

4 2

575(24)

FACULTAD DE CIENCIAS QUIMICAS BERZELIUS. U.I.A.  
INCORPORADA A LA  
UNIVERSIDAD NACIONAL DE MEXICO

*T E S I S*

QUE PRESENTA EN SU EXAMEN PROFESIONAL  
PARA OBTENER EL TITULO DE QUIMICO INDUSTRIAL

*Cesar Conde Mata*

1958



Universidad Nacional  
Autónoma de México



**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 esta 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.

*Con todo respeto y cariño a mis Padres y Hnos.*

*A mi profesor y director de tesis Dn. Luis M. Verecá.*

*A mis profesores, compañeros y amigos.*

*A mi prometida Srita. Margarita Suárez.*

## **“FABRICACION DE PIGMENTOS PARA CUERO”**

## **I.—INTRODUCCION**

- A.) Desarrollo de la industria de pigmentos para cuero en México.
- B.) Importancia de la misma en la economía del País.

## **II.—PROCESO**

- A.) Desarrollo general del proceso.
- B.) Control de las materias primas.
- C.) Emulsiones empleadas en su preparación.
- D.) Acabado del producto.
- E.) Control del producto terminado.

## **III.—BIBLIOGRAFIA**

## I. INTRODUCCION

## **A.) DESARROLLO DE LA INDUSTRIA DE PIGMENTOS PARA CUERO EN MEXICO.**

El desarrollo en México de la industria de los pigmentos para cuero, tiene sus principios en el año de 1910, pero de una manera empírica, ya que los fabricantes eran los propios curtidores. No es sino hasta 1930 cuando se fundaron las primeras fábricas especializadas. Sin embargo, por la falta de conocimientos y de control en la elaboración de los productos, su desenvolvimiento ha sido lento.

El mercado actualmente está en manos de la industria americana, la que tiene los mejores productos en el ramo.

En la República Mexicana existen dos casas grandes y varias chicas especializadas en la elaboración de los pigmentos para cuero.

Las casas grandes son:

- a.) CRISTIANSO, S. A., subsidiada por la CYANAMID CO. DE U.S.A. Tiene los mejores pigmentos elaborados en México.
- b.) DERMATAN, S. A.

Entre las casas chicas las más conocidas son: Productos "El León" S. A. y productos "Excelente" S. de R. L.

## **B.) IMPORTANCIA DE LA MISMA EN LA ECONOMIA DEL PAIS.**

Los pigmentos para cuero tienen grandes usos en la industria. No sólo se emplean en las tenerías, sino también en las fábricas de zapatos, y con pequeñas variantes en la industria textil.

Por lo tanto, el incremento de esta industria será una fuente más de trabajo y otro pilar para la economía de México.

Esta tesis tiene por objeto contribuir, aunque sea modestamente, al conocimiento de la fabricación de estos pigmentos, ya que en la actualidad faltan técnicos especializados. El personal empírico dedicado a esta industria es excelente, pero al introducirse una mejoría en la técnica se ve imposibilitado, por su falta de preparación, para adaptarla o desarrollarla.

Además, en general, no se tiene control de las materias primas

## II. PROCESO



Básicamente consiste en lograr una suspensión del colorante en una mezcla de: agua y una emulsión de cera, aceite sulfonado, gomas y adhesivos.

#### A). DESARROLLO GENERAL DEL PROCESO.

Fundamentalmente son tres pasos:

- 1o. Preparación de la pasta.
- 2o. Molienda de la pasta.
- 3o. Mezclado y agregado del vehículo.

##### 1o. Preparación de la pasta.

Es tan importante que de su buena o mala preparación dependerá el éxito o fracaso en los pasos siguientes. Si la pasta está mal preparada, la molienda se verá afectada por la formación de grumos. Además, el poder cubriente, la viscosidad, la penetración y la suavidad al tacto del producto dependen igualmente de la buena o mala preparación de la pasta.

Para obtener una buena pasta es necesario tener en cuenta los pasos siguientes:

- a.) Preparación de una emulsión de cera.
  - b.) Preparación de la emulsión de aceite.
  - c.) Mezclado del colorante con las preparaciones anteriores ( a y b).
- a.) Preparación de una emulsión de cera.

La cera se pone en agua caliente hasta su fusión. Se añaden emulsivos, como ácido oleico y trietanolamina, se fluidifica el gel al emulsionarse la cera en el agua, y añadiendo agua se obtiene la concentración deseada. La temperatura del agua, la cantidad de cera y la clase de emulsivo empleado influyen en la emulsión.

##### b.) Preparación de la emulsión de aceite.

Es propiamente la emulsificación de un aceite sulfonado, al mezclarse con agua.

La cantidad de aceite depende del pigmento por elaborar.

Se mezclan las emulsiones de cera y aceite (a y b) por medio de un agitador de aspas. Resultará una emulsión de agua, cera y aceite que será la base líquida de la pasta.

c.) Mezclado del colorante o tierra con las emulsiones anteriores.

El mezclado del colorante con la base líquida para la pasta, se hace por medio de un agitador de gusano, a baja velocidad, de 60 a 80 r.p.m., procurando en lo posible que el movimiento sea uniforme para lograr que el colorante sea impregnado totalmente por la emulsión, para obtener una pasta con igualdad de propiedades físicas. Además, el colorante debe agregarse lentamente para evitar la formación de terrones que impedirían que la emulsión mojase totalmente al colorante. Es preciso tomar muestras de cada uno de los pasos para mantener la pasta dentro de las especificaciones establecidas para el producto. Tales especificaciones han sido fijadas por experimentación.

El tiempo de mezclado depende del grado de dispersión del colorante, y oscila entre 30 y 45 minutos.

Las pruebas que se realizan en cada uno de los pasos de la elaboración de la pasta se refieren a las propiedades físicas, como viscosidad, densidad, dispersión, etc. Las propiedades químicas no se determinan directamente en la pasta sino en las materias primas que se usan para su elaboración.

Dicha determinación la hacen las casas proveedoras pero, como se comprenderá, conviene comprobarlas en el laboratorio.

## 2o. Molienda de la pasta.

De la molienda depende la tersura del producto. El ideal es lograr la ausencia total de partículas en forma de pequeños granos. Si tales granos existen resultará una piel de calidad inferior, ya que si el pigmento es de un solo colorante, al aplicar el medio lustrador o plancha sobre la piel, quedan partes descubiertas; y si el pigmento consta de dos o más colorantes, al planchar o lustrar aparecerán en la piel manchas, lo que en las tenerías se llama "florado de las pieles".

Conviene advertir que el tal "florado" puede provenir también del curtido deficiente.

La molienda es la parte más importante para el acabado del pigmento. Es necesario usar el molino adecuado para el colorante empleado. Conviene además que el operador esté bien entrenado tanto en el manejo del molino como para tenerlo en buenas condiciones mecánicas.

Los molinos empleados en la molienda de la pasta pueden clasificarse en:

- a.) Molinos de rodillos.
- b.) Molinos de bolas.
- c.) Molinos coloidales.

a.) **MOLINOS DE RODILLOS.**— Son monocilíndricos y tricilíndricos. En los monocilíndricos la molienda se efectúa por la fricción de un rodillo móvil sobre dos barras fijas. El rodillo tiene dos movimientos simultáneos, uno horizontal

y otro de rotación sobre un eje. La pasta que se va a moler se deposita en una tolva que se encuentra en la parte superior; de allí pasa entre las barras y el rodillo; de éste es separada por una cuchilla y depositada en una tolva fija colocada en la parte inferior.

Los molinos tricilíndricos efectúan una molienda más perfecta, ya que la pasta, antes de pasar entre las barras fijas y el último rodillo ya fué molida en parte por los rodillos anteriores.

b.) MOLINOS DE BOLAS.—Consisten en tambores que giran teniendo dentro bolas de acero o material especial que al chocar entre sí efectúan la molienda.

Estos molinos se emplean cuando se necesita una molienda más enérgica o se trata de pastas más resistentes, como pastas negras, rojas, azules (azul de Prusia).

c.) MOLINOS COLOIDALES.—Su uso es reciente, data de diez años a la fecha. En realidad estos molinos se emplean para dar un acabado más perfecto, ya que la pasta se muele primero en uno de los molinos anteriormente citados.

La pasta así molida se junta con el vehículo y luego se pasa a los molinos coloidales. Estos funcionan por fricción a alta velocidad. Consta de un disco que gira y hace presión sobre una tolva de material antifricción.

El empleo de estos molinos es muy ventajoso en la industria. Además de dar un acabado más perfecto al pigmento, como antes se dijo, permite, debido al tamaño de las partículas, obtener una suspensión más estable y por lo tanto retardar el asentamiento de la misma, lo cual es muy beneficioso.

Porque sucede que los pigmentos fabricados con tierras a base de cromatos amarillos, verdes, etc., o de algunos óxidos pesados, con el tiempo sufren una separación entre el vehículo y las tierras, lo cual hace difícil y lenta la aplicación uniforme del pigmento en los cueros.

También se aplican antiespumantes que, como su nombre lo indica, impiden la formación de espuma en el producto, espuma que impediría una buena aplicación en la piel.

### 3º Mezclado y agregado del vehículo de la pasta.

Como vehículo se usan soluciones de gomas, de preferencia la arábica y la laca, ésta última con sus distintas clases: limón, blanqueada, arsenicada, etc. Usanse también como vehículo soluciones de caseína en diversas proporciones, resinas alquílicas con compuestos de vinilo; el uso de uno u otro vehículo depende del pigmento que se va a elaborar. Por ejemplo, si se va a aplicar el pigmento a pieles destinadas a prendas de vestir, chamarras, etc., es decir, prendas que van a ser lavadas, conviene emplear resinas como vehículo.

Además, para evitar la descomposición del pigmento conviene añadir al vehículo, antes de juntarlo con la pasta, un preservativo, como benzoato de sodio, ácido fénico, esencia de mirbana, dowieide, etc.

## B.) CONTROL DE LAS MATERIAS PRIMAS.

El control de las materias primas es la clave de la buena fabricación no sólo de los pigmentos sino de cualquier producto que se elabore. De la seguridad de contar con productos de iguales condiciones, tanto físicas como químicas, dependerá la obtención de productos de igual calidad e idénticas condiciones de trabajo. Por otra parte, si hay control, al haber variaciones en las materias primas, de antemano pueden hacerse los ajustes necesarios y no sobre la marcha, lo que acarrea pérdida de tiempo, aumento en el costo, disminución de la calidad y algunas veces pérdida total.

Como materias primas se tratará:

### I De las tierras:

- 1.) Dióxido de titanio.
- 2.) Amarillo cromo.
- 3.) Rojo óxido de hierro.
- 4.) Negro de huesos.

La clasificación por su color está dada como sigue:

- A.—Coloridas.
- B.—Blancas.
- C.—Negras.
- D.—Metálicas.

Estas a su vez tienen clasificaciones particulares, así tenemos.

### A.—Coloridas.

#### a.—Violetas.

- Violeta de Metilo.
- Violeta de manganeso.
- Violeta ultramarino.

#### b.—Azules.

- Azul de azurita.
- Azul de cobalto.
- Azul de ftalocianina.
- Azul de cobre.
- Azul de indantreno.

- Azul índigo.
- Azul óxido de hierro.
- Azul de indulinas sulfonadas.
- Azul Thenard.
- Azul ultramarino.
- Azul de Prusia.

#### c.—Verdes.

- Verde de cadmio.
- Verde cromo.
- Verde de cobre.
- Verde clorofila.
- Verde esmeralda.
- Verde indantreno.
- Verde malaquita.
- Verde Naftol B.
- Verde Scheele.
- Verde ultramarino.
- Verde Victoria.

#### d.—Amarillos.

- Amarillo de cinc.
- Amarillo de antimonio.
- Amarillo de bario.
- Amarillo aureolin.
- Amarillo bencidina.
- Amarillo cromo.
- Amarillo fluorescente.
- Amarillo indantreno.
- Amarillo de cromato de plomo.
- Amarillo naftol.
- Amarillo toluidina.

#### e.—Cafés.

- Café óxido de hierro.
- Café catecón.
- Café Van Dick.
- Café de manganeso.
- Café óxido de fierro hidratado.

- f.—Rojos
  - Rojo toludina.
  - Rojo alizarina.
  - Rojo de Venecia.
  - Rojo rodamina.
  - Rojo tioindigo.
  - Rojo hematita.
  - Rojo de eosinas.
  - Rojo óxido cuproso.
  - Rojo óxido de hierro.

- B.—Blancas.
  - Hidrato de aluminio.
  - Anhidrita.
  - Barita.
  - Oxido de antimonio.
  - Carbonato de plomo básico.
  - Gis.
  - Yeso.
  - Caolin.
  - Lithopone.

- Magnesita.
- Dióxido de titanio.
- Talco.
- Oxido de cinc.
- Sulfuro de cinc.

- C.—Negros.
  - Negro de humo.
  - Grafito.
  - Oxido férrico.
  - Negro de huesos.
  - Negro marfil.
  - Nigrosina.
  - Nigrosina sulfonada.
  - Negro vegetal.

- D.—Metálicas.
  - Polvo de aluminio.
  - Oro metálico.
  - Plata metálica.

La clasificación debida a la composición de las tierras es la siguiente:

I.—Coloridos.

I.—Orgánicos.

a.—Sintéticos.

- Básicos.
- Azo-insolubles.
- Azo-solubles.
- Condensación de ácido.
- Antraquinónicas.

b.—Naturales.

- Vegetales.
- Animales.

II.—Inorgánicos.

a.—Sintéticos.

- Cromatos.
- ferrocianuros.
- Mezcla de cromatos y ferrocianuros.
- Sulfuros.
- Sulfoseleniuros.
- Hidróxidos.
- Oxidos.
- Silicatos.

b.—Naturales.

- Oxidos de hierro amarillo.
- Oxidos de hierro rojo.
- Oxidos de hierro negro.
- Oxidos de hierro café.

2.—Blancos.

A.—Opacas.

I.—Sintéticas.

- Carbonato básico de plomo.
- Sulfato básico de plomo.
- Oxido de cinc.
- Sulfuro de cinc.
- Dióxido de titanio.
- Oxido de antimonio.

II.—Naturales.

- Barita.
- Carbonato de calcio.
- Sulfato de calcio anhidro.
- Carbonato de magnesio.
- Silicatos de aluminio.
- Silicato de potasio.
- Silicato y cuarzo.

3.—Negros.

Negro animal.  
Grafito.

I.—Sintéticos.

Negro de humo.  
Negro vegetal.

II.— Naturales.

Negro mineral.  
Oxido de fierro negro.

1.—DIOXIDO DE TITANIO.

Entre las tierras blancas la más importante es el dióxido de titanio. Se aplica bajo las siguientes formas: Anatas y Rutilo. Las dos tienen la misma fórmula química  $TiO_2$ . Se distinguen únicamente por la diversa estructura de su reticulación cristalina, o sea la colocación en ella de átomos de oxígeno y titanio.

En la reticulación cristalina del Anatas los espacios atómicos son muy pequeños y provocan la desviación y retención de la luz incidente. Su índice de refracción es relativamente alto, 2.55. La célula elemental del Rutilo es más pequeña, por lo tanto opone mayor resistencia a la luz que el Anatas. Su índice de refracción es de 2.7.

A continuación se expresan en forma comparativa algunas de las constantes para el dióxido de titanio en sus dos formas:

ANATAS		RUTILO
3.9	Peso específico	4.2
Indefinible debido a su transformación en Rutilo.	Punto de Fusión.	1825 C.
31	Constante Dieléctrica	114
5.5 a 6	Dureza según la escala de Mohs.	6 a 7

Por su poder cubriente el más apropiado es el dióxido de titanio en su forma Anatas, como puede notarse en la tabla siguiente:

PIGMENTO EMPLEADO	Kg. / m <sup>2</sup> .
ANATAS.	30.10
RUTILO.	23.54
SULFURO DE CINC.	11.87
LITHOPONE CON 30% DE $TiO_2$ .	9.00
LITHOPONE.	5.56
OXIDO DE CINC.	4.09
CARBONATO DE PLOMO.	3.07
SULFATO DE PLOMO.	2.66

El poder cubriente de las tierras se determina haciendo una mezcla de la tierra de que se trata con aceite de linaza; en ella se introduce una brocha; mezcla y brocha se pesan en una balanza analítica. Se procede a pintar una superficie determinada evitando las pérdidas; se vuelve a pesar mezcla y brocha para

conocer la cantidad de pintura empleada. La relación de metros cuadrados pintados por kilogramo de pintura empleada nos da el poder cubriente.

Las especificaciones bajo las cuales será recibido en las bodegas, el dióxido de titanio, serán las siguientes:

1.—Envase usual.—Tambores de cartón o de madera de 98 kg., o bolsas de papel o yute con pesos de 22.680 kg. si son de procedencia norteamericana, y de 25 a 50 kg., si su procedencia es europea o japonesa.

2.—Especificaciones químicas y físicas.

a.) TITANIO como $TiO_2$	96.5% mínimo de pureza.
b.) MATERIA VOLATIL (como agua).	0.5% máximo.
c.) COLOR	Blanco.
d.) FORMA	Polvo.

### DETERMINACION CUALITATIVA DEL DIOXIDO DE TITANIO

La disgregación del dióxido de titanio se efectúa por fusión con bisulfato potásico, en un crisol de platino. Se hierva varias veces con agua la masa de fusión ya enfriada; si queda un residuo insoluble puede contener sulfatos de bario, de calcio y de plomo los cuales se separan por filtración. En el filtrado se encuentra el titanio en forma de sulfato; algunas veces está mezclado con sulfatos de cinc, aluminio, fierro y cromo, todo lo cual es preciso separar.

En un vaso de precipitados de 250 cc. se mezclan de 0.5 a 1 gramo de blanco de titanio con 25 cc. de ácido sulfúrico concentrado y 8 g. de sulfato de amónico. Se calienta hasta completa disolución del titanio; se deja enfriar; se diluye con 100 cc. de agua destilada, lo que debe hacerse con sumo cuidado; (puede saltar a los ojos) se agita y calienta a ebullición; se filtra y lava el residuo insoluble con ácido sulfúrico de concentración 8 a 10%, hasta extracción total del titanio. Una parte del filtrado se trata con 5 g. de ácido tartárico; se añaden unos cc. de amoníaco hasta ligera reacción alcalina; se introduce una corriente de ácido sulfhídrico y se deja unos minutos a baño maría. Si no hay precipitado, el fierro, el níquel, el cobalto y el plomo están ausentes. Si se forma precipitado debe analizarse. Se filtra, lava y en el filtrado se identifica el dióxido de titanio, se emplea el agua oxigenada, con la que da coloración rojo-amarillenta característica.

### DETERMINACION CUANTITATIVA DEL DIOXIDO DE TITANIO

Para la determinación cuantitativa, se disgrega igual que en la cualitativa. Se mezclan de 0.5 a 1 g. de dióxido de titanio por determinar, con 25 cc. de ácido sulfúrico, en un vaso de precipitados de 250 cc. y 8 g. de sulfato de amonio, calentándose hasta desprendimiento de vapores blancos. Se deja enfriar, y diluye con cuidado en unos 200 cc. de agua, bajo la adición de 30 cc. de solución amoniacal o sulfato de amonio para que la solución quede ligeramente ácida. El dióxido de titanio en solución se reduce con hidrógeno nascente y fuera del contacto del aire, se titula con solución valorada de cloruro férrico, usando sulfocianuro de potasio como indicador. El resultado se da en g. de  $TiO_2$  o en % de pureza.

## DETERMINACION DE LA MATERIA VOLATIL

Para determinar la materia volátil se toma una muestra en una cápsula tarada a peso constante; se pone en la estufa a 100-100° C; se deja enfriar en desecador y se pesa. La diferencia de pesos nos da la materia volátil en la muestra. El resultado se da en por ciento.

El almacenamiento debe hacerse en lugar seco y lejos de tierras de color.

### 2.) AMARILLO CROMO.

Por amarillo cromo se entiende el cromato neutro de plomo o bien mezclas de cromato de plomo con sulfato o carbonato básico de plomo. El cromato de plomo técnicamente puro es un polvo blando cristalino, de color amarillo canario hasta amarillo anaranjado; su peso específico varía de 6.12 a 6.29 y el tamaño del grano tiene de 5 a 15 micras de diámetro. Sus propiedades para cubrir y como secante son muy favorables, no así su resistencia a la luz y a los álcalis, con éstos últimos forma cromato básico de plomo de color rojo cromo.

Las normas de la A.S.T.M. que se refieren al amarillo cromo claro y oscuro son: La materia colorante seca debe consistir en cromato neutro de plomo; el color en polvo no puede contener más del 3% de impurezas, ni más de 0.5% de materias solubles en agua. La cantidad de partículas gruesas, como residuo, en un tamiz No. 325 no puede ser mayor del 1%. No puede contener materias orgánicas.

### 3.) ROJO OXIDO DE HIERRO.

Existen colores rojos naturales de hierro obtenidos por molturación de las menas de hierro, como la limonita y hematita entre otras, y colores artificiales procedentes de productos residuales ferroginosos. La facultad de cubrir aumenta con el contenido de óxido de hierro; por regla general, es muy buena. El color depende no sólo de la cantidad de óxido de hierro contenido, sino también de la temperatura y el tiempo de la tostación de su obtención.

El tamaño del grano varía grandemente según la materia prima y método a partir del cual se obtuvo; dentro del mismo producto se dan diferencias de tamaño entre 1 y 80 micras de diámetro. Estos óxidos resisten a la luz en una forma extraordinaria, igual que al contacto de los agentes químicos. El peso específico varía con el contenido de óxido férrico; dicho peso específico, cuando el óxido férrico es puro, varía de 5.04 a 5.17. Los óxidos férricos fuertemente calcinados alcanzan la mayor densidad.

Las condiciones establecidas para el óxido férrico rojo por la A.S.T.M., son las siguientes: El contenido mínimo de óxido férrico debe ser de 30%. La cantidad de materias silíceas insolubles, incluídas las pérdidas por calcinación, no debe ser mayor de 10%, y el residuo en un tamiz No. 325 no debe ser mayor al 3% como máximo. Los óxidos de hierro deben estar exentos de colorantes orgánicos.

### 4.) NEGRO DE HUESOS.

El carbón animal o de huesos consiste esencialmente en fosfatos de calcio y unos 10 a 20% de carbón libre que da el color. Contiene además unas cantida-



des más pequeñas de carbonato, sulfuro y sulfato de calcio, fosfato magnésico y otros. Un análisis de él, aproximado, es de 75 a 80% de fosfato de calcio, 10 a 15% de carbón, 6 a 8% de carbonato cálcico, 0.15 a 0.25% de sulfato de calcio, 0.8 a 1.4% de fosfato magnésico.

El negro de huesos, en forma de polvo, es negro; negro pardusco en presencia de componentes insuficientemente carbonizados; su peso específico es de 2.7. Su facultad de cubrir es baja. Tiene gran resistencia a la luz y a los agentes atmosféricos; puede ser mezclado con toda clase de colorantes y aplicado con toda clase de aglutinantes; absorbe los colorantes orgánicos. En estado seco absorbe de 7 a 10% de humedad del aire.

Las condiciones de la A.S.T.M. para el negro de huesos son las siguientes: Debe ser obtenido por calcinación de huesos y no contener materias extrañas. El contenido de cenizas no debe pasar de 88%, si es desecado. La ceniza insoluble en ácidos puede ser como máximo 1%; las sustancias solubles en benzol, sólo el 0.5%. El residuo de partículas gruesas en el tamiz No. 325, no puede pasar del 2%.

En la industria los ensayos físico-técnicos de los colorantes, se refieren sobre todo a dos características: a.) Al tono de color y b.) A la finura del grano.

#### a.) Tono de color.

Para la comparación del tono de color se colocan, una al lado de otra, sobre una placa de vidrio, cantidades aproximadamente iguales de polvo: con una espátula se allanan y se comparan a la luz difusa. Si se trata de colores claros es conveniente colocar un papel negro mate debajo del vidrio, y para los colores oscuros, un papel blanco. Los papeles satinados no sirven para este objeto. Con un poco de práctica se pueden apreciar, por este método, diferencias insignificantes del tono.

#### b.) Finura del grano.

Puede apreciarse rozando con una espátula, una pequeña cantidad del colorante en polvo. Las partículas gruesas, si existen, dejan surcos en la superficie llana del polvo; las partículas de impurezas como el coke y otras similares, se reconocen por su chirrido característico bajo la presión de la espátula.

II.—Además de hablar de las tierras principales trataremos de otras materias primas importantes en la elaboración de pigmentos para cuero:

### 1.) ALBUMINA DE HUEVO.

La albúmina de huevo se presenta en el mercado en forma de escamas cónicas transparentes, ásperas, coloreadas del blanco hasta el amarillo. Las calidades oscuras son generalmente de huevos de pato; las más claras, a menos que sean blanqueadas artificialmente, son de huevo de gallina.

Las pruebas principales a que se somete la albúmina de huevo al comprarse como materia prima para la elaboración de los pigmentos para cuero, son las siguientes: a.) Contenido en agua, b.) Ensayo de pureza, c.) Determinación de insolubles, d.) Contenido de cenizas y e.) Prueba de coagulación.

#### a.) Contenido de agua.

La albúmina debe pulverizarse a fondo y secarse, a 105° C., hasta peso constante. Por diferencia de peso se obtiene el contenido de agua. Se pulveriza lo mejor posible, para evitar los errores, ya que los pedazos grandes engloban agua, y por lo tanto al pesarse dan contenidos de agua aparentemente menores.

#### b.) Ensayo de pureza.

La mejor prueba de pureza es su clara solubilidad en agua destilada tibia y una completa floculación de la albúmina disuelta cuando la solución se calienta por encima de los 70° C.

Para la disolución en agua tibia destilada se procede como sigue: Se pulveriza finalmente la albúmina, y una cantidad pesada de la misma se esparce sobre la superficie del agua; se deja reposar durante 12 h., y se agita perfectamente.

A causa de su alto precio, la albúmina viene mezclada frecuentemente con parte de dextrina, cola, goma arábiga y materias semejantes, que no son coagulables por el calor. Se reconocen por coagulación de la solución de albúmina y análisis del residuo seco del filtrado de la solución anteriormente citada. Los análisis son de nitrógeno por el método de Kjeldal.

#### c.) Determinación de insolubles.

5 g. de albúmina se disuelven a 30° C; la solución se filtra sobre un filtro tarado y seco a 110° C; el residuo se lava con agua tibia a 40° C, se seca a 110° C, y se pesa. Sobre el residuo insoluble se sigue el análisis de las cenizas, buscando, 1.) Los componentes inorgánicos por incineración y 2.) Su solubilidad en alcalis.

En los casos que presenten dificultad, se procede en la forma siguiente: Se evapora a sequedad a una temperatura no mayor de 110° C, una parte alícuota de la solución de albúmina obtenida según se indica anteriormente, conteniendo una concentración de 20 g. de albúmina por litro. Una vez logrado el peso constante, se registra éste. Se mezclan 100 cc. de la solución original con 2 g. de caolín. Se agita bien y se filtra hasta obtener una solución clara y limpia. En un volumen fijo del filtrado se determina la totalidad de los solubles. La diferencia entre las determinaciones, con respecto a la misma cantidad de solución empleada, da el tanto por ciento de los insolubles, referido a un peso original.

#### d.) Contenido de cenizas.

El contenido de cenizas no debe exceder en mucho del 5%. Se calienta cuidadosamente, en un crisol de platino, de 3 a 5 g. de albúmina, hasta que se haya evaporado toda el agua y los componentes volátiles. Luego se incinera hasta obtener peso constante. Si se presentan dificultades para la incineración completa, se humedecen las cenizas con una solución de nitrato de amonio y se calienta por segunda vez. En caso de que se logre la incineración total, se calienta cuidadosamente en el crisol de platino hasta tener la carbonización de toda la substancia orgánica; se lava el residuo del crisol varias veces con agua caliente y se calcina a fondo. El residuo se seca a 200° C.

#### e.) Prueba de coagulación.

Una solución de 1 a 40 se calienta lentamente en baño maría en un tubo de ensayo. En las buenas calidades, ya a los 50° C aparece un enturbamiento, ocurriendo a los 70° C la coagulación completa.

### 2.) ALBUMINA DE SANGRE.

Para obtenerla se deja coagular, en vasijas planas, la sangre de los animales sacrificados. Las masas coaguladas de sangre, cuya parte sólida está formada por hemoglobina, se cortan y colocan sobre tarimas para eliminar el suero; éste suministra la albúmina llamada brillante. La parte que queda en la tarima se trata

con agua y se separa por presión del resto del suero: por evaporación y secado se obtiene la albúmina negra de calidad inferior a la obtenida del suero.

La albúmina de sangre se coagula a los 68° o 70° C; es insoluble a esta temperatura. Posee una mayor resistencia al agua que la caseína y la cola, pues después de coagularse pierde la propiedad de hincharse. En esta propiedad están basadas las características favorables que no tiene ninguna otra sustancia aglutinante de origen animal.

La solubilidad en agua se hace tomando 25 g. de muestra; se pasa a un vaso de precipitados de 250 cc. y se añaden 200 cc. de agua destilada a 20° o 30° C; se deja reposar durante 15 h., agitando de vez en cuando y evitando la formación de espuma. Se pasa a un matraz aforado de 250 cc. y se afora, dejando reposar 2 h. Se seca el filtro a peso constante y a una temperatura de 95° a 100° C.; se deja enfriar y se pesa en una balanza analítica. Se decanta sobre el filtro la parte superior del matraz aforado, vertiéndose después el resto; se lava bien el filtro. Filtro y residuo de desecan a la estufa, a una temperatura de 95° a 100° C, hasta peso constante. La albúmina cuando se encuentra en estado puro o de gran pureza, debe ser soluble en agua en un 95% de su peso.

La albúmina de sangre se presenta en forma de escamas o polvo de color anaranjado hasta pardo rojizo obscuro. La coloración es debida a los pigmentos de la sangre y al contenido de hierro, estorbando éste para muchas aplicaciones. El contenido de hierro debe ser reducido. La concentración máxima tolerada es de 0.15 a 0.20%, con un grado de humedad de 10%. Como la albúmina de sangre es más sensible al calor que la de huevo, hay en el comercio gran variedad de productos preparados, que por estar obtenidos a altas temperaturas contienen gran proporción de insolubles. Los análisis se verifican de una manera similar a los ensayados con la de huevo. En cada caso se requiere un análisis del hierro en las cenizas.

Para diferenciar la albúmina de huevo de la de sangre, se agita una pequeña cantidad de muestra de la solución acuosa con éter. La de sangre permanece soluble, no así la de huevo que se precipita.

### 3.) CASEINA.

En el mercado se encuentran productos de caseína solubles e insolubles. Los primeros son siempre las sales alcalinas de la caseína, y contienen frecuentemente exceso en álcali o sales neutras. Las segundas tienen reacción ácida y contienen ácidos minerales libres, procedentes de la precipitación de la caseína. El análisis debe abarcar en primera línea: a.) Contenido de cenizas, b.) Acidez y alcalinidad, c.) Contenido de agua.

#### a). Contenido de cenizas.

Se hace de una manera semejante a la ya descrita para la albúmina de huevo; el contenido de la muestra no debe exceder a un 6%. Se calientan cuidadosamente, en un crisol de platino, 5 g. de caseína, hasta que se haya evaporado toda el agua y los componentes volátiles. Si la incineración no es completa, se le añaden unas gotas de solución de nitrato de amonio y se calienta de nuevo. El crisol se pone a peso constante antes de efectuar la prueba y después de terminarla. La diferencia en peso indica la cantidad de cenizas contenidas en la muestra tomada. Se da el resultado en por ciento.

#### b.) Acidez y alcalinidad.

Se agitan fuertemente, durante media hora, g. de caseína con 100 cc. de

agua destilada. Se filtra, y en una parte alícuota se valora con sosa 0.1 N o ácido 0.1 N, el ácido o el álcali disueltos. La fenoftaleína se usa como indicador.

Las caseínas solubles en agua deben ser neutras en presencia de fenoftaleína. Las clases comerciales corrientes, de caseína insolubles en agua, requieren para su disolución, 0.5 cc. de sosa cáustica 0.1 N, para 10 g. de caseína.

c.) Contenido en agua.

El contenido en agua se determina por desecación hasta peso constante, y no debe exceder del 12%.

La caseína que se expende en el mercado es de diversas clases. De las clasificaciones por el tamaño del grano, las más usadas son de 60 a 90 mallas. Por su procedencia, la más usada es la argentina; su solubilidad es superior a las caseínas de otros países.

La caseína es un componente de la leche de los mamíferos. Existe en forma de complejo con el calcio; forma un coloide en suspensión con la albúmina de la leche y los electrolitos presentes en la misma, como los citratos y fosfatos.

Las diversas clases de caseína se diferencian entre sí por sus propiedades. Sobre éstas influyen en alto grado no solamente la naturaleza del ácido o la enzima empleada para coagular la leche, sino también diversos factores tales como la temperatura al hacer la precipitación, lavado de la cuajada, condiciones en que se efectúa la desecación, así como el grado de la molienda, duración del almacenaje y condiciones en que se efectúa este último.

Por la vía puramente química no es posible reconocer, en las caseínas comerciales obtenidas exclusivamente de leche de vaca, ninguna diferencia, a excepción hecha de las variaciones ofrecidas por la cantidad de cenizas. Esto es fácil de comprender, si se tiene en cuenta que la caseína de diversos mamíferos no presente ninguna diferencia quimicoanalítica.

De los resultados de la hidrólisis ácida se desprende que la caseína está constituida por numerosos aminoácidos, de los cuales los más importantes son el ácido glutámico y oxiglutámico en más del 30%; leucina, tenilalanina, lisina y otros de menor importancia. Se forma además, en la hidrólisis ácida, amoníaco y bióxido de carbono. Por esto último se comprende que la caseína es un ácido más fuerte que el carbónico, pues el bióxido de carbono es puesto en libertad de los carbonatos y bicarbonatos por la caseína.

Al igual que todos los aminoácidos, la caseína es anfótera, es decir que por su contenido en grupos aminos reacciona con el ácido clorhídrico, formando un cloruro disociado, y por su contenido en grupos carboxilos reacciona con los álcalis, formando caseinatos solubles en agua. Muchos científicos explican las combinaciones de la caseína con los ácidos y los álcalis, como fenómeno de adsorción. La caseína recién precipitada es disuelta fácilmente por el amoníaco, precipitando de nuevo al añadirle una cantidad de ácido. No se sabe con precisión si la molécula de la caseína sufre durante estas pruebas algún cambio fundamental o esencial. Algunos suponen que se producen transposiciones en la molécula. La caseína es extraordinariamente sensible a las concentraciones de álcalis, pero no sufre grandes degradaciones en las soluciones cuyo pH no excede sensiblemente al de 7.5.

Al mezclar la caseína con agua, se hincha, desprendiendo una considerable cantidad de calor. El agua necesaria para la plastificación llega a ser hasta un 42% del peso de la caseína; el agua es absorbida rápidamente por la caseína y se convierte en un polvo de apariencia seca. Se favorece el hinchamiento por medio

de plastificaciones, las cuales, de conformidad con la naturaleza anfótera de la caseína, pueden ser ácidos o aminas.

Entre los ácidos tenemos el acético y el benzoico, aceite rojo turco, fénico, etc.; entre las aminas tenemos amoniaco aceite de anilina y otras aminas de la serie de aminas alifáticas y aromáticas.

Algunos plastificantes comunican también flexibilidad, y permiten mejores aplicaciones. Entre los que comunican esta propiedad tenemos en primer término a la glicerina, que comunica un efecto de clarificación sobre los plastificados más o menos turbios.

## METODOS FISICOS DE LA CASEINA

Antes de empezar éstos, daremos la razón por la cual se ha dado tanta importancia al tratado de la caseína en esta tesis. Es por la gran aplicación que tiene la caseína en la fabricación de los pigmentos, y su uso en diversos acabados tanto de las pieles como de los zapatos, pues es la base principal de la fabricación de los binders, lures y otra serie de productos para el adorno de los zapatos y prendas para vestir.

### a.) Color.

La caseína de gran calidad tiene color amarillo claro. La caseína sin moler debe estar completamente exenta de partículas de color pardo rojizo y debe contener solo partículas aisladas de color pardusco.

### b.) Olor.

Para apreciar el olor se ponen a hinchar 10 g. de caseína en 10 cc. de agua; se mezclan después con un volumen igual de lechada de cal espesa. La caseína de buenas calidades es casi inodora, o con un olor débil a leche, si se observa a los pocos minutos de efectuada la reacción. Un olor desagradable indica casi siempre una calidad mediocre; pero también puede deberse a que, durante el almacenamiento la caseína haya fijado el olor de sustancias fuertemente aromáticas. Siempre es sospechoso un olor rancio, ácido o a queso.

En la caseína se ensayan simultáneamente el olor y la solubilidad con bórax.

### c.) Viscosidad.

15 g. de caseína molida, contenidos en un matraz erlenmeyer, se hinchan en 35 cc. de agua destilada durante varias horas; el matraz se pone a baño maría calentando a 40° C. y se añaden 3 g. de bórax disueltos en 18 cc. de agua. Se agita la mezcla, se eleva la temperatura rápidamente a 70° C.; se sigue agitando hasta que toda la caseína se haya disuelto completamente, lo cual requiere normalmente 15 minutos.

La viscosidad se determina, a 40° C., mediante el viscosímetro de Engler. De esta manera no se puede apreciar si la caseína sirve para determinado uso, pero sí se pueden ensayar las distintas partidas de caseína para comprobar la uniformidad y obtener una orientación acerca del procedimiento seguido en su fabricación. Las caseínas obtenidas del coágulo ácido calentado, forman soluciones parecidas a una jalea.

## ANALISIS QUIMICO

### a.) Impurezas gruesas.

El mejor método para determinar las substancias extrañas insolubles consiste en dispersar la caseína disuelta en bórax para formar una solución al 15%, y después de la completa homogeneización de la misma, se filtra al través de un filtro tarado a peso constante. El residuo se lava con solución de bórax diluido, después con agua; se seca y se pone a peso constante. Este método permite determinar la cantidad de substancias extrañas incorporadas a la caseína, así como formarse una idea de la naturaleza y origen probable de las impurezas del residuo.

### b.) Humedad.

La humedad se determina secando de 3 a 5 g. de caseína, a una temperatura de 100° a 105° C. hasta peso constante. Como la caseína es higroscópica, es recomendable efectuar el secado de todas las muestras durante 5 ó 6 h., tiempo en todos los casos suficiente, en vez de hacer varias pesadas sucesivas. La pesada debe hacerse a temperatura ambiente; para enfriar se hace en un desecador equipado con ácido sulfúrico concentrado, el cual debe cambiarse cada vez que se efectúe una determinación.

La caseína desprende con gran dificultad los últimos restos del agua, y por otra parte absorbe rápidamente el agua del aire.

La tabla que sigue muestra la relación que hay entre dos muestras de caseína y la humedad relativa del aire.

Humedad relativa del aire.	Muestra I Contenido en agua.	Muestra II
%	%	%
40.6	7.27	7.20
47.5	8.27	8.06
52.7	9.13	8.99
62.2	10.53	10.53
62.2		

La humedad que se permite en las caseínas comerciales es de 10% como máximo. En general no excede al 8%.

Para determinar cenizas no debe emplearse un crisol de platino, porque el fósforo que contiene la caseína puede atacarlo.

### c.) Grasas.

La grasa se determina frecuentemente por medio de la extracción con éter de petróleo ordinario o éter etílico en el aparato Soxhlet.

Los resultados obtenidos varían mucho, por la dificultad de que el disolvente no penetra bien en las partículas de caseína.

En un matraz de 30 cc. de capacidad se pesan de 1-5 g. de caseína; se añaden 10 cc. de ácido clorhídrico de peso específico 1.125, y se calienta la mezcla; primero sobre tela metálica y después a llama directa, hasta que la caseína se haya disuelto completamente. Después de enfriar la solución se pasa a un tubo

de capacidad graduada, igual a los que se usan para la determinación de grasa en la leche. Se enjuaga el matraz con 10 cc. de alcohol, los cuales se vierten en el tubo. Se agita el tubo y su contenido, añadiéndose 25 cc. de éter de petróleo con los cuales previamente se ha enjuagado el matraz, agitando la mezcla. Se deja el tubo hasta que la capa de éter se haya separado perfectamente; se mide con cuidado la altura del éter separado; se extrae con una pipeta lo mejor posible y casi en su totalidad la capa de éter. Se pasa a un matraz tarado previamente, en el que se evapora el disolvente, secando a continuación a una temperatura de 100° C. durante algunas horas. Se enfría en un desecador antes de efectuar la pesada. Con la relación entre el volumen sacado con la pipeta, el volumen total del líquido y el peso de caseína se calcula la cantidad de grasa.

#### d.) Acido.

La determinación de la cantidad de ácido se efectúa de la manera siguiente:

En un matraz erlenmeyer con tapón de vidrio esmerilado se pesa 1 g. de caseína y se le añaden, con una pipeta, 25 cc. de sosa 0.1 N., agitando hasta que la disolución sea completa. Se destapa, y con agua destilada se desprenden las partículas de caseína adheridas a las paredes del matraz. Se añaden 100 cc. de agua destilada y 0.5 cc. de solución de fenolftaleína al 1% como indicador. Agitando con fuerza, se valora rápidamente con una solución de ácido clorhídrico 0.1 N., para la neutralización de la caseína.

Se ha visto que al aumentar la cantidad de cenizas disminuye la acidez y viceversa.

#### e.) Lactosa.

La determinación del contenido de lactosa es muy importante en la práctica, ya que está íntimamente relacionado con la caramelización de la caseína, y porque favorece la descomposición bacteriana de la misma.

Para efectuarla se emplea el siguiente método:

Se pesan exactamente 10 g. de caseína y se pasan a un mortero de porcelana; se humedecen con agua destilada caliente y se muelen con la mano del mortero. Se añade más agua caliente y se deja sedimentar, decantándose a continuación, en un matraz de 500 cc., el líquido que sobrenada. Después se enfría la solución, se añaden 10 cc. de sulfato de cobre y 15 cc. de sosa cáustica de 0.25 N.; se afora con agua destilada a 15° C. y se agita bien.

Cuando la caseína se ha sedimentado, se decanta y filtra por un filtro de vidrio. El líquido filtrado debe ser completamente limpio, y en el mismo se determina la glucosa con el reactivo de fehling.

### 4.) GOMA LACA.

#### Generalidades.

La goma laca se encuentra en diversas formas en el mercado. Goma laca en granos, goma laca en escamas con distintos grados de coloración (anaranjada, clara y oscura, goma laca limón), goma laca blanqueada. La goma laca contiene ya de por sí cantidades variables de cera de goma laca, 3 a 11%. Solamente están exentas de ella las que dan soluciones claras.

Los índices de la goma laca son los siguientes:

Índice de acidez, 55 a 65.

Índice de saponificación, 195 a 210.  
Índice de esterificación, no menor de 135.

#### Índice ácido.

Se disuelve en alcohol caliente, a 90° C., una determinada cantidad de goma laca; se valora con solución alcohólica de potasa 0.5 N., y se añade 1 cc. de solución alcohólica de fenoltaleína. En calidades oscuras se tendrá que usar timftaleína como indicador.

#### Contenido en agua.

Esta determinación es especialmente para gomas lacas blanqueadas. Para efectuarla se hace de la manera siguiente: El material pulverizado se calienta con precaución a 40° C., procurando evitar que la goma laca comience a fundir. Hacia el final de la operación se aumenta la temperatura hasta que se inicie la fusión. El método puede servir solamente como orientación, pues pueden ocurrir pérdidas de material volátil. Para obtener resultados más exactos se sigue el método de secar el polvo de goma laca durante 3 a 6 h. en una estufa bien ventilada y a una temperatura de 38° a 43° C. Una goma laca de buena calidad y recién obtenida; puede llegar a tener hasta 25% de agua.

La cantidad de agua para la goma laca blanqueada seca, está por debajo de 5%; la de la goma laca en escamas, por debajo del 1.5%.

#### Genizas.

Se determina incinerando cuidadosamente de 2 a 3 g. de goma laca, en un crisol de platino, a la temperatura más baja posible. En general las cenizas no pasan de 1.5%.

#### Ensayo de solubilidad.

La goma laca debe disolverse completamente en alcohol caliente de 90 grados, la solución debe ser cristalina, y no debe depositar sino una cantidad insignificante de cera de goma laca. Esta cera separada se identifica por su punto de fusión de 75° a 78° C., por su índice de acidez de 22 a 25 ó bien por el índice de saponificación de 79 a 85.

### 5.) CERA CARNAUBA.

La cera carnauba es una cera dura, áspera y pulverizable, que presenta dificultades para su saponificación. Contiene parafina e impurezas arenosas. Esta cera tiene variedad de categorías que dependen del grado de purificación y temperatura, y tiempo en que se hace el corte de la planta de la cual se obtiene. También tiene variedad por el lugar de origen. En la compra de la misma se especifica si es refinada, lugar de origen, y el tiempo de corte. Con estos datos se puede regular la saponificación.

Los límites de los índices de la carnauba son los siguientes:

Índice de yodo, 10 a 14.  
Índice de saponificación, 33 a 95.  
Índice de acidez, 1 a 10.  
Índice de fusión, 83° a 91° C.



Los ensayos más importantes deben abarcar la determinación de cenizas y el punto de fusión. Debe tenerse en cuenta al hacer la determinación del punto de fusión, de que la cera carnauba no haya sido disuelta anteriormente en alcohol caliente o en éter, porque en tales disoluciones, algunas veces, se separa una substancia resinosa cristalina, con punto de ebullición de 105° C., y que provoca errores en la determinación.

## 6.) CERA DE CANDELILLA.

Esta cera es de menor dureza que la carnauba. Tiene el mismo empleo que ésta, y sus propiedades son parecidas. Sus índices son los siguientes:

Índice de yodo, 18 a 20.

Índice de saponificación, 52 a 55.

Índice de acidez, 17 a 19.

Para la determinación de los índices se siguieron los pasos siguientes:

Índice de saponificación.

El índice de saponificación es la cantidad necesaria, de miligramos de hidróxido de potasio, para hidrolizar 1 g. de cera.

Para efectuar esta determinación se requiere un solvente inerte a los reactivos y que disuelva totalmente la muestra. En este caso se usa una mezcla de solventes para disolver las ceras y es la siguiente:

Metil 3 Butanol 1 .....	1 parte.
Propanol .....	8 partes.
Toluol .....	1 parte.

La técnica empleada en esta determinación es: Se toman de 2 a 5 g. de cera. Se ponen en un matraz con 30 cc. de solvente o mezcla de solventes, como la citada anteriormente; se añaden 50 cc. de solución alcohólica de hidróxido de potasio 0.5 N. Se hierve a reflujo durante 5 hs., y el hidróxido que no ha sido absorbido por la cera se estima con ácido clorhídrico 0.5 N. Se usa la fenolftaleína como indicador.

La fórmula para calcular el índice es:

$$I_s = \frac{\text{cc. HCl} \times N \times 56.104}{P_m}$$

Pm.

I<sub>s</sub> = Índice de saponificación.

N = Normalidad.

P<sub>m</sub> = Peso de muestra.

Índice de acidez.

El índice de acidez es el número de gramos de hidróxido de potasio necesarios para neutralizar los ácidos grasos libres que hay en un gramo de cera.

El método seguido es el siguiente: Se toma una muestra de 4 a 5 g. de cera.

Los ensayos más importantes deben abarcar la determinación de cenizas y el punto de fusión. Debe tenerse en cuenta al hacer la determinación del punto de fusión, de que la cera carnauba no haya sido disuelta anteriormente en alcohol caliente o en éter, porque en tales disoluciones, algunas veces, se separa una substancia resinosa cristalina, con punto de ebullición de 105° C., y que provoque errores en la determinación.

## 6.) CERA DE CANDELILLA.

Esta cera es de menor dureza que la carnauba. Tiene el mismo empleo que ésta, y sus propiedades son parecidas. Sus índices son los siguientes:

Índice de vodo, 18 a 20.

Índice de saponificación, 52 a 55.

Índice de acidez, 17 a 19.

Para la determinación de los índices se siguieron los pasos siguientes:

Índice de saponificación.

El índice de saponificación es la cantidad necesaria, de miligramos de hidróxido de potasio, para hidrolizar 1 g. de cera.

Para efectuar esta determinación se requiere un solvente inerte a los reactivos y que disuelva totalmente la muestra. En este caso se usa una mezcla de solventes para disolver las ceras y es la siguiente:

Metil 3 Butanol 1 .....	1 parte.
Propanol .....	8 partes.
Toluol .....	1 parte.

La técnica empleada en esta determinación es: Se toman de 2 a 5 g. de cera. Se ponen en un matraz con 30 cc. de solvente o mezcla de solventes, como la citada anteriormente; se añaden 50 cc. de solución alcohólica de hidróxido de potasio 0.5 N. Se hierva a reflujo durante 5 hrs., y el hidróxido que no ha sido absorbido por la cera se estima con ácido clorhídrico 0.5 N. Se usa la fenolftaleína como indicador.

La fórmula para calcular el índice es:

$$I_s = \frac{\text{cc. HCl} \times N \times 56.104}{P_m}$$

$I_s$  = Índice de saponificación.

$N$  = Normalidad.

$P_m$  = Peso de muestra.

Índice de acidez.

El índice de acidez es el número de gramos de hidróxido de potasio necesarios para neutralizar los ácidos grasos libres que hay en un gramo de cera.

El método seguido es el siguiente: Se toma una muestra de 4 a 5 g. de cera.

Se disuelven en alcohol neutro y se valora en caliente con solución alcohólica de hidróxido de potasio 0.1 N. Se usa fenolftaleína como indicador.

La fórmula para calcular este índice es:

$$I_a = \frac{\text{cc. KOH} \times N \times 56.104}{P_m}$$

P<sub>m</sub>.

I<sub>a</sub> = Índice de acidez.

N = Normalidad.

P<sub>m</sub> = Peso de muestra.

#### Índice de Yodo

El índice de yodo es el número de centigramos de yodo absorbidos por un gramo de cera.

El método empleado para esta determinación es el siguiente: Se pesan de 3 a 4 g. de cera y se disuelven en 200 cc. de tetracloruro de carbono, en un matraz de tapón esmerilado. Se agregan 30 cc. de solución de Wijs; se agita ligeramente y se guarda al abrigo de la luz durante 30 minutos. Transcurrido este tiempo se agregan, goteando alrededor del tapón, 20 cc. de yoduro de potasio al 10%; se añaden 100 cc. de agua destilada. Se valora a continuación con tiosulfato de sodio 0.1 N. Se usa almidón como indicador.

La fórmula usada para esta determinación es:

$$I_y = \frac{\text{cc. Tiosulfato} \times N \times 12.69}{P_m}$$

P<sub>m</sub>.

I<sub>y</sub> = Índice de yodo.

N = Normalidad.

P<sub>m</sub> = Peso de muestra.

La solución de Wijs se prepara de la manera siguiente: Se disuelven 13 g. de yodo en 1 lt. de ácido acético glacial, se calienta para ayudar a la disolución y después se enfría hasta la temperatura ambiente, se apartan 250 cc. de esta solución, que se guardan en un frasco obscuro. El resto de la solución, se pone en un matraz, en el que se burbujea cloro seco. El cloro es producido por medio de la reacción entre el dióxido de manganeso y el ácido clorhídrico, los que se ponen en un matraz en cantidad conveniente, se calienta un poco para ayudar a la reacción; el cloro desprendido pasa por un matraz con ácido sulfúrico para secarlo, y de éste pasa al matraz que contiene el acético con yodo, se mantiene la corriente de cloro hasta tener color amarillo obscuro.

Las cenizas en las ceras se determinan calcinando, en un crisol tarado, una cantidad determinada de cera. La calcinación se efectúa primero con mechero, teniendo precaución de que no se inflame la cera. Si se inflama, se apaga la flama tapando el crisol que contiene la cera. La calcinación con el mechero se efectúa hasta completo y total desprendimiento de vapores o humos. Se termina la calcinación en la taula a 650° C. durante media hora. El crisol se enfría en un desecador y se pesa. Los resultados de estas pruebas para las ceras de carnauba y candelilla fueron respectivamente 0.738 y 0.097%.

## 7.) ACEITES SULFONADOS.

### Generalidades.

En la fabricación de los pigmentos para cueros, los aceites sulfonados son de gran utilidad. Dan al cuero un acabado más perfecto y fresco, pues en general las soluciones de caseína y gomas forman películas duras. Con el empleo del aceite se les da mayor elasticidad, las películas son menos quebradizas, lo que da una textura que permite mayores aplicaciones.

Los aceites sulfonados más empleados son: El de recino, el de manitas y el de pescado.

En los aceites de manitas y de pescado las diluciones deben permanecer estables a pesar de estar en reposo, es decir, sin que aparezcan separaciones de aceite, y la emulsión deberá ser blanca lechosa.

Para comprobar si el aceite es sulfonado, se agita, unos minutos, una muestra de aceite con éter y una solución saturada de sal (cloruro de sodio), en un embudo de separación. Se destila el aceite y quedará destilado el éter. El agua se tira. Una vez obtenido el éter se hierve el aceite con ácido clorhídrico diluido durante media hora, y se comprueba la presencia del ácido sulfúrico con el cloruro de bario.

### Determinación del ácido graso.

Se toma una muestra de 6 a 8 g. de aceite. Se hierve con 25 cc. de agua y 50 cc. de ácido clorhídrico (de densidad 1.19) en un matraz provisto de refrigerante de reflujo, si es posible de tapón esmerilado. La ebullición se continuará hasta que la grasa se haya separado completamente clara. Por lo general se efectúa en una hora; de ser antes, se deja transcurrir la hora por lo menos. Se enfría el matraz, se pasa con éter y agua a un embudo de separación. Se agita y se separa dos veces el agua ácida, añadiendo en cada caso 25 cc. de éter. Las soluciones de éter se juntan y se lavan varias veces, usando en cada caso solución de sal común exenta de sulfatos; se lavará hasta la eliminación del ácido mineral. Una vez destilado el éter, el residuo junto con unos 50 cc. de una solución normal de potasa alcohólica, se hierve durante media hora a reflujo. Una vez evaporado en su mayor parte, el alcohol, se lava de nuevo con 50 cc. de agua, en un embudo de separación. La solución jabonosa se esterifica en forma corriente. Se calienta para eliminar el disolvente; se diluye en agua y vuelve a calentarse con 65 cc. de una solución normal de ácido clorhídrico. Los ácidos grasos en el éter, se secan durante una hora a 100° — 105° C. Hasta obtener peso constante.

### Determinación total del ácido sulfúrico libre.

Esta se hace con cloruro de bario, en las aguas ácidas y de lavado, reunidas en la determinación anterior.

### Determinación del ácido sulfúrico combinado.

En un embudo de separación se ponen 10 cc. de solución de cloruro de sodio, 10 cc. de éter y 15 cc. de alcohol amílico. Se añaden de 5 a 7 g. del aceite por analizar y se agita con cuidado. La solución de cloruro de sodio que se separa, se deja escurrir y la solución etérea se agita tres veces, cada vez con 10-20 cc. de solución saturada de cloruro de sodio. En las soluciones de sal común reunidas se de-

termina gravimétricamente el ion  $\text{SO}_4$ . Este método determina el sulfúrico inorgánico combinado.

Para determinar el sulfúrico orgánico combinado, se efectúa de la manera siguiente. Se toma una muestra de 8 a 10 g. de aceite. Para hacer la ebullición más pareja se añaden unas piedrecillas al aceite. Se agregan 25 cc. de ácido sulfúrico normal y se deja a reflujo durante una hora. Se enfría y se le agregan 50 cc. de una solución saturada de cloruro de sodio y éter. El ácido se valora con solución normal de hidróxido de potasa. Del consumo de potasa se resta el ácido empleado, y la diferencia es la cantidad presente de sulfúrico. El resultado se expresa en por ciento.

Alcalí presente.

Se toman de 5 a 10 g. del aceite por investigar. Se disuelven en 50 cc. de agua; se mezclan con 50 cc. de solución concentrada de cloruro de sodio y éter, y se valora, con ácido clorhídrico 0.1 N. hasta que la capa acuosa presente reacción debilmente ácida; el anaranjado de metilo se usa como indicador. El resultado se expresa en mgrs. de hidróxido de potasio por gramo de muestra.

Determinación de agua.

Se destilan 100 cc., o bien la cantidad necesaria para que el contenido de agua, que va a ser recogido, no exceda a 10 cc.

El aparato usado para esta determinación se compone de un matraz esférico de 500 cc., un refrigerante de reflujo y una trampa con capacidad de 10 cc., graduada de 0.1 cc. y con exactitud de 0.05 cc.

Al tomar la muestra, el aceite adherido a la probeta empleada para la medición, se arrastra al matraz con lavados sucesivos de 50, 25 y 25 cc. respectivamente; el líquido empleado para los lavados se compone de gasolina, éter de petróleo o xilol. El matraz, que debe tener tapón esmerilado, se une con la trampa, que también es esmerilada con lo que se obtiene un cierre hermético. A la trampa se une el refrigerante. Se coloca el matraz sobre un baño de arena o aceite para obtener un calor uniforme, al condensarse el agua en el refrigerante, cae sobre la trampa. No sólo se condensa agua sino también el solvente, pero por su mayor densidad del agua va ocupando la parte inferior. Se calienta hasta que todo el agua ha sido desalojada y recogida en la trampa. Es necesario mantener el flujo por lo menos durante una hora. Al final de la prueba se mide la cantidad de agua recogida en la trampa, que equivale a la contenida en el aceite ensayado. El resultado se expresa en por ciento. Para evitar que el agua que se encuentra en la atmósfera entre al refrigerante, hay que tener cuidado de colocar un tapón de algodón en la boca de éste; de otra manera daría lugar a errores. Para una mayor seguridad en los resultados, será necesario repetir la prueba dos o tres veces, no debiéndose tener variaciones mayores del 1% en las distintas pruebas.

Determinación de ácidos libres.

Se toman de 5 a 10 g., o de a 10 cc., del aceite. Se valoran en una mezcla neutra de éter-alcohol (1 a 2), con solución 0.5 N de hidróxido de potasio. Se usa fenolftaleína como indicador. Se hierve para desalojar el amoníaco presente; se enfría y se valora hasta reacción ligeramente alcalina. Se hierve de nuevo y se enfría, haciendo una nueva valoración. Se añaden 150 cc. de agua, valorándose

ahora con ácido sulfúrico 0.1 N, en presencia de anaranjado de metilo. El consumo de ácido sulfúrico 0.1 N corresponde a los grupos carboxilos libres y combinados con los álcalis, en este caso amoníaco. El resultado se da en miligramos de hidróxido de potasio por un gramo de muestra. Si el resultado obtenido se resta de la determinación de álcalis hecha con anterioridad, como ya se indicó, se obtiene el ácido libre expresado en miligramos de hidróxido de potasio por gramo de muestra.

### 8.) LATEX.

El látex, que es un derivado del hule natural y sintético, empezó a emplearse en los textiles, para extender su uso más tarde en las tenerías y pieles en general. Sin embargo, se ha notado que el empleo exclusivo de látex en el acabado de las pieles no es completamente satisfactorio, por lo cual se mezcla con las resinas para obtener mejores resultados.

Usando únicamente látex se han obtenido acabados con mejor apariencia, pero se ha comprobado que tienen una duración menor que cuando se usan resinas.

Hay varias clases de látex, pero todos son copolímeros en dispersión de la serie del butano acrílo nitrilo.

En la tabla que sigue nos referimos, dando sus propiedades, a tres de las variantes del látex, y por comodidad las llamaremos A, B, y C.

Látex.	A.	B.	C.
pH.	10.0	10.0	9.9—10.1
Tensión superficial dinas/cm.2	45	50	28—32
Viscosidad. cps a 25° C.	80	100	110—120
Densidad.	0.99	0.98	1.005
Sólidos totales. %	40	40	45 1. 5
Sólidos Totales. Lbs/gal.	3.3	3.3	8.4
Contenido en Acrilo-nitrilos.	alto	medio	alto
Antioxidantes.	No estable	No estable	No estable
Estabilidad mecánica.	Excelente	Excelente	Buena
Tolerancia a electrolitos y a ácidos.	Poca	Poca	Mala

El látex se emplea como plastificante, para la caseína y la goma laca, las cuales son los principales ligantes de los pigmentos para cuero. El ligante es usualmente una mezcla de caseína, goma laca y látex. La goma laca y la caseína deben prepararse en el momento de ser usadas, en forma de dispersiones amoniacales. Las proporciones en que entran estos productos, varían con el tipo de cuero que va a ser terminado. La cantidad de látex estará en relación con la suavidad que se dará al acabado.

## CA) EMULSIONES EMPLEADAS EN LA PREPARACION DE LOS PIGMENTOS PARA CUERO.

### EMULSION DE CERAS.

Hay un método general, el que señalaremos, para emulsiones de cera. Con pequeñas modificaciones se adaptará a cualquier concentración.

Los emulsivos más usados son: la tetranolamina, la morfolina, el ácido oleico, el ácido esteárico, otros ácidos grasos, y en general los aceites sulfonados.

El método es el siguiente:

Materias y cantidades usadas:

Cera	8.375	Kgs.
Acido oleico.	0.625	Kgs.
Tetranolamina.	0.750	Kgs.
Solución de bórax en agua 18%	3.500	Kgs.
Agua caliente 70° C.	47.000	Kgs.
Agua fría 20° C.	23.500	Kgs.

La cera se funde en agua hirviente. Se agita vigorosamente hasta la formación de una emulsión. Se agrega el ácido oleico, y lentamente se le añade la solución de bórax. Se añade a continuación la tetranolamina y agua caliente hasta que cambie la fase: de agua, en cera, a cera en agua. El punto se reconoce por la fluidez del gel, y por el desprendimiento de vapores. Tan pronto se alcance este punto, se le agrega rápidamente el resto del agua caliente y el agua fría. Hasta este momento se suspende la agitación, la que no debe interrumpirse por ningún motivo durante la formación de la emulsión. Se enfría, quedando lista para su uso.

Una vez descrito el método usado para su obtención, mencionaremos las emulsiones utilizadas en el proceso.

a.) Emulsión de cera candelilla.

La emulsión de cera candelilla empleada en la elaboración de los pigmentos para cuero, es de una concentración en peso de 15%; de color café transparente, suave y tersa, propiedades que da al pigmento.

Una vez preparada la emulsión, la parte que no va a usarse de inmediato debe conservarse en un recipiente bien tapado, para evitar en lo posible la formación de natas. Además se enfriará rápidamente ya que el enfriamiento lento favorece la formación de dichas natas.

b.) Emulsión de cera carnauba.

La emulsión de cera carnauba, es de una concentración, en peso, del 18%. Es transparente, de color ligeramente amarillo o blanco; es más dura que la de cera candelilla, por lo que es necesario, con el fin de darle mayor elasticidad, añadirle aceite. Da a los pigmentos una mayor resistencia al agua y a los agentes atmosféricos.

Aun siendo menos propicia para el desarrollo de microorganismos, sus emulsiones atacan los recipientes de lámina ordinaria, por lo que es necesario conservarlas en tambores de lámina galvanizada.

c.) Emulsiones de goma laca.

Las emulsiones de goma laca son de dos clases, según sea la clase de goma usada; varían del 10 al 20% en sus concentraciones gravimétricas. La goma laca limón forma una emulsión café rojiza, con formación de un residuo de ceras insolubles. La de goma laca blanqueada es transparente, amarillo rojiza, sin formación de

**residuos;** éstos sólo se presentan cuando la goma tiene mucho tiempo de almacenamiento, ha sido expuesta al sol y al calor por varias horas.

Dar al pigmento una capa de mucho brillo, es quebradiza, añadiéndole aceite adquiere una elasticidad aceptable.

La emulsión se hace por saponificación con bases débiles, como amoníaco de 35 grados Beaumé, bórax, carbonatos de sodio o de potasio. El agua usada deberá estar hirviendo.

#### d.) Emulsión de caseína.

La emulsión de caseína es usada como adhesivo y vehículo, también se emplea como ligante. Además forma en el acabado una película brillante, sumamente quebradiza.

Las emulsiones de caseína más usadas son de concentración del 8 al 15%. La emulsión se hace en agua a 60°C. añadiendo una base débil o fuerte. Si la base usada es débil la emulsión resultará más estable.

#### e.) Emulsión de cola.

Las emulsiones de cola tienen concentraciones entre el 8 y el 10%. La emulsificación se hace en agua caliente sin necesidad de ningún otro aditivo. La emulsión es empleada como adhesivo y sobre todo para abilitar la emulsión de caseína.

#### f.) Emulsión de aceite.

Los aceites, como ya se indicó, son sulfonados. Con el agua forman emulsiones blancas o ligeramente amarillas. Para una mejor emulsión del aceite en el agua, se usa agua caliente, lo que permite obtener una emulsión estable al enfriarse.

Las concentraciones de la emulsión varían del 5 al 15% en peso. Dependerá está del contenido en grasa de las pieles.

### D.) ACABADO DEL PRODUCTO.

En un recipiente que tenga agitador, se mezclan de 60 a 70 kgs. de tierra, 2 k. de anilina del color que se va a usar, 50 lts. de aceite sulfonado, 30 lts. de emulsión de cera carnauba, 20 lts. de emulsión de cera candelilla. Se mezclan primero los líquidos, después se agregan lentamente la tierra y la anilina, agitando pausadamente en un principio; según aumente la viscosidad en la formación de la pasta, se agitará más enérgicamente.

Se toman muestras, unas tres. Se determina en ellas el contenido en agua y en aceite. Si es necesario se hacen los ajustes convenientes aumentando la cantidad de agua, de aceite o de tierras, hasta tener la pasta dentro de los límites fijados para la misma.

Una vez obtenido el reporte satisfactorio del laboratorio, se deja reposar unas 3 hs.; se pasa la pasta del recipiente de mezclado a la tolva del molino monocilíndrico. Con una pala de hule o de madera se limpia bien la pasta que haya quedado adherida a las paredes y se molerá con las barras ligeramente flojas. Se apretarán cada vez más según vaya aumentando el número de moliendas, hasta obtenerse el grado requerido de molienda.



En cada ocasión se tomará una muestra; se mandará al laboratorio para determinar el tamaño de las partículas.

Cuando la pasta tiene la molienda requerida se pasa a un recipiente con agitador. Se le añaden 200 lbs. de emulsión de cascina, 100 lbs. de emulsión de cola, 150 lbs. de emulsión de goma laca y 25 lbs. de látex. Se agita primero lentamente y conforme disminuye la viscosidad, se aumenta la velocidad de agitación.

Se toma una muestra para determinar su poder cubriente, su viscosidad, y su densidad.

Se le da una última molienda, en un molino coloidal, para aumentar su suspensión, la que permite una mayor estabilidad. Se hacen las pruebas requeridas a fin de conocer sus propiedades con relación al pigmento escogido como estándar.

## E.) CONTROL DEL PRODUCTO TERMINADO.

Los métodos de ensayo para determinar la igualdad del pigmento en su acabado, son prácticos; no es posible aplicar procedimientos técnicos por no permitirlo la rapidez con que se efectúa el proceso. Pueden apreciarse rápidamente las cualidades de los pigmentos sin recurrir a aparatos especiales.

La manera más rápida y fácil de hacerlo, es comparando el pigmento obtenido con el pigmento fijado como estándar. Los ensayos principales son: tono de color, finura de molienda, facultad de cubrir, fuerza colorante, rendimiento, resistencia a la luz y a los agentes atmosféricos, densidad y viscosidad.

### a.) Tono de color.

Para la comparación del tono de color, se colocan sobre un vidrio, y a una distancia mínima, cantidades aproximadamente iguales de pigmento, evitando que se enciñen y que se produzcan mezclas, lo que originaría errores de apreciación. Para colores claros es conveniente colocar detrás del vidrio un fondo negro, que hará resaltar y apreciar mejor las diferencias. Con la práctica se notarían con exactitud variaciones mínimas entre los colores. Para los colores oscuros, se coloca un fondo blanco.

### b.) Finura de la molienda.

Sobre un porta-objetos se hace una capa, lo más ligera posible, del pigmento usado como estándar. En otro se hace una capa similar a la anterior del pigmento a examinar. Se someten a su revisión bajo el microscopio, donde se apreciará la diferencia entre los tamaños de las partículas originadas de la molienda. Con la práctica se llegan a apreciar diferencias pequeñísimas. Cuando la molienda no está entre los límites fijados para el pigmento, se somete a nuevas moliendas hasta obtenerlo dentro del límite.

### c.) Facultad de cubrir.

Se toma una tabla de 60 cm. de largo por 20 cm. de ancho. Se pinta con laca blanca y se deja secar durante 48 hs. Se divide la tabla a lo ancho, en cuatro partes, dejando la primera y tercera en blanco; se pinta la segunda de laca negra; la cuarta, de laca amarilla o roja. Una vez bien secas las lacas, se cubre la superficie con una capa de pigmento de un grueso igual al que va a aplicar en la piel. Seco ya el pigmento, se divide la tabla a lo largo en tres partes. Los tercios se

gundo y tercero se pintan con una segunda capa. Nuevamente se dejan secar y se cubre el tercer tercio con una nueva capa de pigmento. Si la primera capa no deja ver ninguno de los colores que sirven de fondo, se clasifica como bueno su poder cubriente. Si en el primer tercio deja ver el color, pero no así en el segundo y tercero, la facultad de cubrir se considera suficiente. Cuando el primero y segundo sí dejan ver el fondo, será considerado como malo. Si lo permite en los tres será considerado inútil. Este caso es muy raro que se presente en la práctica.

#### d.) Fuerza colorante.

Se llama así al tono que adquiere un pigmento al mezclarse con un color blanco. Por ejemplo, para comparar la fuerza colorante de dos clases de azul, se procede de la manera siguiente: Se pesa una cantidad igual de los pigmentos por ensayar. Se colocan en cápsulas de porcelana y de fondo plano. Se agrega a cada una de ellas una cantidad igual de pigmento blanco y se agita, con una varilla de vidrio, hasta obtener un color uniforme. Se comparan bajo una buena luz difusa. La clase de azul que presente el tono más intenso será considerado como el de mayor fuerza colorante. Se observa mejor la diferencia de tonos, usando pequeñas cantidades de los pigmentos comparados, en cantidades regulares de pigmento blanco. Por ejemplo; 0.3 grs. de color azul, por unos 30 grs. de blanco.

#### e.) Rendimiento.

Se hace en forma similar a la ya descrita al hablar de las tierras.

#### f.) Resistencia a la luz y a los agentes atmosféricos.

Se pigmentan trozos de piel de unos 5 x 10 cm. Se colocan bajo un vidrio y se exponen a la acción de la luz solar. Se anota la fecha en que se inicia la prueba; se revisan cada mes y se comparan con una muestra colocada fuera de la luz. Se observa la variación sufrida en su color.

La prueba de resistencia a los agentes atmosféricos, se hace exponiendo las pieles, durante períodos determinados, a la acción de una atmósfera igual a la que se verán expuestos durante su uso.

#### g.) Densidad.

Para la determinación de la densidad se hace la siguiente experiencia.

Se toma un matraz con aforo, de un tamaño que permita pesarlo en la balanza analítica. Se pone a peso constante y se llena al aforo con agua destilada; se pesa y se anota el resultado. Se repite la determinación empleando pigmento en lugar de agua. Con los resultados obtenidos y por medio de la fórmula que sigue se determinará la densidad del pigmento ensayado.

$$D = \frac{Pp - Pv}{Pa - Pv}$$

$$Pa = Pv$$

Pp = Peso del matraz con pigmento.

Pv = Peso del matraz vacío.

Pa = Peso del matraz con agua.

#### h.) Viscosidad.

La viscosidad de los pigmentos se determina en forma convencional, dándose el resultado en segundos, cps, etc.

Para la determinación se toma una probeta, graduada o no, de 10 a 15 cm. de altura. Se señala una altura fijada para todas las determinaciones. Se llena la probeta, hasta la señal, con el pigmento por ensayar. Se mantiene la temperatura a 20° C. Se usan balines de peso conocido; se dejan caer, con cuidado, uno a uno y lo más cerca posible de la superficie del pigmento. Con un cronómetro se mide el tiempo que tarda el balín en ir de la superficie al fondo. Dicho tiempo se compara con el empleado en el pigmento estándar. La diferencia permitida es de un segundo en valor absoluto.

Una de las pruebas realizadas fue la preparación de un pigmento blanco para oscaría. La describiremos a continuación.

En un recipiente de 120 l de capacidad se mezclaron 20 l de emulsión de cera candelilla, 20 l de emulsión de cera carnauba y 20 l de emulsión de aceite de resino sulfonado, empleando un agitador de espas. Se cambió el agitador por uno de jaula y lentamente se fue agregando la tierra, que consistió en 20 K de dióxido de titanio y 10 K de lithopone. Se mantuvo la agitación unos 15 minutos después de haber terminado de agregar la tierra. Se determinó el contenido de agua, encontrándose éste dentro de límite. El límite es 50% mínimo.

Se procedió a su molienda, usando para la misma un molino monohilíndrico, siendo necesario hacer tres ajustes a las barras del molino, para tener la molienda dentro de límite.

Se paso la pasta a un recipiente con agitador de jaula en el que se fueron mezclando, agregando lentamente 20 l de solución de goma laca al 15%, 10 l de solución de albúmina de sangre 30 l de solución de caseína al 8%.

Se le dio una última molienda en un molino coloidal y se hicieron las determinaciones del producto terminado con los siguientes resultados.

a.—) Tono de color.	Ligeramente más amarillo que el estándar.
b.—) Finura de molienda.	Igual al estándar.
c.—) Facultad de cubrir.	Buena
d.—) Fuerza colorante.	Mayor que el estándar
e.—) Rendimiento.	15 kg./m <sup>2</sup> .
f.—) Resistencia a la luz y agentes atmosféricos.	Buena
g.—) Densidad.	1.381.

Durante la preparación de la presente tesis, la determinación más importante que se hizo fue la determinación de los índices y constantes de la cera carnauba. Cuyos cálculos y resultados anotamos a continuación.

#### Índice de acidez.

Se pesaron 3.432 g. de muestra, se colocaron en un matraz erlenmeyer, se le añadieron 25 cc. de alcohol 95% y 0.5 cc. de solución alcohólica de fenolfaleína.

Se calentó a ebullición y se tituló en caliente con una solución valorada de NaOH, hasta obtener un color rojizo que persistió 1/2 min.

$$\frac{V \text{ cc.} \times N \times me \times 1000}{W} = \frac{5.2 \times 0.0956 \times 56}{3.482} = 8.11$$

Índice de saponificación.

Se pesaron 3.422 g. de muestra de cera carnauba, se colocaron en un matraz erlenmeyer, se añadieron 25 cc. de solución alcohólica 0.5 N de KOH, se hirvió a reflujo durante una hora, y se le añadió 0.5 cc. de solución alcohólica de fenolftaleína. Se tituló con solución valorada de ácido clorhídrico.

$$\frac{I_s \text{ cc.} \times N \times me \times 1000}{W} = \frac{53.9 \times 0.0956 \times 56}{3.422} = 82.1$$

Índice de yodo.

Se pesaron 3.220 g. de muestra, se colocaron en un matraz erlenmeyer, se añadieron 25 cc. de tetracloruro de carbono y 25 cc. de solución de Wijs, se colocó el matraz en un lugar obscuro a la temperatura ambiente durante 30 min. Se le añadieron después 20 cc. de solución de yoduro de potasio al 15% y 15 cc. de agua destilada. Se tituló con solución valorada de tiosulfato de sodio, usando 1 cc. de solución de almidón. Se tituló hasta que quedó incoloro.

$$\frac{I \text{ cc.} \times N \times 12.69}{W} = \frac{27.5 \times 0.1 \times 12.69}{3.220} = 10.8$$

## CONCLUSIONES

Se ha podido comprobar que mediante la aplicación del control de las materias primas y del producto terminado, se reduce el tiempo de elaboración de los pigmentos y se mantiene la calidad de los mismos.

El control se justifica por la gran influencia que tiene sobre la calidad y el costo de los pigmentos.

### III.—BIBLIOGRAFIA

#### METODOS DE ANALISIS QUIMICO INDUSTRIAL.

Berl — Lunge — D'Ans.  
Editorial Labor S. A.  
1945.

#### MANUAL DEL CONTROL DE LA CALIDAD

J. M. Juran.  
Editorial Reverté S. A.  
1955.

#### TECNICA FISICA.

Ing. Quím. Arturo Velarde Dondé.  
Tercera edición.  
1950.

#### WAXES FOR POLISHES AND FINISHES.

Cornelius Products Co. and  
General Wax Refinig Co.  
New York. (1950).

#### TENTATIVE STANDARS BOOK.

American Society for testing materials.  
Philadelphia, Pa.  
1950.

#### FOLLETO TECNICO. Nos. 196, 197 y 198.

Scott Bader and Co. Ltd.  
Wollaston  
Wellingborough Northamptonshire.  
Inglaterra.

#### REPORTE PERSONAL.

Buckman Laboratories Inc.  
Memphis, Tenn.  
1956.

**PINTURERIAS.**

Revista de la Asociación Nacional  
de Pinturas y Tintas A. C.

**BOLETIN TECNICO. S-1.**

Ernesto del Valle.

México D. F.

1955.

**FOLLETO TECNICO. Nos 146, 205 y 308.**

Productos Industriales y Químicos S. A.

México D. F.