a AM3, se observa que el inicio de la pérdida de peso va acompañado de una pendiente diferente a la que presentan AM1 y AM2 la cual termina a los 280° C, para continuar con su pérdida de peso, lo que indica la presencia de solamente un aditivo en la muestra.

En las figuras 43 a 45, se muestran los TGA de pigmentos azules:

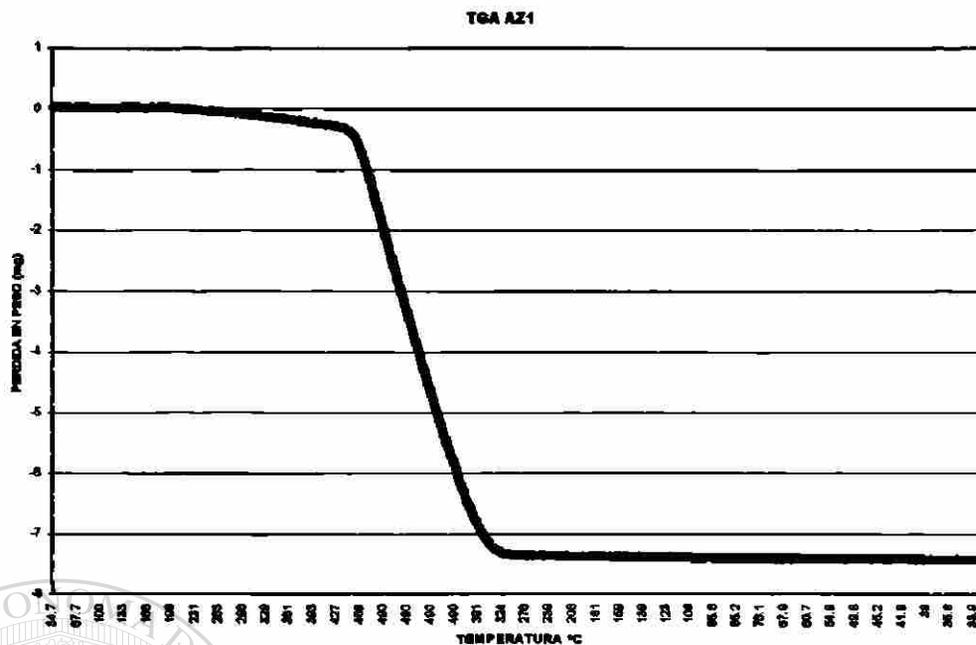


Figura 43.- Gráfica obtenida por medio del TGA de la muestra AZ1.

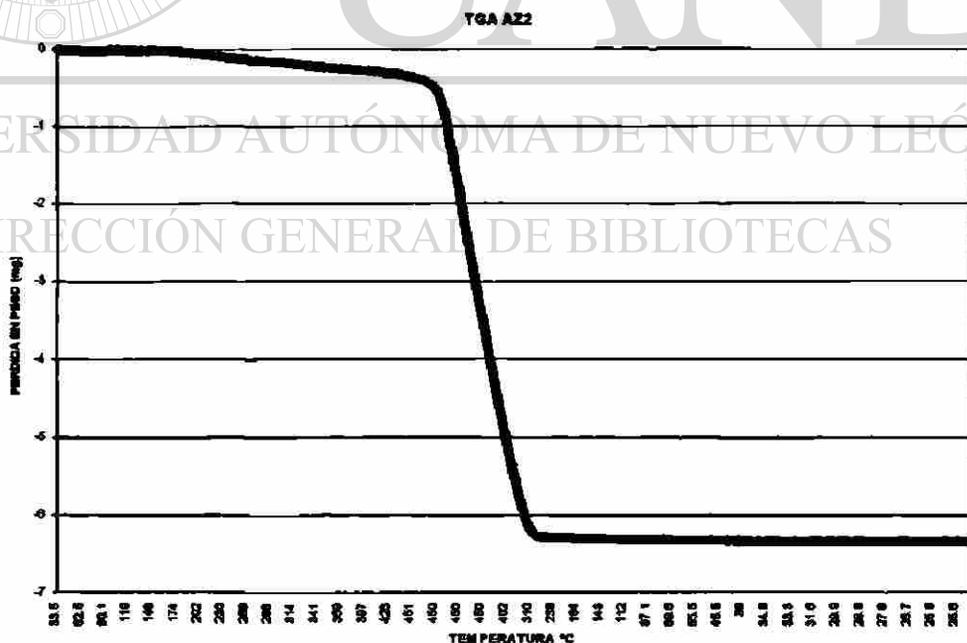


Figura 44.- Gráfica obtenida por medio del TGA de la muestra AZ2.

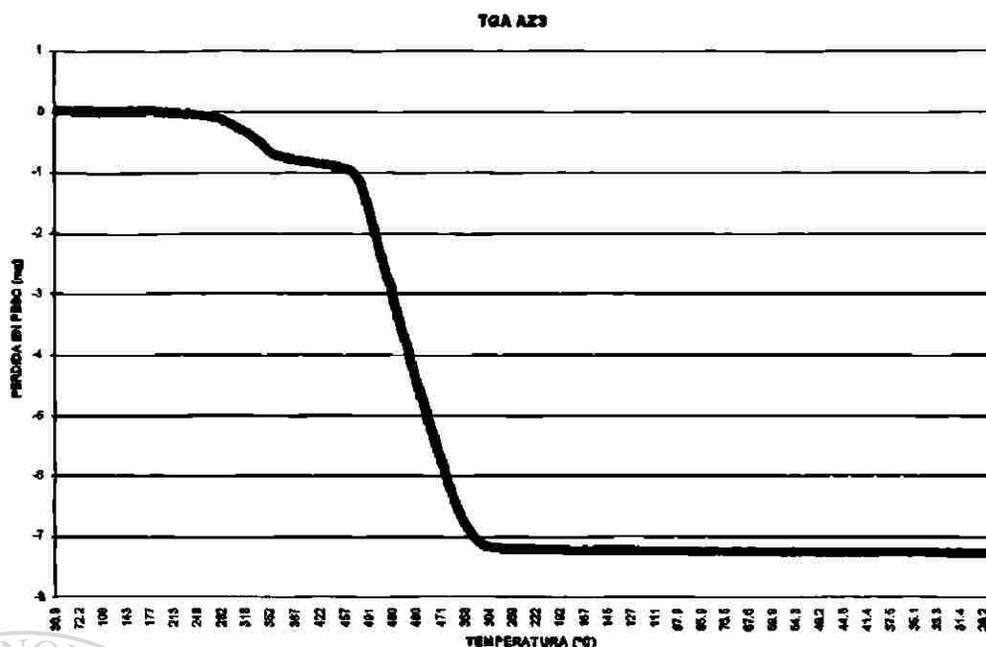


Figura 45. - Gráfica obtenida por medio del TGA de la muestra AZ3.

De los análisis termogravimétricos de los pigmentos azules, se observa que en la muestra AZ1 la pérdida de peso comienza a los 235° C para proseguir con una ligera pérdida en peso hasta alrededor de los 440° C, temperatura a la cual comienza una pérdida continua de peso. En cuanto a AZ2, esta muestra comienza a perder peso cerca de los 175° C y ligeramente continúa perdiendo peso hasta los 450° C en donde comienza a perder peso aceleradamente. Por otro lado, la muestra AZ3 comienza a perder ligeramente de peso alrededor de los 220° C y continúa de esta manera hasta cerca de los 260° C en donde presenta un cambio de pendiente que termina en los 375° C punto del cual continúa con una ligera pérdida en peso hasta los 460° C a partir de los cuales presenta una acelerada pérdida de peso.

De estas muestras se puede decir que a pesar de que AZ1 y AZ3 comienzan a perder peso a temperaturas mayores que AZ2 esto no indica que los primeros tengan mayor resistencia a la temperatura ya que las tres muestras presentaron temperaturas similares (440° C a 460° C) de descomposición.

CAPITULO 7

CONCLUSIONES

1. El uso del TEM permite obtener imágenes en las que se puede diferenciar entre aglomerados y partículas individuales. Aunque en la literatura se reporta el uso de esta herramienta en el ámbito de los pigmentos de manera limitada, en este trabajo probó ser de singular utilidad.
2. Esta técnica se puede utilizar únicamente en pigmentos que se puedan dispersar fácilmente o que sean afines al agua.
3. El tamaño de partícula en los pigmentos (diámetro de Feret máximo) tanto en los amarillos de bencidina como en las ftalocianinas de cobre no interviene en el color que presenta un pigmento.
4. La forma de la partícula en el caso de los amarillos de bencidina y las ftalocianinas de cobre no interviene en su color.
5. El análisis termogravimétrico en el estudio de los pigmentos puede ayudar a determinar que tan resistente es un pigmento al aplicársele calor, además de indicar de una manera rápida si el pigmento contiene o no aditivos.
6. El MEB puede ser una herramienta poderosa para el estudio de aglomerados.

CAPITULO 8

RECOMENDACIONES

1. Realizar investigaciones en otro tipo de pigmentos fijando las condiciones siguientes:
 - Que tengan composición química igual, provengan de distintos proveedores, presente el mismo color.
 - Que tengan composición química igual, provengan de distintos proveedores, presenten diferente color.
2. Aplicar otras técnicas para medir tamaños de partícula, tal como la difusión de Rayos X utilizando difracción de ángulo pequeño [17].
3. Investigar el efecto del tamaño y forma de los aglomerados sobre el color por medio del MET.
4. Estudiar la influencia de la cristalinidad en el comportamiento del color en los pigmentos.
5. Realizar estudios de la forma y tamaño de aglomerado utilizando MEB.

REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS

1. Rakoff Henry y Rose Norman C, Química Orgánica Fundamental, p. 623, Editorial Limusa, México, 1973.
 2. Pratt Lyde S., The Chemistry and Physics of Organic Pigments, p. 18,19, 67,278, John Wiley & Sons, New York, 1947.
 3. Billmeyer Fred W. and Saltzman Max, Principles of Color Technology, p.1, 10, 12, John Wiley & Sons, New York, 1981.
 4. San Francisco's Exploratorium museun Homepage
<http://www.exploratorium.edu/imagery/stills/Prism.jpg>, USA. (Internet).
-
5. Infrared non Contact Temperature Measurement, p. E22, Mikron Instrument Company, Inc., Oakland, New Jersey. 1998. ®
 6. Cram Donald J. Y Hammond Geoge S., Química Orgánica, p. 618, Mc Graw Hill Book Company, México, 1963.
 7. The New Enciclopaedia Britannica 15th ed., 20th imp., Vol. 21, p. 597, Chicago, 1993.
 8. W. Carr, Pigment Powder and Their Applications, Measurement of Application Properties, III-A-a, 1, Pigment Division Ciba-Geigy (UK) Limited Manchester, England.

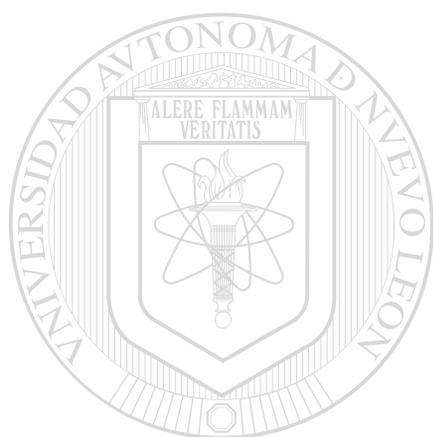
M^o.

9. Gettens Rutherford J. and Stout George L., *Painting Materials, a short Encyclopaedia*, p. 99, D. Van Nostrand Co., New York, 1942.
10. Santini L., *Colores y Pinturas, Estudio y Fabricación de los Pigmentos y su Empleo en la Elaboración de Pinturas de Todas Clases*, p. 20, Editorial OSSÓ, Barcelona, España, 1951.
11. Patton Temple C., *Sieving*, III-A-d-1, p. 38, Consultant, Westfield, New Jersey. *Wu?*
12. W. Carr, *Pigment Powder and Dispersions, Measurement and interpretation of their physical properties*, III-A-b, p. 12, Pigment Division Ciba-Geigy (UK) Limited Manchester, England. *Mu?*
13. Eastern Chemical S.A. Home page.
[Http://www.easternchemicals.com/castellano/amar413.htm](http://www.easternchemicals.com/castellano/amar413.htm)
[Http://www.easternchemicals.com/castellano/azul110.htm](http://www.easternchemicals.com/castellano/azul110.htm)
 Barcelona, España. (Internet).
-
14. Allen E. R., *Protective and Decorative Coatings*, Chapter 8, Vol II, p. 250, John Wiley & Sons, New York, 1942. [®]
15. Kirk Raymond E, Othmer Donald F., *Enciclopedia de Tecnología Química*, Unión Tipográfica Editorial Hispano-Americana, Vol. XII, p. 254, México, D.F. 1966.
16. *Handbook, Image analysis, Principles and Practice*, p. 44,149. Joyce Loebel Ltd, Great Britain, 1985.
17. Sanderson III Benjamin S., *Characterization of Pigment Particles, X-Ray Techniques*, III A-d-6, p. 111, Titanium Pigment Division NL Industries, Sayreville, New Jersey.

LISTA DE TABLAS

Tabla	Descripción	Pag.
1	Algunos compuestos con cadenas conjugadas De enlaces dobles y sencillos conjugados.	15
2	Cromóforos fuertes	16
3	Cromóforos débiles	16
4	Auxocromos	17
5	Algunos grupos de pigmentos que pueden formarse a partir de la estructura quinónica	18
6	Materias primas fundamentales en la manufactura de pigmentos orgánicos	29
7	Clasificación de los pigmentos orgánicos	31
8	Tonos de los colores amarillos utilizados en el presente trabajo	32
9	Análisis del color de las muestras de amarillos de Bencidina	33
10	Tonos de colores azules utilizados en el presente Trabajo	33
11	Análisis del color de las muestras azules de ftalocianinas de cobre	33
12	Parámetros bajo los cuales se realizaron los Análisis termogravimétricos (TGA) a las muestras de pigmentos	44
13	Parámetros bajo los cuales se obtuvieron los difractogramas de las muestras de pigmentos	44
14	Factor de forma promedio de los pigmentos Estudiados	52

15	Características del tamaño de los amarillos de bencidina	54
16	Características del tamaño de las ftalocianinas de cobre	54



UANL

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN

®

DIRECCIÓN GENERAL DE BIBLIOTECAS

LISTA DE FIGURAS

Figura	Descripción	Pag.
1	Representación esquemática de la frecuencia	6
2	Representación esquemática de la longitud de onda	7
3	Ubicación del espectro visible dentro del espectro electromagnético y su relación con las otras clases de radiación	7
4	La luz blanca se compone de diferentes ondas electromagnéticas, tal como lo demostró Sir. Isaac Newton en su experimento con el prisma	8
5	Diagrama de un cuerpo negro de cavidad esférica	9
6	Modificación de un haz de luz por el índice de refracción	10
7	Absorción de la luz por un material	10
8	La ley de Lambert establece que espesores iguales de material causarán cantidades de absorción. La ley de Beer establece que cantidades iguales de material causarán cantidades iguales de absorción	11
9	Dispersión de la luz por un material	12
10	La dispersión como una función del tamaño en un Pigmento típico	12
11	Esquema del ojo humano donde se aprecian los componentes que influyen en la visión a color	14
12	Clasificación de los pigmentos según su origen	22
13	Estructura tipo quinónica propuesta para el brazilin	26

14	Estructura aceptada para el ácido cármico	26
15	Forma colora e incolora del índigo	27
16	Estructura del amarillo de bencidina	34
17	Ftalocianina de cobre	37
18	Rejilla patrón utilizada para calcular el tamaño real de partículas a 4,000 X	46
19	Gráfica para determinar el tamaño de partícula por medio del MET. Las observaciones realizadas en el presente trabajo se realizaron de 50,000 X a 100,000 X	46
20	Comparación de los difractogramas de pigmentos amarillos	48
21	Comparación de los difractogramas de pigmentos azules	48
22	Imagen MET que muestra las partículas Constituyentes del pigmento AM1	49
23	Imagen MET que muestra las partículas constituyentes del pigmento AM2	50
24	Imagen MET que muestra las partículas constituyentes del pigmento AM3	50
25	Imagen MET que muestra las partículas constituyentes del pigmento AZ1	51
26	Imagen MET que muestra las partículas constituyentes del pigmento AZ2	51
27	Imagen MET que muestra las partículas constituyentes del pigmento AZ3	52
28	Histograma obtenido de las mediciones a partículas Del pigmento AM1	55
29	Histograma obtenido de las mediciones a partículas del pigmento AM2	55
30	Histograma obtenido de las mediciones a partículas del pigmento AM3	56
31	Histograma obtenido de las mediciones a partículas del pigmento AZ1	57

32	Histograma obtenido de las mediciones a partículas del pigmento AZ2	58
33	Histograma obtenido de las mediciones a partículas del pigmento AZ3	58
34	Imagen de MEB que muestran aglomerados y Partículas del pigmento AM1	59
35	Imagen de MEB que muestran aglomerados y partículas del pigmento AM2	60
36	Imagen de MEB que muestran aglomerados y partículas del pigmento AM3	60
37	Imagen de MEB que muestran aglomerados y partículas del pigmento AZ1	61
38	Imagen de MEB que muestran aglomerados y partículas del pigmento AZ2	61
39	Imagen de MEB que muestran aglomerados y partículas del pigmento AZ3	62
40	Gráfica obtenida por medio del TGA de la muestra AM1	63
41	Gráfica obtenida por medio del TGA de la muestra AM2	63
42	Gráfica obtenida por medio del TGA de la muestra AM3	64
43	Gráfica obtenida por medio del TGA de la muestra AZ1	65
44	Gráfica obtenida por medio del TGA de la muestra AZ2	65
45	Gráfica obtenida por medio del TGA de la muestra AZ3	66

RESUMEN AUTOBIOGRAFICO

Juan Francisco Hernández Paz

Candidato para obtener el grado de:

Maestra en Ciencias de la Ingeniería Mecánica con especialidad en Materiales.

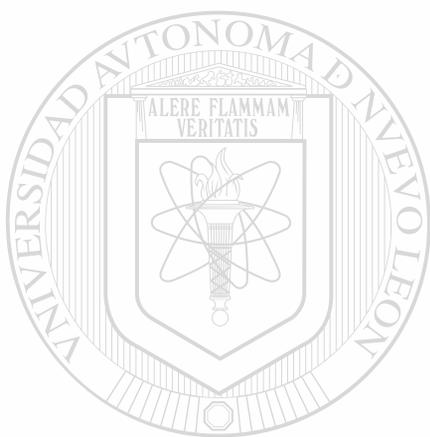
Tesis:

Estudio de pigmentos por medio de microscopía electrónica y análisis térmico

Juan Francisco Hernández Paz nació en Villahermosa, Tabasco, el día 30 de Diciembre de 1972. Cursó sus estudios profesionales en la Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica (FIME) y se tituló en 1994 como Ingeniero Mecánico Metalúrgico (IMM).

En Febrero de 1995 inicia sus estudios de Maestría en Ingeniería Mecánica con Especialidad en Ingeniería de Materiales.

Actualmente se desempeña como Gerente de Proyectos en CAINTRA-COMPITEC.



UANL

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN



DIRECCIÓN GENERAL DE BIBLIOTECAS



