

302827

1
24



UNIVERSIDAD MOTOLINIA, A. C.

ESCUELA DE QUIMICA

Con estudios incorporados a la U.N.A.M.

**CONTRIBUCION AL ESTUDIO DE LA SINTESIS DEL "SOL-
VENTE VIOLETA 8" O "BASE DE VIOLETA DE METILO"
COMO MATERIA PRIMA PARA LA FABRICACION
DE TINTAS PARA BOLIGRAFOS.**

**TESIS CON
FALLA DE ORIGEN**

T E S I S

Que para obtener el Titulo de
QUIMICO FARMACEUTICO BIOLOGO

p r e s e n t a

MARIA JOSEFINA AMPUDIA TOMMASI

MEXICO, D. F.

1 9 9 1



UNAM – Dirección General de Bibliotecas Tesis Digitales Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS © PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis está protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

INDICE

	pag.
Capítulo I. INTRODUCCION	
1.1. Planteamiento del problema	1
1.2. Objetivo	1
1.3. Hipótesis	2
Capítulo II. INFORMACION GENERAL SOBRE EL TEMA	
2.1. Generalidades de los colorantes	3
2.2. Materias primas y productos intermedios para la fabricación de colorantes artificiales del carbono.	7
2.2.1. Fuentes de materias primas	7
2.2.2. Productos intermedios	8
2.3. Clasificación y nomenclatura	8
2.3.1. Clasificación según su principal uso o aplicación.	10
2.3.2. Clasificación según su estructura química	12
2.4. Grupo de colorantes del Trifenilmetano	13
2.4.1. Reacción general de los colorantes del subgrupo del fucsonimonio	17
2.5. Descripción del "Solvente Violeta 8" o "Base de Violeta de Metilo"	18
2.5.1. Propiedades físicas del "Solvente Violeta 8"	20
2.5.1.1. Solubilidad	20
2.5.1.2. Solidez a la luz	23
2.5.1.3. Estabilidad en almacenamiento	23
2.5.2. Aplicaciones	23
2.6. Toxicidad de los colorantes	24

2.7. Tintas para bolígrafos	26
Capítulo III. PARTE EXPERIMENTAL	
3.1. Diseño del experimento	32
3.1.1. Diagrama para el método tradicional	35
3.1.2. Diagrama para el método modificado	36
3.1.3. Diagrama de la producción de tinta azul	37
3.2. Material, reactivos y equipo	37
3.2.1. Método tradicional	37
3.2.2. Tinta azul	39
3.3. Metodología	40
3.3.1. Técnica de producción del "Solvente Violeta 8" por el método tradicional	40
3.3.1.1. Fundamento	40
3.3.1.2. Método	41
3.3.1.3. Control de calidad	44
3.3.2. Producción de tinta azul para bolígrafos	45
3.3.2.1. Método	45
3.3.2.2. Control de calidad	45
3.4. Resultados	46
3.4.1. Obtención del "Solvente Violeta 8"	46
3.4.2. Producción de tinta azul	47
3.4.3. Pruebas de toxicidad	65
3.4.4. Estudio de costos	65
Capítulo IV. DISCUSION	69

Capítulo V. RESUMEN	78
Capítulo VI. CONCLUSIONES	80
BIBLIOGRAFIA	82
APENDICE	86
8.1. Producción del "Solvente Violeta 8" o "Base de Violeta de Metilo" por el método modificado.	86
8.1.1. Material, reactivos y equipo	86
8.1.2. Preparación de reactivos	87
8.1.3. Fundamento	89
8.1.4. Método	91
8.2. Prueba del Cobre	94
8.2.1. Material y reactivos	94
8.2.2. Preparación de reactivos	94
8.2.3. Fundamento	95
8.2.4. Método	95
8.3. Pruebas de control de calidad para el colorante	96
8.3.1. Determinación del pH	96
8.3.2. Porcentaje de partículas insolubles	98
8.3.3. Observación al microscopio	101
8.3.4. Espectro de absorción	102
8.3.5. Pruebas de toxicidad	105
8.4. Control de calidad para tinta de bolígrafo	106
8.4.1. Determinación de pH	106
8.4.2. Viscosidad	106

8.4.3. Escritura	107
8.4.4. Observación al microscopio	108
8.4.5. Cromatografía en papel	108
8.4.6. Espectro de absorción	111

INTRODUCCION

INTRODUCCION

1.1. Planteamiento del problema:

El " Solvente Violeta 8 " o " Base de Violeta de Metilo" es un colorante orgánico sintético, derivado de la N,N Dimetilnilina que se utiliza como materia prima en la fabricación de tintas para bolígrafos. Los requerimientos de este colorante (en si de todos los colorantes empleados en tintas para bolígrafos) son muy exactos, ya que las tintas para bolígrafos necesitan tener ciertas características específicas para la obtención de una buena escritura así como el buen funcionamiento del bolígrafo (que no gotee, que no se tape, etc). Dichas características dependen en gran parte de la buena calidad del colorante.

Actualmente los fabricantes de tintas para bolígrafos se encuentran con el inconveniente de que el "Solvente Violeta 8" fabricado en nuestro país no reúne los requisitos indispensables por lo que es necesario importarlo.

1.2. Objetivo:

Contribuir al estudio de la síntesis del "Solvente Violeta 8" o "Base de Violeta de Metilo" en el laboratorio, con miras a implementar, a posteriori, su producción a escala

industrial, teniendo la pretención de obtener un producto que reuna los requisitos necesarios para poder ser utilizado en la elaboración de tintas para bolígrafos.

1.3. Hipótesis:

Con una técnica cuidadosa y reproducible puede obtenerse a escala laboratorio, un producto de alta calidad, cuyas constantes físicas y químicas puedan ser obtenidas sin variaciones de importancia, el cuál se podrá fabricar posteriormente a nivel industrial, lo que abre un nuevo campo de acción en México, ya que no será necesario importarlo.

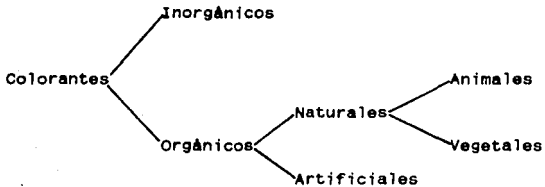
**INFORMACION GENERAL
SOBRE EL TEMA**

INFORMACION GENERAL SOBRE EL TEMA

2.1. Generalidades de los colorantes

Se conoce como colorantes a las sustancias capaces de comunicar a otras una coloración determinada, ya sea la que poseen o la que pueden producir en ciertas condiciones.(9)

Los colorantes se clasifican en:



La causa determinante del color de los cuerpos es la absorción selectiva de las radiaciones del espectro visible; así será rojo el cuerpo que absorba todas las radiaciones del espectro menos las correspondientes al rojo, y aparece anaranjado el que absorbe todas las radiaciones, menos las correspondientes al rojo y al amarillo. Como sólo se percibe una zona muy reducida de radiaciones (400-800nm) y el número de las conocidas actualmente es muy considerable, resulta que la noción del color es muy relativa y restringida.(5)

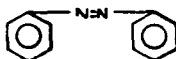
Existe una diferencia esencial entre un cuerpo coloreado y una materia colorante; el primero, aunque está dotado de color, no es capaz de comunicarlo a otros cuerpos, y si se empleara para colorearlos, sólo se lograría revestir la superficie de los mismos en forma de pigmentos, como ocurre con las pinturas y ciertos estampados. En cambio la materia colorante penetra en el interior de las fibras, impregnándolas y formando con ellas un todo homogéneo que tiene el carácter de combinación química, por lo que es difícil de eliminar posteriormente.

La materia colorante o cuerpo colorante debe contener ciertos grupos atómicos, generalmente sencillos y dotados de enlaces dobles, llamados "cromóforos", que comunican coloración al edificio molecular en que se encuentran. Este edificio molecular debe ser rico en carbono, ya que en caso contrario los cromóforos no ejercerían influencia; por esto en la serie acíclica son muy pocos los compuestos coloreados. Los principales "cromóforos son":(5)

-NO	nitroso
-NO ₂	nitro
-N=N-	azo
-N=N- O	azoxi
=C=C=	etélico
=C=O	carbonilo

=C=NH	imino
=C=S	tio

Al conjunto del grupo "cromóforo" con el núcleo cíclico que lo contiene se denomina grupo "cromógeno", que no es todavía materia colorante sino sólo, cuerpo coloreado. Por ejemplo: el cromóforo -N=N-, uniéndose con el núcleo bencénico, forma el respectivo "cromógeno":



Para formar la materia colorante es necesario que en la molécula del cromógeno se encuentren otros grupos, los llamados "auxocromos", los cuales comunican al cromógeno propiedades ácidas o básicas. Algunos ejemplos de auxocromos son:

- COOH carboxilo
- SO₃H sulfónico
- CO - A acilo
- OH oxhidrilo
- NH₂ amino
- NR₂ amino

u otros grupos análogos

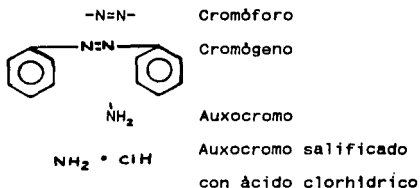
Donde A = radical acíclico o cíclico

 R = radical alcohilo o arilo

El verdadero colorante, resulta de salificar los auxocromos, con álcalis si son de naturaleza ácida y con ácidos si son de naturaleza básica. Ejemplo:



Amarillo de Anilina (clorhidrato de aminobencenazobenceno)



En una materia colorante puede haber varios auxocromos; ciertos auxocromos llamados "batocromos" tienden a oscurecer el color de la sustancia derivándolo hacia el verde, violado, azul o negro, (generalmente grupos NH_2^+ , OH^- , alcoholos y arilos). Otros auxocromos llamados "hipsocromos" tienden a aclarar el color, de rojo, anaranjado, amarillo o incoloro, (generalmente grupos acilos como: $-\text{CO}-\text{R}$, $-\text{CO}-\text{A}$ etc., donde R=radical alcoholo o arilo y A=radical acíclico o cíclico).

Existe una relación entre el peso molecular del colorante, el número de auxocromos (batocromos e hipsocromos) y su coloración, en general puede decirse que para el mismo número de auxocromos, los colorantes de un mismo tipo tienden tanto mas a oscurecer cuanto mas elevado sea el peso molecu-

lar de los núcleos del cromógeno que contenga la molécula del colorante.(5)

2.2. Materias Primas y Productos Intermedios para la fabricación de colorantes artificiales del carbono:

Los precursores de los colorantes son llamados "productos intermedios", que se obtienen por medio de una variedad de reacciones químicas, a partir de simples materias primas, que usualmente son compuestos cíclicos aromáticos tales como: benceno y naftaleno.(13)

2.2.1. Fuentes de materias primas:

Las materias primas derivan de dos fuentes principales: el alquitrán de hulla y el petróleo.

El alquitrán de hulla resulta de la pirólisis del carbón y se obtiene principalmente como un subproducto en la manufactura del "coque" para la industria del acero, los productos recuperados de la destilación fraccionada del alquitrán de hulla han sido las materias primas tradicionales para la industria de los colorantes, contenidos en la parte oleosa de los líquidos destilados, que constituye aproximadamente el 40% del destilado total; entre los compuestos más importantes se encuentran: benceno, tolueno, xileno, naftaleno, antraceno, pireno, piridina, carbasol, fenol y cresol.

La industria del petróleo es ahora la mayor fuente de

benceno, tolueno, xileno y naftaleno, el petróleo desplazó al alquitrán de hulla como la principal fuente de estos compuestos aromáticos después de la Segunda Guerra Mundial, porque era relativamente barato y abundantemente disponible.(5,13)

2.2.2. Productos Intermedios:

Los productos intermedios son derivados halogenados, nitrados, nitrosados, sulfonados y aminados de las materias primas, así como los que resultan de la coexistencia en una misma molécula de varias de dichas funciones y de la combinación de ellos con radicales alcohólicos y diversos productos de oxidación y reducción.(1)

2.3. Clasificación y nomenclatura:

El número de colorantes que prepara la industria es muy alto, alrededor de 8000 químicamente diferentes (9); antiguamente eran llamados "colorantes de anilina" por ser la anilina el compuesto a partir del cual se obtuvieron los primeros colorantes artificiales, años más tarde al lograrse la síntesis de la Alizarina y compuestos con propiedades semejantes a ésta, se estableció la distinción entre: "Colorantes de Anilina" y "Colorantes de Alizarina", hace muchos años era posible incluir a todos los colorantes en estos grupos pero actualmente no bastan para clasificarlos.(9)

Desde el punto de vista de sus propiedades tintoreas, se

dividen en "sustantivos y adjetivos", los primeros tienen la propiedad de teñir las fibras directamente sin el auxilio de otro producto; los "adjetivos" son los que para actuar sobre las fibras necesitan que éstas hayan sido tratadas por diversos compuestos químicos, llamados "mordientes", que tienen la propiedad de formar una combinación con el colorante, denominada "laca", que puede fijarse sobre la fibra y colorearla; no todos los colorantes son sustantivos o adjetivos para las diversas fibras, puesto que se comportan de distinto modo según se trate de fibras animales o vegetales.(5)

Los colorantes "monogénicos" son los que dan siempre el mismo color, que sólo puede variar en intensidad y "poligénicos" son los que dan distintos colores según el mordiente con que se fijan.(11)

De toda esta clasificación no queda hoy más que sus nombres, algunos de los cuales se usan para expresar ciertas cualidades de los colorantes.

Actualmente el sistema de clasificación dual usada en el "Color Index" (CI) es aceptado internacionalmente por las industrias que fabrican colorantes y las que los emplean como materias primas para la fabricación de otros productos (20), éste fué adoptado en la segunda edición de 1956, y prevalece en la tercera edición de 1971; este sistema agrupa a los colorantes de acuerdo a su clase química con un número CI para cada compuesto químico y de acuerdo a su uso o aplicación con un nombre CI para cada uno, sea elaborado por uno o varios

fabricantes, este nombre CI del colorante se deriva de la clase de aplicación a la que pertenece, el matiz y un número secuencial, ejemplos: CI Acid Yellow 3, CI Basic Blue 41, CI Solvent Violet 8, (CI Amarillo Acido 3, CI Azul Básico 41 y CI Solvente Violeta 8, respectivamente). El nombre comercial de un colorante generalmente también está compuesto de tres partes, la primera es la marca usada por el fabricante en particular para designar la clase del colorante y su fabricante, la segunda es el color, y la tercera es una serie de letras y números usados como una clave para definir el matiz y para indicar las propiedades importantes que posee el colorante; las letras claves usadas por diferentes fabricantes no están estandarizadas, lo que puede causar confusión en la identificación de los mismos. El sistema CI elimina esta incertidumbre ya que contiene un sistema de agrupación de matices en forma de hexágono, en donde los colores primarios y secundarios ocupan un segmento de dicha figura y los colores terciarios se encuentran dentro de las áreas de los colores primarios; si la fórmula del colorante ha sido dada a conocer por el fabricante, entonces se le asigna un número CI de cinco dígitos (13,20).

2.3.1. Clasificación según su principal uso o aplicación:

- Colorantes Acidos: Son colorantes aniónicos solubles en agua, con aplicación en nylon, lana, seda, acrílicos modifi-

cados, papel, piel, alimentos y cosméticos.

- **Colorantes Básicos:** Son colorantes catiónicos, solubles en agua, con aplicación en, acrílicos modificados, nylon modificado, poliésteres modificados y papel; su uso original era para seda, lana, y algodón con mordientes tánicos. Algunos presentan actividad biológica y son usados en medicina como antisépticos.

- **Colorantes Directos:** Son colorantes aniónicos, solubles en agua, su aplicación principal es en algodón y celulosa regenerada, papel, piel, etc.

- **Colorantes Dispersos:** Colorantes no iónicos, generalmente insolubles en agua, se usan en poliéster, nylon, diacetato y triacetato de celulosa y fibras acrílicas, por su uso en fibras sintéticas este grupo ha crecido mucho, y se le ha dado mucha importancia.

- **Colorantes Reactivos:** Son colorantes que forman un enlace covalente con la fibra, generalmente algodón, lana o nylon.

- **Colorantes Sulfurosos:** Poco solubles en agua, en solución de sulfuro tiñen directamente el algodón, pero el color no se desarrolla hasta que se oxida el colorante sobre la fibra.

- Colorantes Tina: Colorantes insolubles en agua, que se aplican principalmente en fibras celulósicas como leuco-sales después de su reducción en un baño alcalino, generalmente con formas ceto-hidrosulfitos, se reoxidan y se regenera el colorante insoluble.

- Colorantes Solventes: Su mayor aplicación es en, gasolina, barnices, lacas, tintas, grasas, aceites y ceras; su modo de aplicación es disolviéndolo directamente en el sustrato, las principales clases químicas de este grupo son: azo, trifenilmetano, antraquinona y ftalocianina.

- Colorantes para mordientes: Tiñen lana, piel y aluminio anodizado; se aplican en conjunción de sales de Cromo.

2.3.2. Clasificación según su estructura química:

Esta clasificación se basa en la comparación de los diferentes cromógenos, cada grupo puede clasificarse en subgrupos, según los auxocromos que contengan y las propiedades que de ellos deriven; teniendo en cuenta que los núcleos de los colorantes pueden pertenecer a la serie bencénica o a la serie heterocíclica, se forman dos grandes familias: Homocíclica y Heterocíclica.(5,14,20)

Colorantes Homocíclicos: 1.- Nitroso

2.- Nitro

- 3.- Azo
- 4.- Estilbeno
- 5.- Difenilmetano
- 6.- Trifenilmetano
- 7.- Metina y Polimetina
- 8.- Indamina e Indofenol
- 9.- Aminocetona
- 10.-Hidroxicetona
- 11.-Antraquinona

Colorantes Heterociclicos: 12.-Xanteno

13.-Acridina

14.-Quinoleina

15.-Tiazol

16.-Azina

17.-Oxazina

18.-Tiazina

19.-Sulfurosos

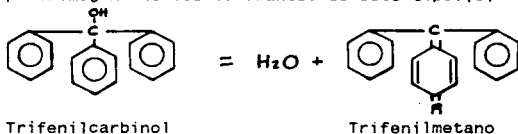
2.4. Grupo de colorantes del Trifenilmetano:

El grupo de colorantes del trifenilmetano es uno de los más grandes e importantes, al cual pertenece el "Solvente Violeta 8" o "Base de Violeta de Metilo".

El trifenilmetano es el hidrocarburo fundamental de esta

serie de colorantes que fueron unos de los primeros en conocerse.

La verdadera base de las materias colorantes de este nombre no es el trifenilmetano, sino su derivado oxigenado, llamado trifenilcarbinol, es decir el alcohol terciario correspondiente; este alcohol pierde una molécula de agua y se transforma en un compuesto de estructura quinónica, que forma el grupo cromógeno de los colorantes de este tipo.(5)



Este grupo cromógeno tiene sus enlaces dobles unidos por un lado al carbono terciario del trifenilmetano y por el otro pueden estar saturados por un átomo (R) de oxígeno o por un grupo amino que constituyen los cromóforos, resultando en consecuencia dos subgrupos de derivados: Fucsona y Fucsonimonio respectivamente.(5)

El subgrupo de la fucsona, como tiene carácter ácido, deberá llevar auxocromos de la misma clase, éstos serán por consiguiente, grupos fenólicos OH^- . En cambio, el subgrupo del fucsonimonio, dada su alcalinidad, contendrá auxocromos alcalinos, como los NH_2 y sus derivados sustituidos.

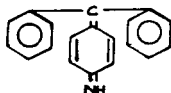
La formación de los colorantes correspondientes a los dos subgrupos, fucsona y fucsonimonio, provistos de sus auxocromos, es consecuencia de la acidez o alcalinidad respec-

tivas de los mismos. Los del grupo de la fucsona se neutralizan con sosa y los del fucsonimonio, con ácido clorhídrico. (5,14)

Los derivados OXHIDRILADOS (subgrupo de la fucsona) también conocidos como derivados del ácido p-rosólico, no tienen función ácida, sino que es un alcohol-fenol, el cual por pérdida de agua produce el grupo quinónico dando origen a la materia colorante.(5)

Los derivados AMINADOS (subgrupo del fucsonimonio), son los colorantes más importantes del grupo del trifenilmetano, a este subgrupo pertenece el "Solvente Violeta 8" o "Base de Violeta de Metilo"; sus grupos auxocromos pueden ser grupos NH y los derivados alcohólicos y arílicos de los mismos.(5)

El fucsonimonio es un compuesto coloreado por sí mismo, capaz de formar sales rojas-anaranjadas.(14)



Fucsonimonio

La introducción de un grupo amino en uno de los núcleos bencénicos, en la posición para del carbón metílico, produce el primer colorante verdadero de esta serie, "Violeta Doebner"; la entrada de un segundo grupo amino al otro núcleo bencénico da la p-rosanilina (CI 676, azul-rojizo).(14)

Existe una relación entre el color de estos derivados y la naturaleza de los grupos amínicos que contienen, por lo

que se han clasificado en cuatro series:

A. Serie triaminada: Cuando los tres núcleos llevan grupos aminos que no están sustituidos por ningún radical. El color del compuesto es rojo.

B. Serie alcoholdiaminada: Si sólo dos núcleos tienen función amino, pero los hidrógenos del grupo amino están sustituidos por alcoholes, no importando que el tercer núcleo tenga otra función, exceptuando la de amina. Los compuestos de esta serie son verdes.

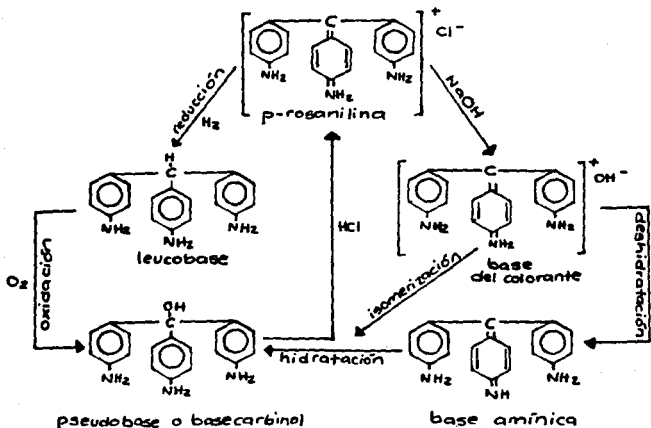
C. Serie alcoholtriaminada: Si los tres núcleos bencénicos tienen función amina, con los hidrógenos sustituidos por alcoholes, el producto tiene color violáceo, que va tendiendo a azulado, conforme se va elevando el peso molecular del radical sustituyente. A esta serie pertenece el "Solvente Violeta 8" o "Base de Violeta de Metilo".

D. Serie arilaminada: Los grupos aminos presentan sustituidos los hidrógenos por grupos arilos, tanto de grupos monobencénicos como polibencénicos (derivados del naftaleno). Son insolubles en agua, y tienen color azul.

2.4.1. Reacción general de los colorantes del subgrupo del fucsonimonio: (14)

Los colorantes del subgrupo del fucsonimonio por reducción forman una "leucobase", que es incolora, ésta por oxidación, pasa a ser la "pseudobase" o base carbinol, la cual tratada con un ácido regenera la materia colorante, misma que al ser tratada con sosa forma la base del colorante.

La reacción general de estos colorantes se ejemplifica con la p-rosanilina:

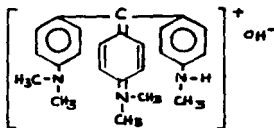


En general la base del colorante tiene una existencia transitoria en solución, ésta se isomeriza rápidamente a la

"pseudobase" o base carbinol. En algunos casos la base amí-
nica, producto de la deshidratación de la base del colorante,
es lo suficientemente estable para su aislamiento y caracte-
rización.(14)

2.5. Descripción del "Solvente Violeta 8" o "Base de Violeta de Metilo":

Es un colorante artificial del carbono, perteneciente
al grupo del trifenilmetano, subgrupo del fucsonimonio, serie
alcoholtriaminada; su número del Color Index es CI 42535:1, y
su nombre CI Solvente Violeta 8. Es la base libre de un co-
lorante básico y su fórmula es:



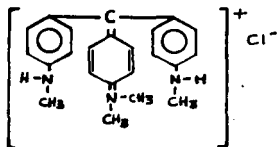
Es la base libre de la sal del trimetil-diamino-dimetil
fucsonimonio pudiendo contener los dimetil y tetrametil de-
rivados. También se le llama, base libre de la sal de
N-pentametil-p-rosanilina, mezclada con los N-hexa y N-tetra
derivados.

Se obtiene oxidando una disolución fenólica de N,N-dime-
tilanilina por medio de sulfato cúprico, salificando el com-
puesto resultante con un ácido mineral y tratando esta sal

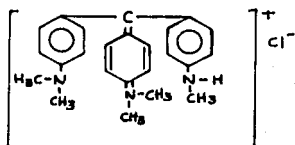
con hidróxido de sodio.

El precursor de este colorante es el Violeta de Metilo o clorhidrato de N-pentametil-p-rostanilina (CI 42535, CI Basic Violet 1), que por la acción de la sosa, se convierte en su base libre, siendo este producto el "Solvente Violeta 8" o "Base de Violeta de Metilo".

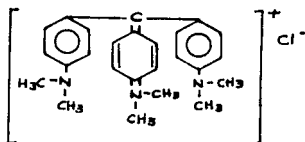
Usualmente se toman como sinónimos el: Violeta de Metilo, Violeta de Genciana y Cristal Violeta; todos estos compuestos tienen propiedades terapéuticas, pero presentan ciertas diferencias. El Cristal Violeta es casi en su totalidad N-hexametil-p-rostanilina, el Violeta de Metilo es casi puro N-pentametil-p-rostanilina (con pequeñas cantidades de los N-hexa y N-tetrametil derivados) y el Violeta de Genciana es una mezcla de N-pentametil y N-hexametil-p-rostanilina, es decir, una mezcla de Cristal Violeta y Violeta de Metilo. Los N-hexa y N-pentametil derivados son terapéuticamente equivalentes, el Violeta de Genciana es el que mas se usa, aunque el Cristal Violeta se puede obtener con mayor pureza de una manera mas fácil. (16)



N-tetrametil-p-rostanilina



N-pentametil-p-rosanilina (Violeta de Metilo)



N-hexametil-p-rosanilina (Cristal Violeta)

2.5.1. Propiedades físicas del "Solvente Violeta 8"

Las principales propiedades físicas que presenta este colorante son:

2.5.1.1. Solubilidad:

El "Solvente Violeta 8" o "Base de Violeta de Metilo", no es soluble en agua, pero si en ácidos grasos como el ácido oléico, ácido esteárico, etc. En cambio el Violeta de Metilo si es soluble en agua, debido a que se encuentra en la forma salina.

En el cuadro I se indica la solubilidad del colorante en

diferentes disolventes orgánicos.

Cuadro I: Solubilidad del "Solvente Violeta 8"

Solvente Violeta 8 (g)	Disolvente (1 lt)
30	Etano 99.5%
12	Diglicol
400	Alcohol bencílico
300	Fenilalcohol
145	Etildiglicol
20	Butildiglicol
20	Dipropilenglicol
25	1,2 Propilenglicol
80	Acetona
150	Metileticetona
1	Metilbenceno
0,5	Tolueno
-	Bencina
300	Etilglicol
20	Benceno

La determinación se efectúa adicionando el colorante poco a poco al disolvente correspondiente hasta que al agitar a la temperatura ambiente queda un residuo de colorante sin disolverse.(3)

El tono de la base colorante (Solvente Violeta 8) disuelta, corresponde al del colorante básico (Violeta de Metilo) del cual está constituida. Generalmente, las bases colorantes sólo están débilmente coloreadas y para que desarrollen toda su intensidad de color, es necesario disolverlas, en un exceso de ácidos grasos como oleina y estearina, las sales así obtenidas se pueden disolver perfectamente en oleina, estearina, grasas y ceras. Otros agentes solubilizantes que también resultan apropiados son las ceras ácidas, resinas, etc., pero en tales casos es conveniente el empleo conjunto de disolventes, como por ejemplo, algunas sus-

tancias aromáticas.(3)

El procedimiento para la disolución es: Para la elaboración de soluciones de bases de colorantes es necesario primeramente mezclar homogéneamente la base colorante con el agente solubilizante, si este último es líquido a temperatura ambiente, por ejemplo oleína, entonces hay que empastar cuidadosamente a la base colorante con la oleína antes de calentar, con objeto de evitar la formación de grumos de colorante. A continuación se calienta la mezcla hasta su total disolución. Al disolver en oleína las bases colorantes de color, se recomienda no sobrepasar mucho la temperatura de 70°C, sobre todo cuando son necesarios para la disolución largos periodos de tiempo.(3)

Al investigar el cambio de color de las bases colorantes durante 24 horas a las temperaturas de 95°C y 50°C, se encuentra que el Solvente Violeta 8 a 50°C no perdió color, en cambio, a 95°C, su color se debilitó un poco.(3)

Soluciones en oleína: Las bases colorantes pueden disolverse una parte de colorante por dos a cinco de oleína, en el caso de la Base de Violeta de Metilo, esta proporción es 1 a 3.(3)

Cuando se usa la oleína sola como disolvente es necesario una cantidad superior a la de la relación estequiométrica para conseguir disoluciones de viscosidad suficientemente baja, en cambio cuando se emplean conjuntamente disolventes (sustancias aromáticas, aceites minerales, alcoholes supe-

riores, ésteres glicólicos), es suficiente una cantidad de oleina considerablemente menor, por ejemplo, se logran disoluciones perfectas utilizando de 0.5 hasta 1 parte de oleina, por una parte de base colorante.(3)

2.5.1.2. Solidez a la luz

Las bases colorantes, al igual que los colorantes básicos que las constituyen, tienen una solidez a la luz moderada, así las bases negras tienen mejor solidez que las de color.

2.5.1.3. Estabilidad en almacenamiento

El "Solvente Violeta 8" al igual que todas las bases colorantes, almacenado en seco puede conservarse por tiempo indefinido, no es sensible a las heladas, y al igual que la mayoría de los compuestos orgánicos, es un combustible, por lo cual se requiere tener los cuidados específicos.

2.5.2. Aplicaciones

El Solvente Violeta 8, se utiliza principalmente para la elaboración de: tintas de imprenta, cintas para máquinas de escribir, tintas para rotuladores, tintas para bolígrafos, y papel carbón (3). El colorante básico que constituye a esta

base colorante, es decir el Violeta de Metilo presenta propiedades terapéuticas. El Violeta de Genciana (mezcla de Violeta de Metilo y Cristal Violeta) es un importante antibacteriano, antifúngico y antihelmíntico, además presenta la propiedad de formar un precipitado con tejido necrótico, por lo que se utiliza en el tratamiento de quemaduras y otitis externa. La solución acuosa, de los derivados N-tetra, N-penta y N-hexametil-p-rosanilina presenta los mismos usos que el Violeta de Genciana.(16)

2.6. Toxicidad de los colorantes

Hace mucho tiempo que ha sido reconocida la naturaleza tóxica de algunos colorantes y productos intermedios; por lo cual ha sido necesario controlar el uso indiscriminado de éstos.

La primera regulación data de Agosto de 1886, en que mediante un acta del Congreso estadounidense se permitió el uso de un colorante en mantequilla (13). En 1906, el acta de Alimentos y Medicamentos Americano, estableció que el uso de los colorantes en alimentos debería estar bajo la supervisión del gobierno, y así los colorantes que se consideraban inofensivos, como el amarillo cromo y el rojo plomo, usados en caramelos, fueron prohibidos por causar envenenamiento (13). A partir de ese momento se creó una lista de colorantes cer-

tificados para terminar así con el uso exagerado de colorantes impuros y tóxicos en alimentos; siete colorantes fueron aceptados después de una investigación bibliográfica exhaustiva de la química y toxicidad de estos colorantes derivados del alquitrán de hulla, así como de su respectivo análisis químico; algunos ejemplos de los colorantes permitidos son: Amaranto, Eritrosina, Anaranjado 1, Amarillo naftol, etc., y a esta lista se le añadieron muchos otros al cabo de los años.

En 1940, el Congreso de E.U.A. estableció el acta de Alimentos, Medicamentos y Cosméticos, la cual prohibía el uso de colorantes que no fuera certificado por ellos; los colorantes se dividieron en tres grupos según su uso permitido:

- 1.- Colorantes FD&C, certificados para usarlos en alimentos, medicamentos y cosméticos.
- 2.- Colorantes D&C, para medicamentos y cosméticos.
- 3.- Colorantes D&C externos, para medicamentos y cosméticos de uso externo.

En el periodo de 1930-1960 se presentó una gran incidencia de tumores malignos y benignos en trabajadores expuestos al contacto con ciertos colorantes y productos intermedios, los compuestos involucrados fueron: 2-naftilamina, 4-amino-bifenilo, bencidina, fucsina (CI Basic Violet 14), auramina (Solvente Amarillo 2); por esta razón las regulaciones son más exigentes y son controlados por la FDA (Food and Drug Administration), la cual exige a los fabricantes de coloran-

tes un análisis completo de sus productos dándoles un plazo de 2 años y medio, para clasificarlos y así poder incluirlos en una de sus tres categorías: a) colorantes certificados, b) colorantes provisionales (que se deben estudiar más a fondo, ya que los efectos cancerígenos se presentan después de mucho tiempo de exposición) y c) colorantes no certificados o prohibidos.(13)

En México, el Diario Oficial y el Código de Salud reportan los colorantes cancerígenos y prohíben su uso; estos documentos se basan en gran parte en los reportes de la FDA, es decir si un colorante es certificado por esa autoridad, la Secretaría de Salubridad y Asistencia permite su uso en México.

El "Solvente Violeta 8" se encuentra en la categoría de los colorantes provisionales ya que no se ha clasificado como tóxico ni cancerígeno, pero como se trata de una materia prima de tintas para bolígrafos y éstos están en contacto con adultos y niños que tienden a llevarse a la boca o rayarse la piel, sería conveniente estudiarlo más a fondo para comprobar su seguridad.

2.7. Tintas para bolígrafos

Se pueden definir las tintas para bolígrafos como, "Soluciones concentradas de colorantes en disolventes de alto

punto de ebullición".(4,8,10)

A finales de los años 40' la venta de bolígrafos era una novedad, se vendía a \$15 (US) cada uno, y la tinta usada era de base oleosa, generalmente derivada de las tintas para imprenta (8). Estas tintas tenían un secado lento y en consecuencia al escribir se corría fácilmente cuando se le pasaba algo encima, y además tendía a gotear, es decir se salía del bolígrafo, por el punto. Como resultado de la mala calidad de la escritura y del punto, los bolígrafos continuaron simplemente como una novedad.

En los años 50', se elaboraron las primeras tintas de secado rápido, que no se corrían al escribir (8). Durante este periodo de tiempo, también se trabajó mucho para mejorar el punto. Actualmente este es el tipo de tinta que se utiliza, la cual, junto con la estructura del bolígrafo, han sido estudiadas y mejoradas. La tinta de secado rápido, debe presentar las siguientes características: buena solidez a la luz, resistencia al agua, y buena vida de anaquel.(8)

Debido a ciertas características mecánico-estructurales de un bolígrafo, se presentan ciertos problemas en el desarrollo de las tintas: El colorante no debe precipitar, ni cristalizar y la tinta no debe presentar sustancias insolubles, ya que el espacio libre entre la bala y el socket varía entre 1 a 5 micrones (dependiendo del bolígrafo) y cualquier partícula taponaría este espacio, y la tinta no correría libremente; la tinta debe ser lo suficientemente viscosa, para

que no se salga del bolígrafo. (10)

Hablando en general, la viscosidad debe ser de 8000-25000 centipoises y preferentemente entre 12000-20000 centipoises (10); antes, esta viscosidad se obtenía usando ciertos colorantes "constructores de viscosidad", muy caros, lo que elevaba el costo de la tinta; actualmente las tintas se pueden fabricar a un costo relativamente bajo, minimizando la cantidad de colorantes y usando una resina insoluble en agua para modificar la viscosidad, dicha resina mejora la solidez de la escritura, y añadiendo ácidos grasos puede mejorar más aún la calidad (10).

Las tintas para bolígrafos son estables por periodos de tiempo prolongados, aún cuando se expongan a las condiciones y temperatura del medio ambiente. La tinta no debe escurrir del repuesto, y debe dar una escritura regular aún cuando se guarde por mucho tiempo o se haya expuesto a condiciones ambientales.

Las tintas para bolígrafos están formadas por:

- a) Resinas (insolubles en agua)
- b) Colorantes (insolubles en agua)
- c) Disolventes (para la resina y el colorante)

a) Las resinas útiles para este tipo de tintas, tienen en general las siguientes características: punto de ablandamiento entre 70-175°C, peso molecular entre 500-4000, número de acidez entre 0-200. Además debe ser soluble en disolventes

tales como glicoles y ésteres glicólicos. Algunos ejemplos de resinas son: Polyol X 450, que es un copolimero de estireno y un alilalcohol, PVP K-30 que es Polivinilpirrolidona, resinas alquídicas como el Ftalopal, resinas epóxicas del tipo EPON, y resinas derivadas de la Rosina.(10)

La cantidad de resina debe de ser la suficiente para obtener una viscosidad de 8000-25000 cps (preferentemente 12000-20000 cps); la cantidad precisa de resina usada para obtener la viscosidad deseada, depende de ciertos factores, tales, como el tipo de resina a usar, el tipo de disolventes y el tipo de colorante. Hablando en general, la cantidad de resina usada constituye mas ó menos el 15-25% (en peso) de la tinta.(10)

b) La cantidad de colorantes que se debe usar, es aquella que proporcione a la tinta el color suficiente para obtener una escritura satisfactoria, esta cantidad puede variar entre el 20-50% (en peso) del total de la tinta.(10)

Los colorantes deben ser extremadamente solubles en disolventes especiales y no deben cristalizarse en la solución después de periodos largos de almacenamiento, deben contener una mínima cantidad de constituyentes insolubles, deben presentar solidez a la luz y ser resistentes a los compuestos químicos.(4,10)

c) Con respecto a los disolventes, se puede utilizar cualquiera, siempre y cuando sea mutuo para los colorantes y la resina; además, debe de tener una presión de vapor rela-

tivamente baja para evitar la evaporación, si esto ocurriera, la tinta se seca en el socket y el bolígrafo no se puede utilizar mas.(4)

Los disolventes más importantes que se usan en tintas para bolígrafos son: alcohol bencílico y especialmente glicol y ésteres glicólicos, el fenil-glicol ha tomado gran significancia, ya que en contraste con la mayoría de los glicoles y ésteres glicólicos no es higroscópico; esto es importante especialmente en países tropicales, porque bajo estas condiciones los colorantes y resinas de tintas higroscópicas tienden a precipitar como resultado de la absorción excesiva de humedad.(10)

Preferentemente se utiliza una mezcla de disolventes, un disolvente de "bajo punto de ebullición" (160-200°C) y un disolvente de alto punto de ebullición (230-275°C); la razón de esto es que, el disolvente de "bajo punto de ebullición" reduce la viscosidad de la tinta y proporciona un secado rápido en el papel; el disolvente de alto punto de ebullición permanece en la tinta aún cuando es expuesta a condiciones ambientales y previene el secado de la tinta, evitando así, la formación de una costra dura en la bala.(10)

El material del cartucho o repuesto (el contenedor de la tinta), también juega un papel importante en la selección del disolvente a utilizar; además del latón, los plásticos son muy utilizados para la elaboración de los repuestos, el polipropileno está siendo utilizado en una escala creciente,

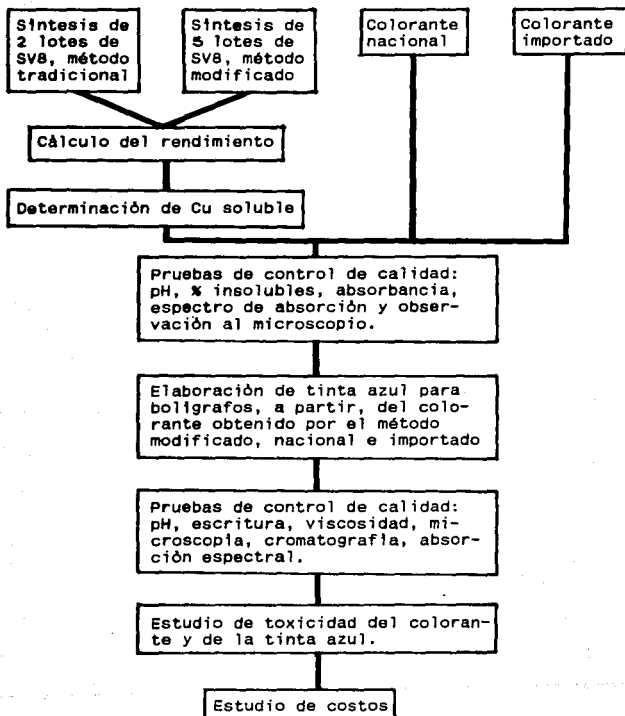
además del polietileno y PVC. El alcohol bencílico no se puede usar sólo en repuestos de polietileno, porque este disolvente tiende a migrar a través de estos plásticos, lo que ocasiona el secado de la tinta; se ha reportado que mezclas de alcohol bencílico y fenilglicol pueden ser usados en repuestos de polietileno; el polipropileno se usa generalmente para tintas que sólo contienen alcohol bencílico como disolvente. (10)

Las tintas para bolígrafos normalmente se elaboran de la siguiente manera: Primero se disuelven la (s) resina (s) requerida (s) en los disolventes, la temperatura a la que se lleva a cabo esta disolución depende del tipo de resina usada y puede ser superior a los 100°C. Después de esto se disuelven los colorantes en la solución de la resina, esto se debe llevar a cabo a una temperatura menor de 100°C, para prevenir cualquier descomposición del colorante. La tinta es centrifugada o filtrada (en caliente) con el fin de eliminar impurezas (sustancias insolubles). (10)

PARTE EXPERIMENTAL

PARTE EXPERIMENTAL

3.1. Diseño del experimento



Este trabajo se realizó en el laboratorio de control de calidad de la empresa Formulabs de México, S.A. bajo la dirección de la Quim. Raquel Cortez.

Para realizar la síntesis del "Solvente Violeta 8" o "Base de Violeta de Metilo" se utilizaron dos técnicas diferentes, una que se consideró como tradicional y otra como modificada, ambas se adaptaron para realizarse a escala en un laboratorio.

a) La técnica tradicional se seleccionó desde el punto de vista de la literatura consultada porque resulta ser una de las más usadas y está basada en que la oxidación se efectúa utilizando Sulfato de Cobre únicamente.

b) La técnica modificada consiste en utilizar como oxidantes el Clorato de Sodio y el Sulfato de Cobre.

Se prepararon 2 lotes por la técnica tradicional y 5 lotes con la técnica modificada para comparar resultados, por lo que se efectuó un cálculo del rendimiento y un control de calidad a todos los lotes, para lo cual se utilizó como referencia colorantes industriales, uno nacional y otro de importación.

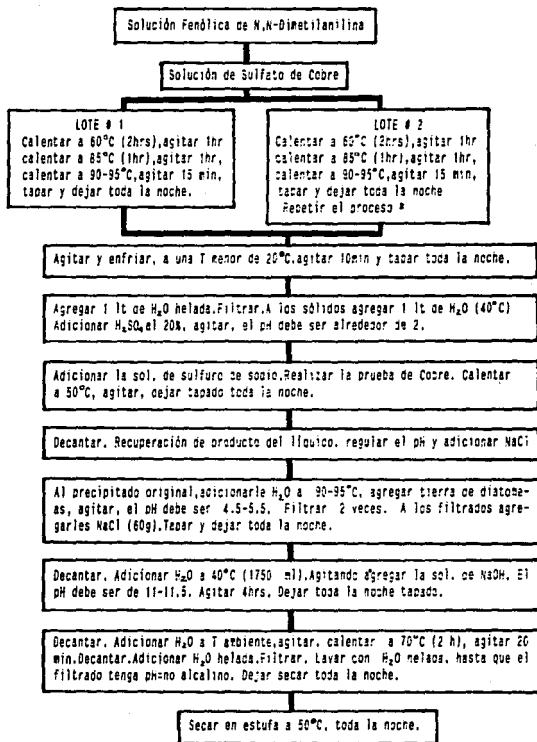
Una vez comprobada la calidad del colorante obtenido por la técnica modificada, se procedió a la preparación de tres lotes de tinta azul para bolígrafos uno con el colorante nacional, otro con el importado y el último con el obtenido por la técnica modificada; a dichos productos se les realizaron las pruebas correspondientes para la determinación de su ca-

lidad.

Así mismo se efectuaron las pruebas de toxicidad en conejos, tanto del colorante como de la tinta, estas pruebas fueron de irritación ocular, irritación dérmica y atoxicidad.

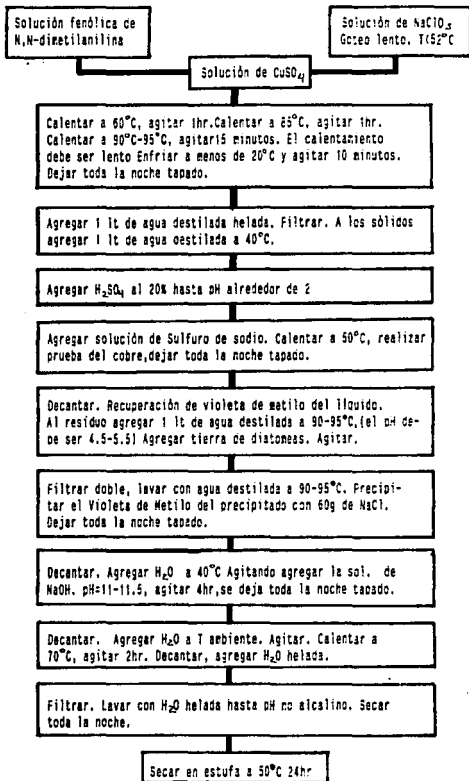
Finalmente se llevó a cabo un estudio comparativo de costos del colorante importado, nacional y de las materias primas de los productos obtenidos en el laboratorio a partir de las técnicas modificada y tradicional.

3.1.1. Diagrama para el método tradicional

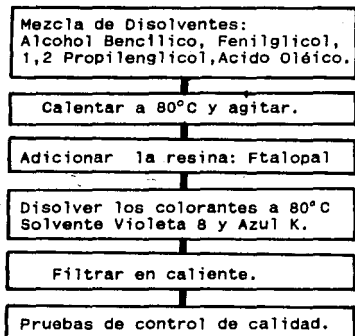


Nota *: En el lote 2 se manejó el doble de tiempo de reacción ya que el tiempo original no fué suficiente para que la reacción se llevara a cabo en su totalidad.

3.1.2. Diagrama para el método modificado.



3.1.3. Diagrama de la producción de tinta azul.



3.2. Material, reactivos y equipo

3.2.1. Método tradicional

Material de laboratorio:

- Matraz de vidrio de 2 lt, con chaqueta para baño de cuatro bocas.
- Vasos de precipitados de 50 ml, 250 ml, 1000 ml, 2000 ml y 4000 ml
- Matraces Erlenmeyer de 2000 ml y 4000 ml
- Embudo de vidrio
- Charola de aluminio
- Papel filtro Whatman 4

- Embudo de separación de 150 ml
- Soporte
- Anillo
- Termómetro de 50°C y 200°C
- Agitador de Vidrio

Reactivos para obtener 41 gramos de producto:

(todos son de grado industrial)

-N,N-Dimetilanilina (Dupond)	63 g
-Fenol (Central de Drogas)	4 g
-Sulfato de Cobre pentahidratado (Proveedor Científico)	45 g
-Cloruro de Sodio (Mexibras)	100 g
-Clorato de Sodio (Mexibras)	16 g
-Sulfuro de Sodio (Proveedor Químico Industrial)	24 g
-Acido Sulfúrico concentrado (J.T. Baker)	20 ml
-Tierra de diatomeas (Johns Manville)	18 g
-Carbonato de Sodio (Proveedor científico)	20 g
-Agua destilada	la necesaria
-Hielo	lo necesario

Equipo:

- Balanza granataria
- Potenciómetro
- Agitador mecánico
- Baño de agua
- Parrilla eléctrica

-Refrigerador

-Estufa

Nota: El material, reactivos y equipo del método modificado se especifican en el apéndice (8.1.1.)

3.2.2. Tinta Azul

Material de laboratorio:

- Vasos de precipitados de 250 ml y 500 ml
- Termómetro de 200°C
- Bolsa de poliéster (para filtrar)

Reactivos para obtener 217.4 g de producto:

(todos los reactivos son grado industrial)

- Alcohol Bencílico (Baker, reactivo analítico)	48 g
- Fenilglicol (Polioles)	48 g
- Acido oléico (Aceites Polimerizados)	10 g
- 1,2 Propilenglicol (Polioles)	10 g
- Azul K (BASF)	41.1 g
- Solvente Violeta 8	19.2 g
- Ftalopal (Mexibras)	41.1 g

Equipo:

- Agitador mecánico
- Chaqueta de calentamiento de asbesto

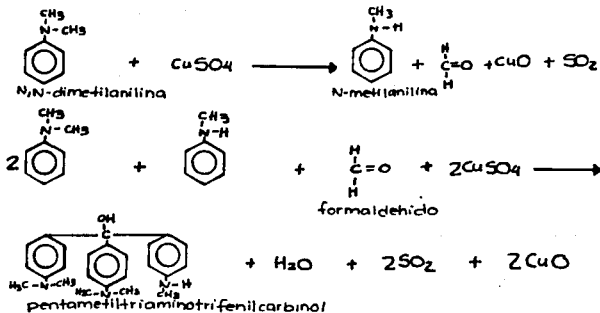
- Balanza granataria

3.3. Metodología

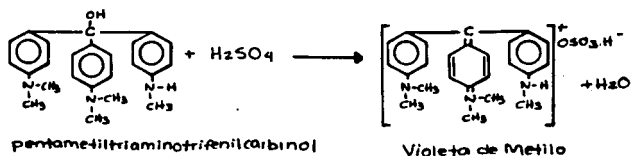
3.3.1. Técnica de producción del "Solvente Violeta 8" por el método tradicional.

3.3.1.1. Fundamento

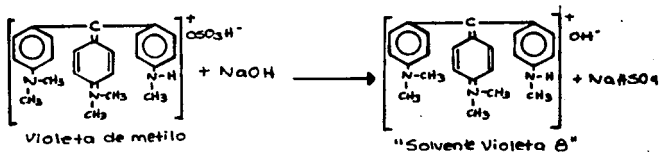
El fundamento químico de la técnica tradicional consiste en que la N,N-Dimetilanilina es oxidada por el sulfato de cobre II, resultando la N-metilanilina y formaldehído, estos compuestos más dos moléculas de N,N-dimetilanilina y dos moléculas de sulfato de cobre II producen el pentametiltriaminotriifenilcarbinol (pseudobase del colorante).



Al adicionar ácido sulfúrico, a este alcohol, se forma la estructura quinoidea y la sal de sulfato ácido de trimetildiaminodimetilfulconimonio, que es lo que se conoce como "Violeta de Metilo".



Por adición de hidróxido de sodio se forma la base del colorante, que es el "Solvente Violeta 8" o "Base de Violeta de Metilo".



3.3.1.2. Método

1.- Adicionar la solución fenólica de N,N-dimetilanilina (8.1.2) a la solución de Sulfato de Cobres (8.1.2) y agitar media hora a temperatura ambiente.

2.- LOTE # 1: Elevar la temperatura a 60°C lentamente (2hrs) con agitación continua, al llegar a esa temperatura agitar 1 hr, elevar la temperatura lentamente a 85°C (1hr), y agitar durante 1 hr a esa temperatura; elevar a 90-95°C y agitar 15 minutos. Enfriar y colocar en hielo y cuando la temperatura sea menor a 20°C agitar 10 minutos, tapar y dejar reposar toda la noche.

LOTE # 2: Llevar a cabo todo el proceso de calentamiento igual que en el LOTE # 1, con la diferencia de no poner en hielo, sino dejar enfriar a temperatura ambiente y tapar toda la noche. Al día siguiente repetir todo el proceso de calentamiento, y enfriar, poner en hielo hasta menos de 20 grados, agitar 10 minutos, tapar y dejar reposar toda la noche.

Nota: Esta duplicación del tiempo de calentamiento se debe a que al elaborar el primer lote se obtuvo muy bajo rendimiento y se pensó que al aumentar el tiempo de reacción la cantidad de producto obtenido sería mayor.

3.- Agitar y añadir 1 litro de agua destilada helada, filtrar y descartar el filtrado, regresar los sólidos al matraz, y adicionar 1 litro de agua destilada a 40°C con agitación continua.

4.- Adicionar 17.5 ml de la solución de ácido sulfúrico (8.1.2) y agitar.

5.- Adicionar la solución de sulfuro de sodio (8.1.2) lentamente, cuidando de que el pH sea 2, si no es así, adicionar más solución de ácido sulfúrico.

6.- Prueba del Cobre (8.2). Si es positiva, adicionar mayor cantidad de la solución de sulfuro de sodio y si es negativa, calentar a 50°C, agitar unos minutos, tapar y dejar reposar toda la noche.

7.- Decantar y del líquido recuperar el producto, para esto adicionar carbonato de sodio, hasta un pH=4-4.5, añadir 50 g de sal y guardar aparte.

8.- Al residuo del matraz, agregar 1 litro de agua destilada a 90-95°C, disolver el Violeta de Metilo agitando y checar que el pH sea de 4.5 a 5.5 (medir solamente a 25°C), si no es tal, adicionar carbonato de sodio.

9.- Adicionar 7.5 g de tierra de diatomeas, agitar, filtrar, y guardar el filtrado; regresar los sólidos al matraz, adicionar 1 litro de agua destilada a 90-95°C, agitar, filtrar de nuevo y lavar con dos porciones de agua destilada a 90-95°C de 100 ml cada una.

10.- Reunir los dos filtrados y añadir 60 g de cloruro de sodio, tapar y dejar reposar toda la noche. El Violeta de Metilo aparece como masa pastosa, de color verde metálico.

11.- Decantar y al precipitado agregar agua destilada a 40 C hasta un volumen de 1750 ml y agitar.

12.- Con agitación continua agregar la solución de hidróxido de sodio (8.1.2), hasta obtener un pH=11-11.5, agitar 1 hr y checar el pH, si es menor de 11, agregar más solución de hidróxido de sodio y si el pH es mayor que 11, agitar 4 hr más, tapar y dejar reposar toda la noche.

13.- Decantar hasta el nivel del sólido (NO FILTRAR), agregar agua destilada hasta el volumen original, agitar y subir la temperatura lentamente (1 hr) a 70°C, agitar 20 min a esa temperatura y añadir agua destilada hasta la capacidad del vaso, decantar y agregar agua destilada helada, hasta el nivel del vaso, agitar y filtrar.

14.- Lavar con agua destilada helada, hasta que el filtrado ya no sea alcalino y dejar secar toda la noche.

15.- Meter al horno, a 50°C durante 24hrs.

El rendimiento del producto debe de ser de 41 g.

3.3.1.3. CONTROL DE CALIDAD

Al colorante obtenido realizar las siguientes pruebas para determinar su calidad:

- pH
- % de insolubles
- Absorbancia
- Espectro de absorción
- Observación al microscopio

Para mayor claridad del contexto, las técnicas de control de calidad se describen en el apéndice (8.3)

3.3.2. Producción de tinta azul para bolígrafos

Se elaboraron tres lotes de tinta azul para bolígrafos, empleando un colorante nacional, uno importado y el obtenido en el laboratorio a partir de la técnica modificada. No fue posible elaborar tinta con el colorante obtenido por el método tradicional debido a su bajo rendimiento (tabla 1, pag.48).

3.3.2.1. Método

1.- Mezclar en un vaso de precipitados, 48 g de alcohol bencílico, 48 g de fenilglicol, 10 g de 1,2 propilenglicol, y 10 g de ácido oléico y agitar.

2.- Calentar a 80°C y adicionar 41 g de resina (ftalopál) y agitar hasta total disolución de la resina.

3.- Mantener la temperatura a 80°C, y agregar 41 g de Azul K y 19 g de "Solvente violeta 8", agitar hasta total disolución.

4.- Filtrar en caliente.

5.- Dejar enfriar a 25°C y hacer las pruebas de control de calidad.

3.3.2.2. Control de calidad

A la tinta así producida realizar las siguientes pruebas para determinar su calidad:

- pH
- viscosidad
- prueba de escritura
- observación al microscopio
- cromatografía
- espectro de absorción

Para mayor claridad del contexto, las técnicas de las pruebas aquí mencionadas se explican mejor en el apéndice. (8.5)

3.4. Resultados

3.4.1. Obtención del "Solvente Violeta 8"

Se elaboraron 7 lotes de "Solvente Violeta 8" en el laboratorio, 2 por la técnica tradicional: TI, TII y 5 por la técnica modificada: MI, MII, MIII, MIV, MV.

El rendimiento real obtenido en los lotes TI y TII fue muy bajo en comparación con los demás (tabla 1).

A los 7 lotes mencionados se les determinó la presencia de Cobre soluble después del tratamiento con sulfuro de sodio y en todos los casos el resultado fue negativo (tabla 2).

Los resultados de las pruebas de control de calidad de los lotes de "Solvente Violeta 8" obtenidos en el laboratorio se compararon con los de una muestra de colorante nacional

(Mexibras) y una de importación (BASF), como se puede apreciar en la tabla 3 , el lote TI y el nacional están fuera de especificaciones en cuanto al porcentaje de insolubles, absorbancia y observación al microscopio (ver especificaciones en 8.3).

En cuanto al espectro de absorción se puede apreciar en las gráficas 1 y 8 correspondientes a los lotes TI y nacional que no coinciden con la gráfica 9, que es la del patrón de referencia correspondiente al colorante de importación.

3.4.2. Producción de tinta azul

Se fabricaron 3 lotes de tinta azul, uno con el colorante nacional, otro con el de importación y uno más con el obtenido por la técnica modificada: 001N, 001I y 001M respectivamente.

La tabla 4 muestra los resultados de las pruebas de control de calidad, el lote 001N presentó una viscosidad muy alta por lo que no se le pudieron realizar las pruebas de escritura, así mismo, este lote no pasó las pruebas de observación al microscopio y absorbancia; si se comparan las gráficas 11 y 14, se puede apreciar que la primera no corresponde al patrón de referencia.

RENDIMIENTO:

El rendimiento teórico es 41 g. (6)

$$\text{El rendimiento real} = \frac{\text{rendimiento práctico}}{\text{rendimiento teórico}} \times 100$$

Tabla 1
RESULTADOS DE RENDIMIENTO

LOTE	Rendimiento práctico (g)	Rendimiento teórico (g)	Rendimiento real (%)
TI	1.7738	41	4.3263
TII	6.8884	41	16.8
MI	29.5163	41	71.99
MII	32.1874	41	78.5
MIII	31.2342	41	76.18
MIV	33.1237	41	80.789
MV	31.7245	41	77.376

Tabla 2
DETERMINACION DE COBRE SOLUBLE

LOTE	Presencia de Cu soluble	
	Positivo	Negativo
TI		*
TII		*
MI		*
MII		*
MIII		*
MIV		*
MV		*

Tabla 3
CONTROL DE CALIDAD DEL COLORANTE

LOTE	pH	%INSOLUBLES	ABSORBANCIA (590nm)	OBSERVACION AL MICROSCOPIO
TI	7.56	*27.62 %	*0.174	*no pasa
TII	7.45	0.13 %	0.42	pasa
MI	7.66	0.01	0.42	pasa
MI I	7.44	0.09	0.394	pasa
MI II	8.04	0.16	0.396	pasa
MIV	7.56	0.20	0.39	pasa
MV	7.48	0.08	0.40	pasa
nacional	8.21	*3.01	*0.20	*no pasa
importado	7.5	0.20	0.39	pasa

*Se sale de las especificaciones establecidas por el Departamento de Control de Calidad (8.3)

Tabla 4
CONTROL DE CALIDAD DE LA TINTA AZUL

TINTA LOTE #	pH	VISCOSIDAD (cps)	ESCRITURA			OBSERVACION MICROSCOPICA	CROMATOGRAFIA	ESPECTRO DE ABSORCION
			Sólido	Secado	Uniformidad			
001N	4.65	435000 (25°C)	**	**	**	*no pasa	bien	***no corresponde
001S	5.47	11750 (25°C)	buena	bien	buena	pasa	bien	si corresponde
001M	5.53	10500 (25°C)	buena	bien	buena	pasa	bien	si corresponde

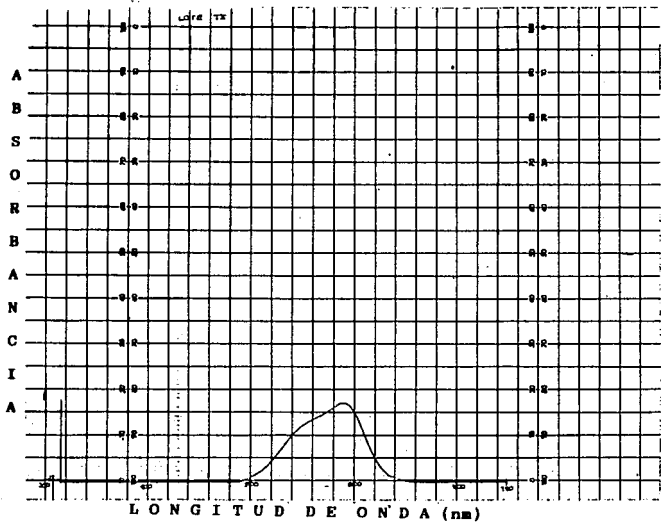
*Se sale de lo especificado por el Departamento de Control de Calidad.(8.4)

**No se realizaron las pruebas de escritura por la alta viscosidad.

***No corresponde al patrón de referencia (gráfica 13).

Gráfica 1

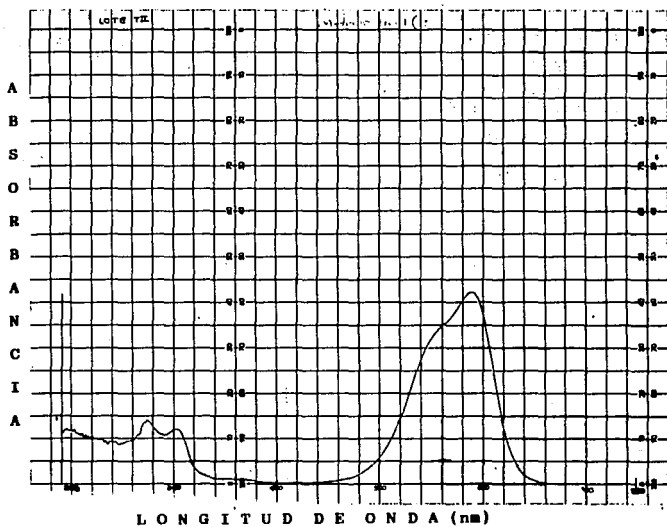
ESPECTRO DE ABSORCIÓN DEL LOTE T1 DE "SOLVENTE VIOLETA 8"
(concentración: 0.0016 mg/ml)



Gráfica 2

ESPECTRO DE ABSORCION DEL LOTE TII DE "SOLVENTE VIOLETA 8"

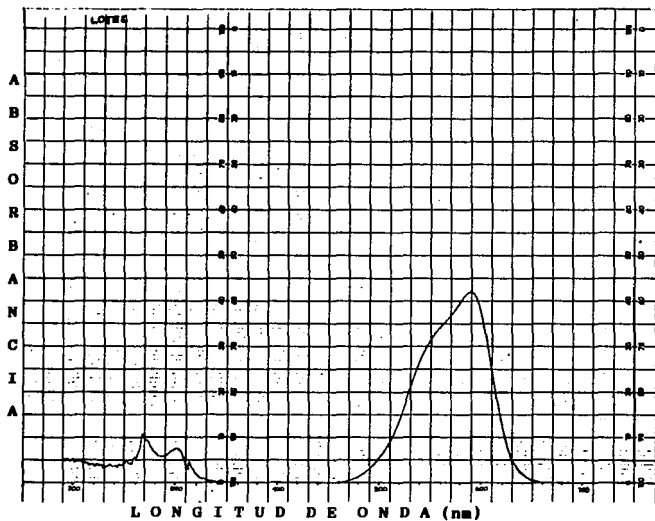
(concentración: 0.0016 mg/ml)



Gráfica 3

ESPECTRO DE ABSORCION DEL LOTE MI DE "SOLVENTE VIOLETA 8"

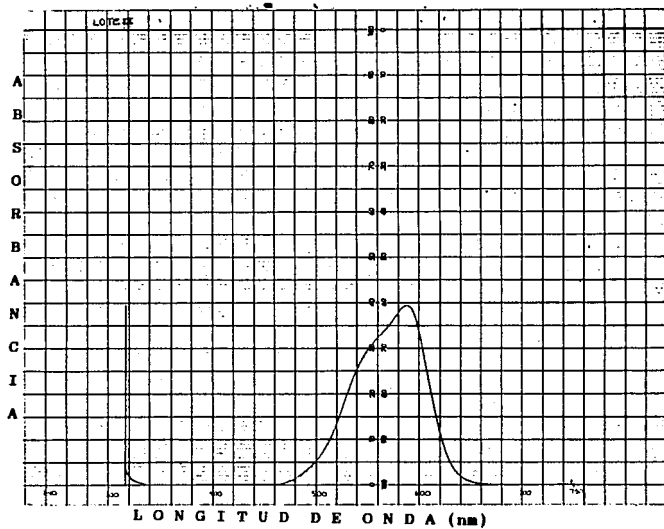
(concentración: 0.0016 mg/ml)



Gráfica 4

ESPECTRO DE ABSORCION DEL LOTE MII DE "SOLVENTE VIOLETA 8"

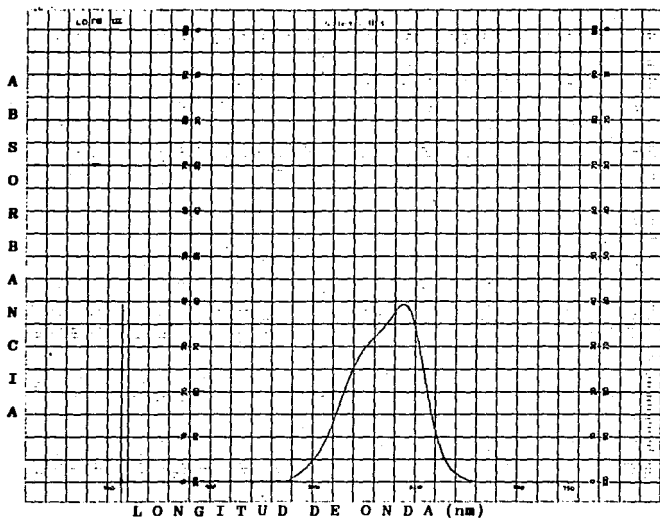
(concentración: 0.0016 mg/ml)



Gráfica 5

ESPECTRO DE ABSORCION DEL LOTE MIII DE "SOLVENTE VIOLETA 8"

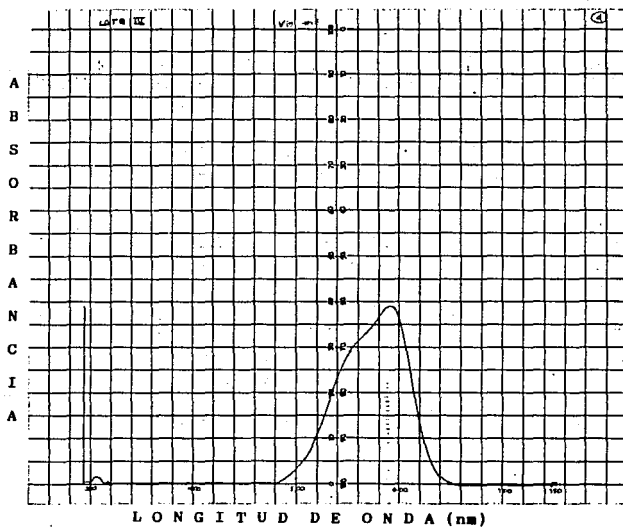
(concentración: 0.0016 mg/ml)



Gráfica 6

ESPECTRO DE ABSORCION DEL LOTE MIV DE "SOLVENTE VIOLETA 8"

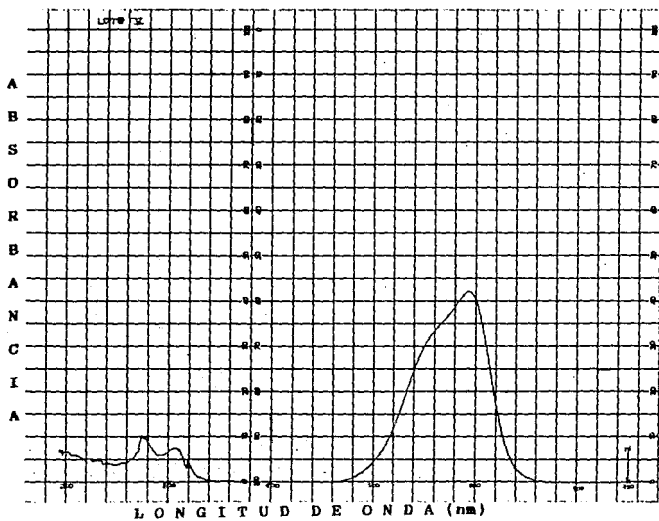
(concentración: 0.0016 mg/ml)



Gráfica 7

ESPECTRO DE ABSORCION DEL LOTE MV DE "SOLVENTE VIOLETA 8"

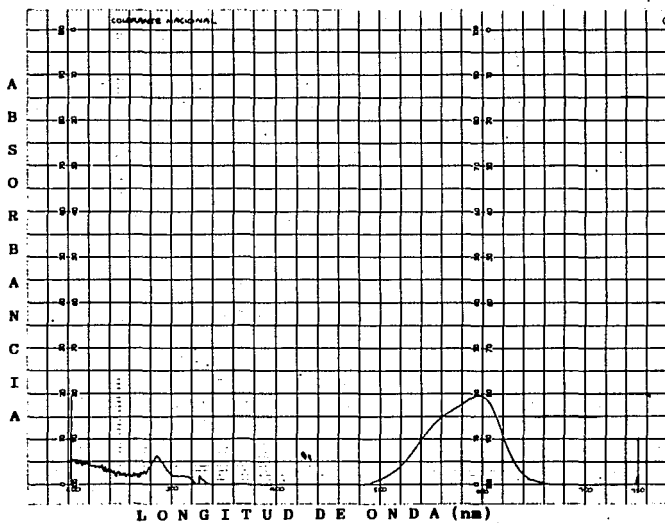
(concentración: 0.0016 mg/ml)



Gráfica 8

ESPECTRO DE ABSORCION DEL "SOLVENTE VIOLETA 8" NACIONAL

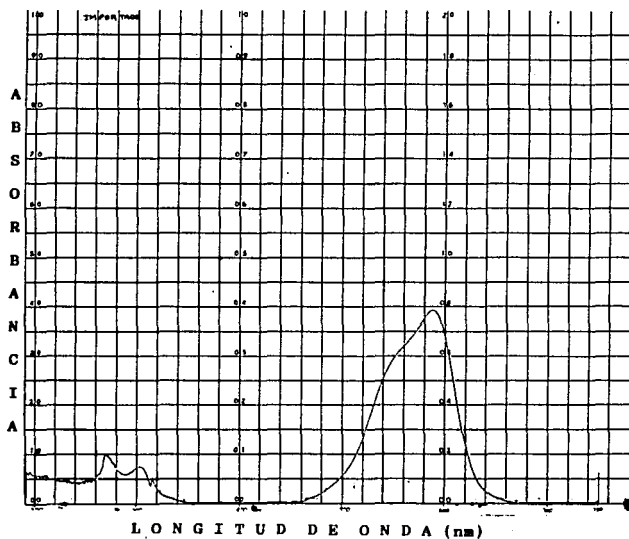
(concentración: 0.0016 mg/ml)



Gráfica 9

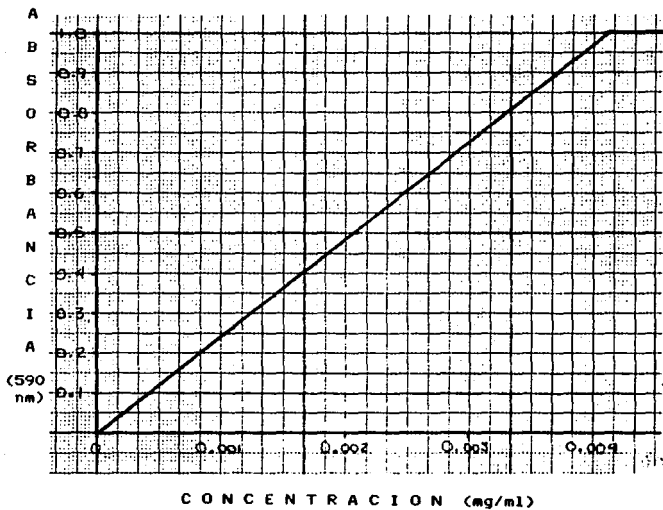
ESPECTRO DE ABSORCION DEL "SOLVENTE VIOLETA 8" IMPORTADO

(concentración: 0.0016 mg/ml)



Gráfica 10

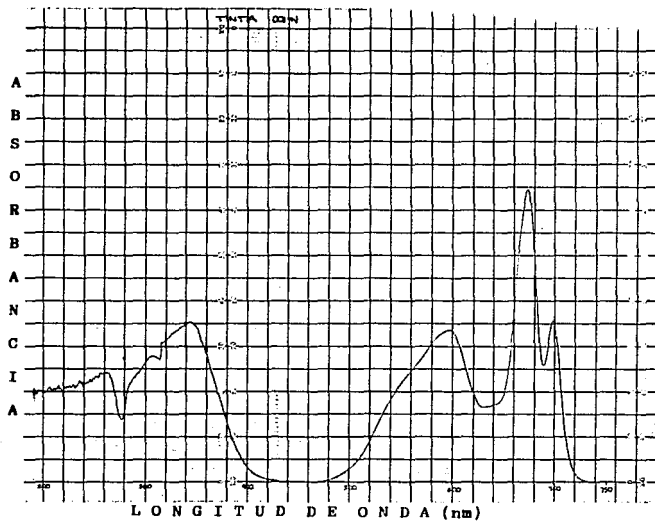
CURVA DE CALIBRACION DEL "SOLVENTE VIOLETA 8"



Gráfica 11

ESPECTRO DE ABSORCION DEL LOTE 001N DE TINTA AZUL

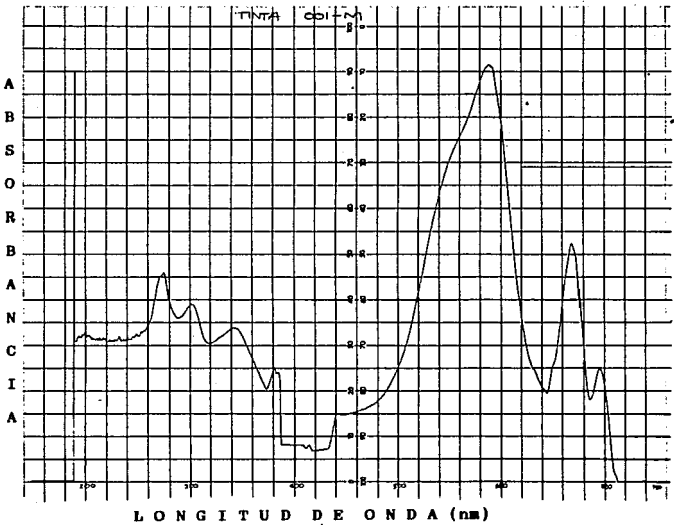
(concentración: 0.031 mg/ml)



Gráfica 12

ESPECTRO DE ABSORCION DEL LOTE 001M DE TINTA AZUL

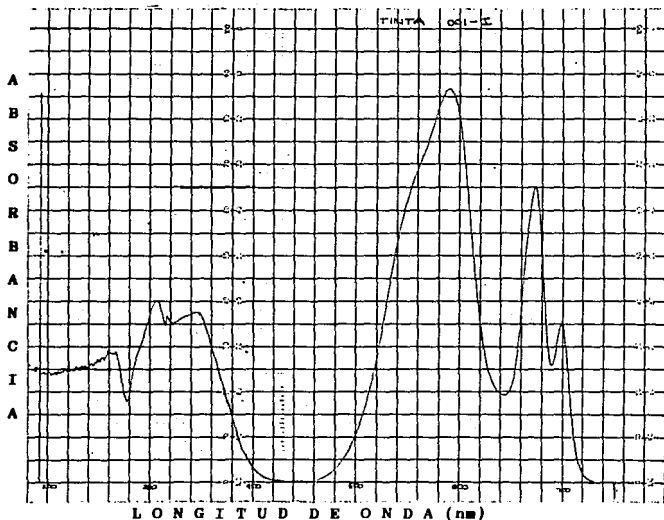
(concentración: 0.031 mg/ml)



Gráfica 13

ESPECTRO DE ABSORCION DEL LOTE 0011 DE TINTA AZUL

(concentración: 0.031 mg/ml)



Gráfica 14

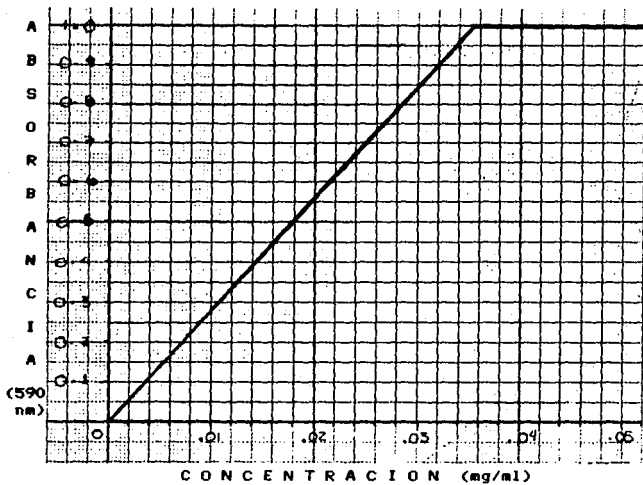
ESPECTRO DE ABSORCION DEL PATRON DE REFERENCIA DE TINTA AZUL

(concentración: 0.031 mg/ml)



Gráfica 15

CURVA DE CALIBRACION DE LA TINTA AZUL



3.4.3 Pruebas de toxicidad

Al colorante fabricado en el laboratorio y a la tinta elaborada con dicho colorante se les realizaron tres pruebas de toxicidad:

- Prueba de irritación dérmica
- Prueba de irritación ocular
- Prueba de atoxicidad

En el apéndice se describen las técnicas utilizadas en la realización de dichas pruebas.(8.3.5)

Los resultados de éstas fueron los siguientes:

Tabla 5

RESULTADOS DE LAS PRUEBAS DE TOXICIDAD

PRODUCTO	IRRITACION DERMICA	IRRITACION OCULAR	ATOXICIDAD
TINTA AZUL	PASA LA PRUEBA	PASA LA PRUEBA	PASA LA PRUEBA
S.VIOLETA 8	PASA LA PRUEBA	PASA LA PRUEBA	PASA LA PRUEBA

3.4.4. Estudio de Costos

Se llevó a cabo un análisis de costos de las materias primas utilizadas en los métodos tradicional y modificado, así como el costo del producto de importación y nacional, los

resultados fueron los siguientes:

METODO TRADICIONAL

Costos de la materia prima:

Descripción del producto	Cantidad para 1kg (g)	Precio por Kg (\$)	Total (\$)
N,N-Dimetilanilina	1536.585	10,116.00	15,544.00
Fenol	97.56	6,800.00	663.40
Sulfato de Cobre	1097.56	3,800.00	4,170.70
Cloruro de Sodio	2926.82	1,000.00	2,926.90
Sulfuro de Sodio	585.365	1,400.00	819.50
Acido Sulfúrico (98%)	487.80	19,600.00	9,560.90
Tierra de Diatomeas	426.826	2,434.57	524.50
Carbonato de Sodio	365.85	1,039.00	380.10
Hidróxido de Sodio	182.926	2,200.00	402.40
			<hr/>
			34,992.40

Este costo sería si se tuviera un rendimiento del 100%, pero como se obtuvo un rendimiento promedio del 10.56%, el costo de la materia prima para obtener un kilogramo de producto sería: \$331,367.42.

METODO MODIFICADO

Costos de materia prima:

Descripción del producto	Cantidad para 1kg (g)	Precio por Kg (\$)	Total (\$)
N,N-Dimetilanilina	1536.585	10,116.00	15,544.00
Fenol	97.56	6,800.00	663.40
Sulfato de Cobre	1097.56	3,800.00	4,170.70
Clorato de Sodio	390.243	10,000.00	3,902.40
Cloruro de Sodio	2926.82	1,000.00	2,926.90
Sulfuro de Sodio	585.365	1,400.00	819.50
Acido Sulfúrico (98%)	487.80	19,600.00	9,560.90
Tierra de Diatomeas	426.826	2,434.57	524.50
Carbonato de Sodio	365.85	1,039.00	380.10
Hidróxido de Sodio	182.926	2,200.00	402.40
			38,264.10

Este costo sería si se tuviera un rendimiento del 100%, pero como se obtuvo un rendimiento promedio del 77%, el costo de materia prima para la obtención de un kilogramo de colorante por el método modificado sería: \$49,694.00.

COSTO DEL COLORANTE IMPORTADO

El costo de adquisición del colorante importado es de: \$62,908.00 por kilogramo. Esta cifra incluye los diferentes gastos implicados en la importación de un producto, que son: gastos de agente aduanal, IVA de importación, permiso de importación y derecho de trámite aduanal.

COSTO DEL COLORANTE NACIONAL

El costo del colorante nacional es \$70,048.00 mas IVA, es decir \$80,555.20 por kilogramo.

DISCUSSION

DISCUSION

Durante la producción del "Solvente Violeta 8" o "Base de Violeta de Metilo" se manejaron una serie de parámetros para poder determinar si el producto presenta los requisitos necesarios para poder ser utilizado en la fabricación de tintas para bolígrafos. De igual manera, se manejaron diferentes parámetros, durante la fabricación de la tinta azul, para así poder asegurar que se trata de un producto de alta calidad.

En cuanto al conjunto de parámetros que se manejaron durante la fabricación del "Solvente Violeta 8", se encuentra el pH, en donde se puede apreciar que se obtuvieron valores muy similares en ambos métodos, así como en el lote de colorante nacional e importado. Todos estos valores caen dentro del intervalo establecido por el Departamento de control de calidad. El pH es importante ya que es una de las características que ayudan a determinar si es posible el uso del colorante en la fabricación de tinta para bolígrafos, así como para su identificación.

En cuanto al porcentaje de partículas insolubles, se tiene que el colorante debe ser extremadamente soluble en los disolventes empleados para la tinta y debe presentar una mínima cantidad de partículas insolubles, ya que de lo contrario, éstas tapan el espacio libre entre el socket y la bala del bolígrafo; se puede apreciar que los valores obtenidos

en el método modificado (tabla 3) cumplen con las especificaciones establecidas y comparándolos con el porcentaje del lote importado, se observa que todos los valores, menos uno, son menores, lo cual indica que el producto, en general presenta menor cantidad de partículas insolubles que el producto importado. Por otro lado los valores obtenidos en el método tradicional son muy diferentes, en el lote TI se obtuvo un valor muy alto (27.62%), el cual se sale de lo especificado, en cambio en el lote TII se obtuvo un valor normal (0.13%). Esta diferencia se debe a que durante la producción del primer lote no se tomó en cuenta que es necesario un tiempo mayor para que se lleve a cabo la reacción, ya que el sulfato de cobre es un oxidante mucho más débil que el clorato de sodio, y por consiguiente al no reaccionar toda la N,N-dimetilanilina quedan impurezas en el producto final. Tomando en cuenta este factor, a la producción del segundo lote, se le dió el doble de tiempo, para que la reacción se llevara a cabo en su totalidad, por lo tanto se obtuvo un porcentaje bajo de partículas insolubles, siendo el límite 0.20%. En cuanto al lote de colorante nacional se obtuvo un valor de 3.01% de partículas insolubles, el cual queda fuera de especificaciones.

La observación al microscopio es una prueba en la que se puede apreciar físicamente, la presencia de partículas insolubles en una solución del colorante, ya que lo que se observa es una solución del colorante en glicol, y las partículas

que no se disuelven, resaltan de toda la masa homogénea. Aunque es un análisis cualitativo, tiene gran importancia ya que es una manera rápida de determinar la presencia de partículas insolubles, y con experiencia se puede llegar a saber si el producto puede ser usado en la elaboración de tinta, aunque siempre debe de confirmarse con la determinación cuantitativa del porcentaje de partículas insolubles. En los resultados obtenidos (tabla 3), se puede apreciar que los lotes TI y nacional, presentaron mal aspecto al ser observados, por lo que no pasaron la prueba, y justamente éstos presentan un alto porcentaje de partículas insolubles.

Por otro lado se determinó la absorbancia de una solución del colorante (0.0016mg/ml) a 590nm (ver curva de calibración), debido a que este parámetro se relaciona directamente con la pureza y cantidad de partículas insolubles, esto se puede ver claramente al comparar el porcentaje de partículas insolubles y la absorbancia (tabla 3); mientras mayor sea el porcentaje de partículas insolubles, menor será la absorbancia a 590 nm y mayor a otras longitudes de onda; por ejemplo, el lote MI presentó 0.01% de partículas insolubles y 0.42 de absorbancia (590 nm), el lote nacional, 3.01% de insolubles y 0.20 de absorbancia (590 nm). Se puede observar que todos los lotes, exceptuando el TI y nacional, presentan valores que caen dentro del intervalo establecido (8.3.4); en cambio los dos lotes citados tienen una absorbancia inferior al valor mínimo requerido, por lo cual se deduce que la de-

terminación de la absorbancia es importante, ya que sirve para la identificación del compuesto y para tener una idea del grado de pureza que presenta.

También se elaboraron los espectros de absorción ultravioleta y visible (190-750 nm) de cada lote de colorantes obtenidos en el laboratorio y nacional y se compararon con el del importado, cuya gráfica se consideró como patrón de referencia. Al observar las diferentes gráficas se puede apreciar que realmente la mayor absorbancia se presentó a los 590 nm; por otro lado, si se observan las gráficas 1 y 8, correspondientes a los lotes TI y nacional respectivamente, y se comparan con la gráfica 9, correspondiente a la de importación, se puede determinar que el pico más alto (590 nm) se encuentra a un nivel inferior que el del patrón de referencia, ya que sus absorbancias son menores a esa longitud de onda (590) porque presentan mayor cantidad de sustancias insolubles, y por consiguiente una menor concentración de colorante (ver gráfica 10, curva de calibración); sin embargo la absorbancia aumenta en otras longitudes de onda. La absorción visible y ultravioleta encuentra muchas aplicaciones en el análisis cuantitativo y cualitativo; aunque puede ocurrir que no proporcionen la clara identificación de un compuesto orgánico, las mediciones de este tipo son útiles para descubrir la presencia de ciertos grupos funcionales que actúan como cromóforos y es uno de los instrumentos más útiles de que dispone el químico para análisis cuantitativo.(19)

Al observar el rendimiento de los dos métodos de producción del colorante (tabla 1), se puede apreciar que en el método modificado, el promedio de rendimiento es de 76.96% y en el método tradicional es 10.56%. Este rendimiento tan bajo se debe a que no se lleva a cabo totalmente la reacción, ya que el sulfato de cobre es un oxidante débil en comparación con el clorato de sodio, tomando en cuenta este factor al segundo lote elaborado se le dió doble tiempo de reacción y se logró aumentar su rendimiento.

En cuanto a los parámetros que se manejaron en la producción de los tres lotes de tinta azul para bolígrafos, se encuentra el pH, en donde se puede apreciar que los valores obtenidos (tabla 4) en la tinta con colorante importado (lote 001I) y en la que contiene el colorante obtenido por el método modificado (lote 001M), caen dentro de lo especificado (5-5.6). En cambio en la tinta que contiene el colorante nacional (lote 001N) se obtuvo un valor que se encuentra por debajo del límite. Existe un intervalo de pH para cada tipo de tinta, según los colorantes que se utilicen, ya que la solubilidad de éstos se ve afectada por el pH. Pero en general, el intervalo de pH en tintas para bolígrafos debe acercarse a la neutralidad, ya que si son muy ácidos o muy básicos pueden provocar corrosión o incrustación en el cartucho.

Uno de los parámetros más importantes que se deben considerar en la producción de tintas para bolígrafos es la viscosidad, debido a que si la tinta no es lo suficientemente

viscosa se sale del cartucho, y por el contrario si es demasiado viscosa no fluiría fácilmente, por esto existe un intervalo de valores. La bibliografía indica que debe ser de 8000 a 25000 cps a 25 ° C, y preferentemente de 12000 a 20000 cps (10), pero la experiencia de los fabricantes de tintas para bolígrafos hace notar que el intervalo ideal es de 10000 a 15000 cps a la misma temperatura. Al observar los valores obtenidos en los tres lotes de tinta fabricados (tabla 4), se puede apreciar, que el lote 001N, es demasiado viscoso, tanto que presentó un aspecto de gelatina, en cambio los otros dos lotes presentan buena viscosidad, sus valores caen dentro del intervalo establecido por el Departamento de Control de Calidad.

En lo que respecta a la prueba de escritura, también conocida como prueba "Write out", no fué posible aplicarla al lote 001N, ya que con tal viscosidad, fue imposible llenar un cartucho, solamente se pudo haber llenado con la tinta caliente, ya que la viscosidad disminuye con la temperatura, pero al enfriarse se solidifica otra vez y no fluiría por el cartucho. En cambio, a los otros dos lotes si se les aplicó, y como se puede apreciar, en los parámetros determinados con esta prueba (solidez, secado y uniformidad) se obtuvieron resultados muy satisfactorios; en los dos casos se obtuvo buena solidez al agua, la tinta no se corre con el contacto de la mano o cualquier otro objeto, seca rápidamente (3-5 segundos) y presenta uniformidad de escritura, este último parámetro

depende muchas veces de la calidad del bolígrafo.

El aspecto de la tinta se puede apreciar más detalladamente si se observa al microscopio; se puede determinar si la tinta es una solución homogénea o presenta partículas insolubles, colorante o resina sin disolver. Al observar los resultados de esta prueba (tabla 4), los lotes 001I y 001M presentan buen aspecto, libre de impurezas, en cambio el 001N presenta sustancias insolubles, por lo que no pasó la prueba, esto era de esperarse, ya que el colorante usado presentaba un 3% de partículas insolubles, cuando el límite es 0.2%.

Por otro lado, se realizó la cromatografía en papel a una muestra de cada lote de tinta fabricada, cuyos resultados fueron satisfactorios, ya que se observó la separación de cada colorante constituyente del producto. Esta prueba es importante porque con ella se puede verificar que la tinta contiene los colorantes descritos en la fórmula, esto es de gran ayuda a nivel de fabricación industrial, ya que se puede detectar algún error del operario.

Se elaboró el espectro de absorción de cada lote de tinta y se comparó con la gráfica del patrón de referencia (gráfica 14), con lo cual se puede apreciar en los resultados que, el espectro del lote 001N (gráfica 11) no corresponde al patrón de referencia, ya que el pico de absorción a 590nm (correspondiente al "Solvente Violeta 8") es de 0.335, cuando debe ser 0.86-0.92, para una solución de tinta de 0.031mg/ml (ver gráfica 15, curva de calibración de la tinta azul), en

cambio el pico a los 667nm (correspondiente al Azul K), es 0.52 y el intervalo establecido es 0.52-0.57, por lo que se deduce que es correcto. La absorbancia (a 590 nm) de la "Base de Violeta de Metilo" en la tinta 001N resultó menor a la del patrón de referencia porque presenta un alto porcentaje de partículas insolubles, por lo que la concentración del colorante es menor en cambio los lotes 001M y 001I presentaron gráficas (gráficas 12 y 13) similares a la del patrón de referencia. La espectrofotometría ultravioleta y visible es de gran importancia en el análisis cuantitativo, ya que se pueden realizar mediciones de concentración con un error relativo muy bajo (1-3%); sin embargo, tiene aplicaciones algo limitadas en el análisis cualitativo debido a que en estos espectros existe un número relativamente escaso de máximos y mínimos, en consecuencia, la identificación inequívoca de una sustancia, suele ser imposible.(19)

En cuanto al parámetro toxicidad, se puede apreciar que tanto la muestra de colorante como la de tinta pasaron las tres pruebas a las que fueron sometidas: irritación dérmica, ocular y atoxicidad (tabla 5), por lo que se puede decir que no son tóxicas, sin embargo es recomendable que se realice un estudio sobre la posibilidad de que el colorante sea cancerígeno.

En lo concerniente al estudio comparativo de costos de producción del colorante por ambos métodos, costo del producto importado y nacional, se puede apreciar que en los costos

de producción sólo se tomó en cuenta el de las materias primas, ya que es a nivel laboratorio. Debido al bajo rendimiento del método tradicional, el costo de las materias primas asciende a \$331,367.42 por kilogramo de producto, el cual es demasiado alto. Al hacer el estudio de producción a nivel industrial se debe determinar si es más económico producirlo en México o importarlo, pero desafortunadamente no es posible hacer una comparación más objetiva con el costo del producto importado, debido a que no se cuenta con datos suficientes; sin embargo el costo de las materias primas del colorante obtenido por el método modificado, alrededor de un 21% más bajo, permite suponer razonablemente que el costo final sea aproximadamente igual al importado. Al comparar el costo del colorante nacional con el de importación, se puede ver, que el primero es un 28% más alto.(3.4.4.)

Finalmente, como resultado de este estudio, se puede deducir, que el método modificado es un método reproducible y confiable, a partir del cual se obtiene un producto cuyas características químicas y físicas no presentan variaciones de importancia y reúne los requisitos indispensables para poder ser utilizado en la fabricación de tintas para bolígrafos.

Este método también aporta bases que pueden tomarse en cuenta para un estudio posterior, con la finalidad de poder llevar a cabo una producción a nivel industrial y así ofrecer un mayor apoyo al desarrollo de la industria nacional.

RESUMEN

RESUMEN TESIS NO DEBE
SALIR DE LA BIBLIOTECA

Este trabajo es una contribución al estudio de la síntesis del "Solvente Violeta 8" o "Base de Violeta de Metilo" a escala de laboratorio, con el fin de implementar a posteriori, su producción a escala industrial. Dicho colorante es un derivado de la N,N-dimetilanilina, el cual se utiliza como materia prima en la fabricación de tintas para bolígrafos.

El estudio se hizo con base a una modificación de la técnica tradicional, para poder obtener un producto cuyas constantes químicas y físicas no presenten variaciones de importancia y reúna las características necesarias para poder ser utilizado en la producción de tintas para bolígrafos. Actualmente este producto es importado, ya que el fabricado en nuestro país no presenta dichas características.

La síntesis del "Solvente Violeta 8" o "Base de Violeta de Metilo", se llevó a cabo utilizando dos técnicas:

a) Técnica tradicional, en la que la oxidación se efectúa con sulfato de cobre.

b) Técnica modificada, la cual emplea como oxidantes clorato de sodio y sulfato de cobre.

Se prepararon 2 lotes de colorante a partir de la técnica tradicional y 5 lotes con el método modificado, a éstos se les realizaron las siguientes pruebas de control de calidad: pH, porcentaje de partículas insolubles, absorbancia (590nm), espectro de absorción, observación al microscopio y toxicidad.

dad, mismas que se efectuaron a un lote de colorante nacional e importado.

Para continuar con la finalidad de este trabajo se elaboraron tres lotes de tinta azul para bolígrafos: uno con el colorante obtenido por el método modificado, otro con el colorante nacional y uno más con el colorante de importación, sometiéndose cada uno de ellos a pruebas de control de calidad como son: pH, viscosidad, escritura, observación al microscopio, cromatografía, espectro de absorción y toxicidad.

Con los resultados obtenidos se concluye que el método modificado es reproducible, ya que, se obtuvo un producto cuyas constantes químicas y físicas no presentan variaciones de importancia, y además reúne las características necesarias para ser utilizado en la fabricación de tintas para bolígrafos, esto último fue confirmado al comparar la calidad de este producto con el de importación y el nacional.

En cuanto al rendimiento, se obtuvo un 76.967%, como promedio, empleando el método modificado, mientras que con el tradicional, el rendimiento promedio fue 10.56%; de acuerdo a esto la estimación de costos de las materias primas de ambos métodos para un kilogramo de producto, mostró un costo de \$49,694.00 en el modificado y \$331,367.5 en el tradicional. El costo de adquisición del colorante nacional es \$80,555.00 por kilogramo y el de importación \$62,908.00, debiéndose considerar que dicha estimación sufre incrementos día a día de acuerdo a las cotizaciones internacionales.

CONCLUSIONES

CONCLUSIONES

De acuerdo al estudio realizado de la síntesis del "Solvente Violeta 8" o "Base de Violeta de Metilo", se obtuvo como resultado un buen rendimiento a partir del método modificado (76.967%), muy por encima del obtenido con la técnica tradicional (10.56%).

Así mismo, se demostró que la calidad lograda por el método modificado es excelente.

Por lo que respecta al costo de las materias primas para la producción del colorante, se observó, que el método modificado es el 79% del costo de adquisición del producto de importación.

En cuanto a la toxicidad, se determinó que tanto el colorante obtenido por el método modificado, como la tinta azul, no son tóxicos, factor muy importante, ya que, el bolígrafo es un objeto utilizado en la vida diaria.

Finalmente se encontró que el "Solvente Violeta 8" preparado por el método modificado, presenta una calidad fisico-química muy similar a la del producto de importación, y superior al nacional; esto se confirmó al preparar tinta azul a partir del colorante nacional, importado y el obtenido por la técnica modificada.

Por todo lo anterior se puede concluir que el método modificado es confiable y reproducible, ya que a partir de él se obtiene un producto cuyas propiedades químicas y físicas

no varían considerablemente en cada lote producido, y que además presenta las características indispensables para poder ser utilizado como materia prima en la fabricación de tinta para bolígrafos; por lo que este trabajo aporta bases para la realización de un estudio de producción a nivel industrial.

BIBLIOGRAFIA

BIBLIOGRAFIA

1. Abrahart E.
"Dyes and their Intermediates"
2da ed.
Edward Arnold Ltd.
Londres 1977
2. Ayres G.H.
"Análisis Químico Cuantitativo"
2da ed.
Editorial Harla
México D.F. 1970
3. BASF, folleto técnico
"Bases Colorantes y Colorantes Typophor"
2da ed.
BASF, Aktiengesellschaft, D-6700 Ludwigshafen
República Federal Alemana 1975
4. BASF, folleto técnico
"Dyes, Solvents and Resins for Ball-Pen Inks"
3a ed.
BASF, Aktiengesellschaft, D-6700 Ludwigshafen
República Federal Alemana 1977
5. Calvet E.
"Química General Aplicada a la Industria con Prácticas de Laboratorio"
Tomo 6, 3a ed.
Salvat Editores
Barcelona, España 1966

6. Conger J.C.
"Técnica de obtención del Violeta de Metilo y Base de Violeta de Metilo"
Escondido, CA 1980
Propiedad del Laboratorio de Control de Calidad de Formulabs de México S.A.

7. Cortez R.
"Manual de Control de Calidad" de Formulabs de México S.A.
México, D.F. 1965

8. Cornell A.L., "Ball-Pen Inks", Article-Bulletin, fas.6
pags. 2-5, Escondido CA. 1976

9. "Enciclopedia Universal Ilustrada"
Tomo XIV
Espasa-Calpe
Madrid, España 1936

10. Fookson A., Peper H., (Gillete Company)
"Water-Fast Inks and Method for Making Same" E.U.A.
3,597,244.
Agosto,3,1971

11. Grimmel H.W.
"Organic Dyes"
Volumen III
John Wiley and Sons Inc.
E.U.A. 1971

12. Hurwitz H.S., Dyas H.E. (Bell and Howell Company)
"Low Cost Transfer Ink Coating" E.U.A.
4,053,660.
Marzo 1970

13. Kirk-Othmer
"Enciclopedia of Chemical Technology"
Tomo 6, tercera edición
John Wiley and Sons Inc.
E.U.A. 1979

14. Lubs H.A.
"The Chemistry of Synthetic Dyes and Pigments"
Reinhold Publishing Co.
Nueva York 1955

15. Morrison R.T., Boyd R.N.
"Química Orgánica"
2da ed. en español
Ed. Fondo Educativo Interamericano
México D.F. 1985

16. Osol A., Farar G.E., y Pratt R.
"The Dispensatory of the United States of America"
25th ed.
J.B. Lippincott Co.
Philadelphia, Montreal 1979

17. Pauling L.
"A Theory of the Color of Dyes"
3a ed.
American Press
E.U.A. 1979

18. Rys P. y Zollinger L.
"Fundamentals of the Chemistry and Application of Dyes"
2nd ed.
John Wiley and Sons Inc.
Nueva York 1972

19. Skook D.A., West D.M.
"Análisis Instrumental"
2a ed. español
Ed. Interamericana S.A. de C.V.
México D.F. 1984
20. Society of Dyers and Colourists y American Association of
Textil Chemists and Colourists
"Color Index"
3a ed.
Lowell, Mass 1971
21. Tortolero N.X.
"Análisis Químico Cualitativo, Reacciones específicas de
Identificación"
Editorial Cholula
México D.F. 1959
22. Tortolero N.X.
"Análisis Químico Cualitativo y sus Métodos Preliminares"
Editorial Cholula
México D.F. 1959

APENDICE

APENDICE

8.1. Producción del "Solvente Violeta 8" o "Base de Violeta de Metilo" por el método modificado.

8.1.1. Material, reactivos y equipo

Material de laboratorio

- Matraz de vidrio de cuatro bocas, con chaqueta para baño maría de 2 lt
- Matraces Erlenmeyer de: 200 ml, 500 ml, 2000 ml
- Vasos de precipitados de 50 ml, 250 ml, 500 ml, 1000 ml, 3000 ml
- Embudo de vidrio
- Charola de aluminio
- Papel filtro Whatman 4
- Termómetros de 50°C y 200°C
- Embudo de separación de 250 ml
- Soporte
- Anillo

Reactivos para 41 g de producto:(todos son grado industrial)

N,N-Dimetilanilina (Dupond)	63 g
Fenol (Central de Drogas)	4 g
Sulfato de Cobre pentahidratado (Proveedor Científico)	45 g

Cloruro de Sodio (Mexibras)	100 g
Clorato de Sodio (Mexibras)	16 g
Sulfuro de Sodio (Proveedor Químico Industrial)	24 g
Acido Sulfúrico concentrado (J.T. Baker)	20 ml
Hidróxido de Sodio (Mexibras)	7.5 g
Tierra de Diatomeas (Johns-Manville)	18 g
Carbonato de Sodio (Proveedor Científico)	20 g
Agua destilada	1a necesaria
Hielo	1o necesario

Equipo

- Parrilla eléctrica
- Balanza granataria
- Agitador mecánico
- Refrigerador
- Estufa
- Baño María
- Potenciómetro

8.1.2. Preparación de reactivos

Solución de Sulfato de Cobre:

Disolver 45 g de sulfato de cobre pentahidratado y 16 g de cloruro de sodio en 300 ml de agua destilada, agitar hasta la completa disolución de las sales, adicionar 10 g de tierra

de diatomeas, agitar unos minutos tapar y dejar toda la noche. Elaborar esta solución en el matraz de cuatro bocas y ahí mismo llevar a cabo la reacción de oxidación.

Solución fenólica de N,N-dimetilanilina:

En un vaso de precipitados de 250 ml pesar 4 g de N,N-dimetilanilina* y 63 g de fenol**, agitar con una varilla de vidrio hasta la completa disolución del Fenol.

* La N,N-dimetilanilina es una sustancia muy tóxica, por lo que para su manejo es necesario el uso de mascarilla y guantes. Evitar cualquier contacto con la piel y ropa, no inhalar directamente.

** El fenol también es una sustancia tóxica, evitar cualquier contacto con la piel y ropa.

Solución de clorato de sodio:

En un vaso de 250 ml pesar 16g de clorato de sodio, adicionar 60 ml de agua destilada, agitar con agitador de vidrio, tapar y dejar reposar toda la noche.

Solución de ácido sulfúrico al 20% :

A 50 ml de agua destilada agregar 20 ml de ácido sulfúrico concentrado, aforar a 100 ml con agua destilada. (Evitar el contacto con la piel y ropa).

Solución de sulfuro de sodio:

En un vaso de 500 ml pesar 24 g de sulfuro de sodio, adicionar 350 ml de agua destilada y agitar, con agitador de

vidrio.

Solución de hidróxido de sodio:

Disolver 7.5 g de hidróxido de sodio en 50 ml de agua destilada. Evitar el contacto con la piel y ropa.

8.1.3. Fundamento

Diferencias entre el método tradicional y el modificado

A) En el método tradicional sólo se emplea como oxidante el sulfato de cobre y en el modificado se utiliza el clorato de sodio además del sulfato de cobre, esto provoca que la reacción sea más rápida, ya que el clorato de sodio es un oxidante más fuerte.

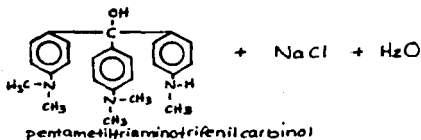
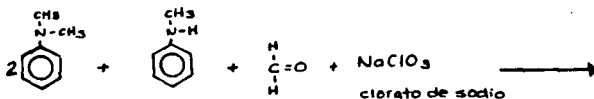
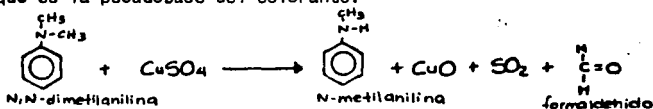
B) El método de purificación empleado en el método tradicional consiste en la adición de cal viva y de varias decantaciones y filtraciones, en el método modificado se emplean dos tipos de materias filtrantes (tierra de diatomeas) y un mayor número de filtraciones, con esto se obtiene mayor pureza en el producto. Este sistema de purificación se utilizó en la técnica tradicional durante el desarrollo de este trabajo.

C) Las condiciones de tiempo y temperatura de la reacción: En el método tradicional, la reacción se debe llevar a

cabo en 8 horas a 55°C y en la técnica modificada, son 6 horas pero se llega a una temperatura hasta de 95°C. Las condiciones de tiempo y temperatura del método modificado se adaptaron a la técnica tradicional durante el desarrollo de este trabajo.

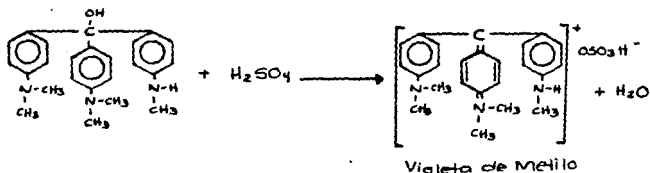
Fundamento químico:

La N,N-dimetilanilina se oxida por la acción del sulfato de cobre, formándose la N-dimetilanilina y formaldehído, estos compuestos mas dos moléculas de N,N-dimetilanilina y clorato de sodio forman el pentametiltriaminotrifetilcarbinol, que es la pseudobase del colorante.

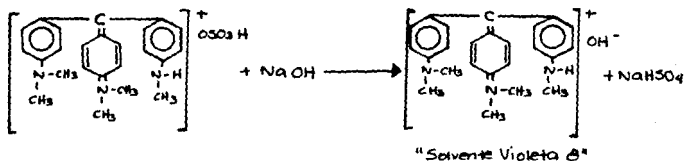


Por la adición de ácido sulfúrico se forma la estructura quinoidea y la sal de sulfato ácido del Trimetildiaminodime-

tilfucsonimonio, lo que se conoce como, "Violeta de Metilo", la cual es soluble en agua.



Por la adición de sosa al "Violeta de Metilo" se obtiene la base del colorante, la cual es la "Base de Violeta de Metilo" o "Solvente Violeta 8" que es insoluble en agua.



8.1.4. Método

1.- Adicionar la solución fenólica de N,N-dimetilanilina a la solución de sulfato de cobre, agitar media hora a temperatura ambiente.

2.- Agitar y elevar la temperatura a 46°C, adicionar la solución de clorato de sodio lentamente (2 horas), mantener

la temperatura por debajo de 52°C.

3.- Elevar la temperatura a 60°C y agitar 1 hora; elevar a 85°C y agitar 1 hora; elevar a 90-95°C y agitar 15 minutos, enfriar y colocar en hielo, agitar 10 minutos cuando se encuentre a menos de 20°C, tapar y dejar reposar toda la noche.

4.- Agitar y adicionar 1 litro de agua helada y filtrar, descartar el filtrado y regresar los sólidos al matraz, añadir agitando 1 litro de agua destilada a 40°C.

5.- Adicionar 17.5 ml de la solución de ácido sulfúrico y agitar.

6.- Adicionar la solución de sulfuro de sodio (para precipitar el Cobre) lentamente, cuidando que el pH sea alrededor de 2, si no es así añadir más solución de ácido sulfúrico, realizar la prueba de Cobre soluble (8.2), si es positiva, agregar más solución de sulfuro de sodio y si la prueba es negativa, calentar a 50°C y agitar; tapar y dejar reposar toda la noche.

7.- Decantar la carga y del líquido, recuperar el Violeta de Metilo, para esto adicionar carbonato de sodio, hasta tener un pH=4-4.5 y adicionar 50g de cloruro de sodio, tapar y poner aparte.

8.- Al residuo del matraz adicionar 1 litro de agua destilada a 90-95°C, para disolver el Violeta de Metilo (masa chiclosa). El pH debe ser 4.5-5 (medir a 25°C únicamente), si no se tiene tal pH agregar carbonato de sodio.

9.- Adicionar 7.5g de tierra de diatomeas, agitar y

filtrar, (guardar el filtrado), regresar los sólidos al matraz y agregar 1 litro de agua destilada a 90-95°C, filtrar y lavar con 2 porciones de agua destilada a 90-95°C, de 100ml cada una.

10.- Reunir los dos filtrados y adicionar 60 g de cloruro de sodio, tapar y dejar reposar toda la noche. El Violeta de Metilo aparece como pasta gruesa color verde plateado.

11.- Decantar y al precipitado adicionar agua destilada a 40 C hasta un volumen de 1750 ml.

12.- Con agitación continua adicionar la solución de hidróxido de sodio, hasta obtener un pH=11-11.5, agitar una hora y checar el pH, si es menor a 11 agregar mas solución de sosa y si es mayor de 11 agitar 4 horas mas, tapar y dejar reposar toda la noche.

13.- Decantar hasta el nivel del sólido y adicionar agua destilada hasta el volumen original, agitar y subir la temperatura lentamente a 70 °C, agitar una hora, adicionar agua hasta la capacidad del vaso, dejar de agitar y decantar.

14.- Agregar agua fría hasta el nivel del vaso, agitar y filtrar, lavar con agua fría, hasta que el líquido deje de ser alcalino, dejar secar toda la noche.

15.- Secar en horno a 50 °C durante 24 horas. Se deben obtener 41 g de "Solvente Violeta 8"

8.2. PRUEBA DEL COBRE

8.2.1. Material y reactivos

Material de laboratorio:

- Vaso de precipitados de 50 ml y 250 ml
- Tubos de ensaye
- Embudo
- Papel filtro Whatman 4
- Soporte
- Anillo
- Agitador de vidrio

Reactivos: (grado reactivo analítico)

Hidróxido de Amonio (Baker)	15 ml
Acido Clorhídrico concentrado (Baker)	5 ml
Tiocianato de Sodio (Baker, reactivo analítico)	10 g

8.2.2. Preparación de reactivos

Solución de tiocianato de sodio al 10%:

Disolver 10 g de tiocianato de sodio aforando a 100 ml con agua destilada.

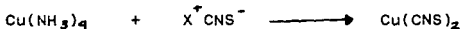
8.2.3. Fundamento

Con esta prueba se detecta la presencia de cobre soluble en el producto, el cual es una fuente de contaminación.

- Las sales de cobre con el hidróxido de amonio dan una coloración azul intensa por la formación del complejo Cu-pro-tetramonio: $\text{Cu}(\text{NH}_3)_4$. (21,22)



- El Tiocianato precipita las sales de Ag, Cd, Zn, Cu, etc. que se encuentran en la forma de complejo de coordinación con ciertas bases nitrogenadas. (21,22)



8.2.4. Método

1.- Tomar alrededor de un gramo de muestra de los sólidos contenidos en el matraz de oxidación y transferir a un vaso de precipitados de 50 ml.

2.- Adicionar 15 ml de hidróxido de amonio.

3.- Macerar la muestra con una varilla de vidrio.

4.- Adicionar 5 ml de ácido clorhídrico concentrado a un

tubo de ensaye.

5.- Adicionar el filtrado, gota a gota, al ácido clorhídrico, hasta obtener un color verde pasto.

6.- Dejar enfriar el tubo y su contenido, hasta que sea soportable al tacto.

7.- Adicionar una gota de la solución de tiocianato de sodio.

8.- Observar cuando la gota toca la superficie del líquido, si aparece un precipitado rojo instantáneamente, quiere decir que existe cobre soluble, por lo que se debe continuar con el tratamiento de sulfuro.

8.3. Pruebas de control de calidad para el colorante

8.3.1. Determinación del pH

Material y Reactivos:

Material de laboratorio:

- Matraz Erlenmeyer de 250 ml
- Vaso de precipitados de 50 ml ó 100 ml
- Tapón de hule

Reactivos:

"Solvente Violeta 8"	5 g
Agua destilada	100 ml

Equipo:

- Potenciómetro
- Balanza granataria

Método

- 1.- Pesar 5 g de muestra en un matraz Erlenmeyer de 250 ml.
- 2.- Adicionar 100 ml de agua destilada.
- 3.- Tapar el matraz con un tapón de hule y agitar vigorosamente durante 3 minutos, para "disolver" o mojar el colorante lo mas posible.
- 4.- Pasar esta mezcla a un vaso de 50 ml ó 100 ml y determinar el pH en un potenciómetro.

Especificaciones de control de calidad

El pH del "Solvente Violeta 8" o "Base de Violeta de Metilo" debe ser de 7 a 8.5, según las especificaciones del departamento de control de calidad.

8.3.2.PORCENTAJE DE PARTICULAS INSOLUBLES

Material y reactivos

Material de laboratorio

- Vaso de precipitado de 50 ml
- Agitador de vidrio
- Matraz de vidrio de 250 ml para filtración al vacío
- Pesafiltro de 2.1 cm de diámetro
- 2 filtros de fibra de vidrio de 2.1 cm de diámetro
- Soporte
- Anillos
- Junta de hule (para colocar el pesafiltro en la boca del embudo)
- Termómetro de 200°C

Reactivos

"Sovente Violeta 8"	1 g
Mezcla de Glicoles (Etilenglicolmonofenileter y ácido oléico, Polioles, grado reactivo)	6 g
Metanol (Baker, grado reactivo analítico)	5 ml

Equipo

- Balanza granataria
- Balanza analítica
- Bomba de vacío
- Parrilla eléctrica
- Estufa

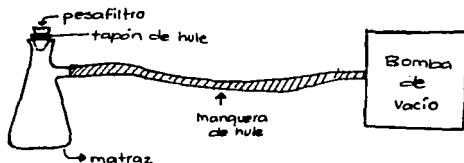
Fundamento

El "Solvente Violeta 8" debe de ser totalmente soluble en los disolventes que se utilizan en la fabricación de las tintas para bolígrafos. Para esta prueba se utiliza una mezcla de glicoles (Etilenglicolmonofenileter y ácido oléico) en los cuales el producto no debe presentar mayor cantidad de materia insoluble que la establecida por el departamento de control de calidad, ya que se corre el riesgo, de que al usar una tinta preparada con dicho colorante tape el bolígrafo, es decir, que sustancias insolubles obstruyan los canales entre el "socket" y la "bala" de la pluma.

Método

1.- Pesar 1 g de muestra en un vaso de precipitados de 50 ml.

- 2.- Adicionar 4 g de la mezcla de glicoles.
- 3.- Agitar con varilla de vidrio, hasta lograr la mayor dispersión.
- 4.- Colocar en una parrilla eléctrica y calentar a 80°C durante una hora, agitar ocasionalmente con la varilla de vidrio. *En este punto tomar una muestra para su observación al microscopio. Colocar en un portaobjetos, y cubrir con un cubreobjetos y observar al microscopio.
- 5.- Por otro lado colocar los dos filtros en el pesafiltros y pesar en balanza analítica.
- 6.- Armar el equipo de filtrado:



- 7.- Agregar unas gotas de glicoles a los filtros para sellarlos con el pesafiltro, y succionar con vacío.
- 8.- Filtrar la solución caliente.
- 9.- Lavar el vaso de precipitados con la mezcla de glicoles hasta que todo el colorante quede disuelto.
- 10.- Lavar el vaso y el agitador con metanol (usar máximo 5 ml de esta sustancia).
- 11.- Secar el pesafiltro en horno a 105°C, durante un tiempo que puede ir de 30 minutos a una hora.
- 12.- Dejar enfriar en un desecador a temperatura am-

biente y pesar en balanza analítica.

Cálculos

(Peso de pesafiltro + materia insoluble) - (Peso original del pesafiltro con los filtros) = Peso de la materia insoluble.

$$\frac{\text{Peso de materia insoluble}}{\text{1g de muestra}} \times 100 = \% \text{ insolubles}$$

Especificaciones de control de calidad

Para que el producto sea considerado como satisfactorio debe cumplir con la especificación del departamento de control de calidad el cual marca respecto al % de insolubles, un máximo de 0.2%.(7)

8.3.3. OBSERVACION AL MICROSCOPIO

El método se especificó en el paso 4 del procedimiento para determinar el % de insolubles en una muestra de "Solvente Violeta 8".

Al observar al microscopio se aprecian partículas uniformes, que corresponden al colorante. Cuando existe materia insoluble en el colorante, entonces se aprecian partículas desiguales, que corresponden a las impurezas.

El aspecto de la muestra puede clasificarse como: "Bueno", "Regular", o "Malo".

El departamento de control de calidad de la empresa, especifica que el aspecto debe de ser "Bueno" para que el producto sea aceptado, y pueda usarse en la fabricación de tintas para bolígrafo.

8.3.4. Espectro de absorción

Material y reactivos

Material de laboratorio

- Vaso de precipitados de 50 ml
- Matraces aforados de 1000 ml
- Pipetas volumétricas de: 3 ml, 4 ml, 5 ml
- Celdillas

Reactivos

"Solvente Violeta 8"	0.4 g
Acido Acético (Baker, grado reactivo analítico)	3 ml

Metilcellosolve (Baker, grado reactivo analítico)	1000 ml
Agua destilada	1000 ml

Equipo

- Espectrofotómetro de luz ultravioleta y visible (190-750nm)
(Perkin-Elmer)
- Balanza analítica

Fundamento

A temperatura ambiente la mayoría de las sustancias se encuentran en su nivel energético mas bajo, o sea en "estado fundamental". La absorción de una radiación produce por lo general una transición entre el estado fundamental y estados con mayor contenido energético, es decir, los estados excitados.

Los átomos, moléculas o iones tienen un número limitado de niveles de energía cuantizada discreta; para que se produzca absorción de radiación, la energía del fotón excitante debe igualar a la diferencia de energía entre el estado fundamental y uno de los estados excitados de la especie absorbente. Como estas diferencias de energía son únicas para cada especie, un estudio de las frecuencias de radiación absorbida ofrece un medio de caracterizar a los constituyentes de

una muestra de materia. Para este objeto, se obtiene experimentalmente una gráfica de la reducción de potencia radiante (absorbancia) en función de longitud de onda o frecuencia. Estas gráficas son llamadas "Espectro de absorción". (19)

Método

1.- Pesar 0.4 g de la muestra en un vaso de precipitados de 50 ml

2.- Adicionar 3 ml de ácido acético

3.- Aforar a 1000 ml con agua destilada

4.- Tomar 4 ml de esta solución y aforar a 1000 ml con Metilcellosolve.

5.- Llenar dos celdillas, una con el blanco (Metilcellosolve) y la otra con el problema.

6.- Determinar su Espectro de Absorción (190-750nm)

7.- Determinar a que longitud de onda presenta la mayor absorbancia.

Especificaciones de control de calidad

Para una solución de 0.0016 mg/ml de "Solvente Violeta 8", la absorbancia debe de ser entre 0.39-0.42 a una longitud de onda de 590nm (7). Para obtener un resultado más satisfactorio y reproducible, utilizar un patrón de referencia (colorante importado), para poder comparar los espectros ob-

tenidos.

8.3.5. Pruebas de toxicidad

*Las tres pruebas a continuación descritas se realizaron en los laboratorios LACE, Laboratorios de Control Especializados, S.A. (Reg. de Prof. 42626, Reg. S.S.A. No.421, Lic. No. 6022273) ya que el Laboratorio de Formulabs de México no cuenta con el equipo y material necesario.

Prueba de irritación dérmica

Utilizar tres conejos adultos sanos, remover el pelo de la región paravertebral en dos zonas: izquierda y derecha, posteriormente aplicar una gasa humedecida con el producto en ambas zonas. Efectuar lecturas a las 72 horas, investigando la presencia de eritema o alguna otra manifestación irritativa de la piel.

Prueba de irritación ocular

El procedimiento se basa en la NORMA OFICIAL MEXICANA, NOM-K-347-1981, Secretaría de Comercio y Fomento Industrial. En seis conejos adultos y sanos realizar observaciones cuida-

dosas de la cornea, iris y conjuntiva en el momento de la aplicación, a las 24, 48 y 72 horas.

Prueba de atoxicidad

A 5 conejos adultos y sanos, aplicar 10 ml de extracto del producto por cada kilogramo de peso. Efectuar observaciones a las: 24, 48 y 72 horas.

8.4. Control de calidad para tinta de bolígrafo

8.4.1. Determinación del pH

El pH debe de ser determinado a 25°C en un potenciómetro. Las especificaciones del Departamento de Control de Calidad indican un rango entre 5 a 6.5.

8.4.2. Viscosidad

La viscosidad de una tinta para bolígrafos debe ser medida a una temperatura de 25 °C, si por alguna razón no se determina a esta temperatura, debe consultarse las tablas de equivalencia Temperatura/Viscosidad (que se encuentran en el laboratorio de control de calidad).

Las especificaciones que marca el Departamento de Control de Calidad para esta prueba son: 10 000 - 15 000 centipoises.

8.4.3. ESCRITURA

Esta prueba es conocida como "Prueba Write Out" y consiste en lo siguiente:

Llenar uno o dos cartuchos de bolígrafos, con tinta, centrifugar 5 minutos, colocar en la máquina para la prueba "Write Out" (Write Out Machine), encender la máquina y dejar escribir hasta que el marcador indique 100. Observar la escritura y determinar:

Solidez: No se debe correr la tinta con el contacto de la mano o cualquier otro objeto, y debe resistir al agua.

Secado: La tinta debe secar en segundos.(3-4 segundos).

Uniformidad de la escritura: Al ir depositando la tinta, se debe de hacer de una manera uniforme.

8.4.4. OBSERVACION AL MICROSCOPIO

Con esta prueba se observa el aspecto de la tinta y la presencia de partículas insolubles, el aspecto puede ser "Bueno", "Regular", o "Malo" según la uniformidad de la solución; el aspecto será bueno si se observa una masa uniforme, libre de impurezas o partículas insolubles, regular, si se observan pocas impurezas y mala si presenta muchas impurezas o partículas insolubles.

El departamento de control de calidad, exige que el aspecto sea "bueno", para lo cual existen patrones de comparación.

Método:

- 1.- Colocar una gota de tinta en un portaobjetos.
- 2.- Calentar un poco y extender.
- 3.- Cubrir con un cubreobjetos y observar a 5x y 10x.

8.4.5. Cromatografía en papel

Esta prueba se lleva a cabo para poder observar los colorantes que constituyen la tinta; esto se logra por la separación de los mismos, al correr el cromatograma.

Material y reactivos

Material de laboratorio:

- Tiras de papel poroso (papel filtro)
- Frasco para cromatografía

Reactivos

Tinta azul para bolígrafos (una gota)	
Alcohol Isopropílico (Baker, reactivo analítico)	80 ml
Acido Acético (Baker, reactivo analítico)	10 ml
Agua destilada	10 ml

Fundamento

En el método cromatográfico se emplea una "fase estacionaria" y una "fase móvil". Los componentes de una mezcla se transportan a través de una fase estacionaria por medio de una fase móvil que fluye; las separaciones se basan en las diferencias de velocidad de migración entre los componentes de la muestra.

Los componentes que se desea separar deben ser solubles en la fase móvil. Deben ser también capaces de interactuar con la fase estacionaria, ya sea disolviéndose en ella, ad-

sorbiéndose o reaccionando con ella en forma química. Como consecuencia, durante la separación los componentes se distribuyen entre ambas fases.

Existen varios tipos de cromatografías:

En papel, en columna, en gas, en líquidos etc. Las diferencias entre ellas son sus "fases", tanto la estacionaria como la móvil. (19)

En este trabajo se utilizó la cromatografía en papel, es decir, la fase estacionaria es un papel poroso y la fase móvil es una mezcla de disolventes. Se escogió este tipo de cromatografía ya que lo único que interesa en este caso, es la separación de colorantes (7) y para este fin es la más adecuada, fácil y barata.

Método

1.- Preparar la "fase móvil", con el alcohol isopropílico, ácido acético y agua destilada (8:1:1).

2.- Adicionar ésta a un frasco de cromatografía de tal manera que quede a una altura aproximada de un centímetro.

3.- Colocar una gota de tinta en la base del papel.

4.- Colocar el papel en el frasco, con el extremo que contiene la muestra hacia abajo.

5.- Dejar que la "fase móvil" ascienda por la "fase estacionaria" (papel).

6.- Observar la separación de los colores y comparar con

el patrón de referencia.

Especificaciones de Control de Calidad

Para la tinta azul, se deben observar dos colores en el papel; uno azul y otro violeta, que corresponden al Azul K y al Solvente Violeta 8, respectivamente.

8.4.6. Espectro de absorción

Material y reactivos

Material de laboratorio

- Vasos de precipitados de 50 ml y 250 ml
- Matraces aforados de 100 ml y 500 ml
- Pipeta volumétrica de 5 ml
- Agitador de vidrio
- Celdillas

Reactivos

Tinta azul	0.31 g
Metilcellosolve (Baker, reactivo analítico)	600 ml

Equipo

- Espectrofotómetro de Ultravioleta y Visible (190-750nm), con graficador. (Perkin-Elmer, modelo Lambda 3)
- Balanza granataria
- Balanza analítica

Fundamento

(ver 8.4.3)

Método

- 1.- Pesar 0.31 g de tinta azul
- 2.- Aforar a 500 ml con metilcellosolve
- 3.- Tomar 5 ml de esta solución y aforar a 100 ml con metilcellosolve.
- 4.- Llenar dos celdillas, una con el blanco (metilcellosolve) y la otra con el problema.
- 5.- Determinar el espectro de absorción, en 190-750nm
- 6.- Comparar con la gráfica del patrón de referencia, y determinar la absorbancia a 590nm y 667nm, que son las longitudes de onda donde presentan la mayor absorbancia el "Solvente Violeta 8" y el "Azul K" respectivamente.

Especificaciones de Control de Calidad

El espectro de absorción debe de ser igual al del patrón de referencia pudiendo presentar los siguientes valores: a 590nm una absorbancia de 0.86-0.92, que corresponde al "Solvente Violeta 8" y a 667nm una absorbancia de 0.52-0.67, que corresponde al Azul K, siendo la concentración de la tinta 0.031 mg/ml. (ver gráfica 15, curva de calibración de la tinta azul).