



CDTEC

Centro de Desarrollo Tecnológico
de la Esmeralda Colombiana

70 años
Desde 2008

Bogotá, Agosto 10 de 2018

Superintendencia de Industria y Comercio



Radicado: NC2018/0005519 **Folios:** 25
Dependencia: 2020 **Fecha:** 2018-08-10 15:52:21
Tipo aplicación: Respuesta a requerimiento

Dr.
José Luis Salazar López
Director de Nuevas Creaciones
Superintendencia de Industria y Comercio

30

Estimado Dr.

Cordial saludo.

Atendiendo a su atento oficio 7201, referente al Expediente No NC2018/0005519, radicado el 25 de mayo del 2018, me permito enviar de nuevo el documento corregido, tratando de satisfacer los requerimientos solicitados.

Para efectos de una mayor claridad, quisiera expresar, de forma general, que la pretensión de la solicitud es lograr patentar un producto que consta de una mezcla de sustancias naturales.

El procedimiento final es algo muy sencillo y se trata solamente de preparar la mezcla.

Lo delicado es la selección, en este caso, de las sustancias que conforman el producto final, para lo cual dichas sustancias deben ser escogidas entre las varias posibilidades, y ser sometidas a una serie de ensayos para comprobar su estabilidad ante agentes de deterioro, siempre y cuando hayan cumplido algunas características como un índice de refracción bien definido, entre otras.

Este procedimiento, que tal vez aparece denso en la presentación, es necesario, pero no se vuelve a repetir, ya que una vez seleccionados los componentes, solamente se trata de preparar como lo indiqué, una mezcla muy sencilla, que ya se sabe que es estable y resistente. El caso de las figuras, como se expresa en el texto, no son determinantes para entender lo escrito, y solamente pretenden ilustrar sencillos procedimientos.

Gracias anticipadas por su atención a esta petición.

Atte.:

Carlos Julio Cedeño Ochoa
Director Científico CDTEC
Centro de Desarrollo Tecnológico de la Esmeralda Colombiana

1



COMPOSICIÓN PARA EL RELLENO DE FISURAS Y MICROFISURAS DE ESMERALDAS PARA EL MEJORAMIENTO DE SU PRESENTACIÓN Y EMBELLECIMIENTO

Sector Tecnológico al que se aplica la invención

El sector al cual se aplica la invención es el Sector del Gremio de la Esmeralda.

ANTECEDENTES DE LA INVENCION

Cabe destacar, en primera instancia, las directrices del Estado establecidas en la ley 488, artículo 101, de 1998, donde a través de los recursos parafiscales pagados por el sector esmeraldífero, se crea Fedesmeraldas para su administración y a través de esta entidad se crea el CDTEC, Centro de Desarrollo Tecnológico de la Esmeralda Colombiana, entidad sin ánimo de lucro, que crea su laboratorio, con el fin de cumplir con una serie de tareas especificadas en el artículo 101:

“.....a) Defender, promocionar y desarrollar la Industria de las Esmeraldas Colombianas en sus fases de exploración, montaje, explotación, transformación, control, certificación y comercialización”.....

El laboratorio del CDTEC debe prestar su apoyo en varias de estas tareas: la certificación de las gemas, el cual es una actividad diaria, e igualmente trabajar en proyectos de investigación que generen soluciones al gremio: por ejemplo aportar al desarrollo de métodos de exploración más eficaces.

En este orden de ideas, se debe igualmente trabajar en proyectos relacionados con la transformación de la esmeralda: aquí se incluyen por ejemplo proyectos sobre modernización del proceso de talla, o un problema relacionado con los tratamientos usados para mejorar la presencia de la esmeralda, que es el que nos incumbe.

Se encomendó entonces al laboratorio, como uno de sus proyectos importantes el desarrollo de una sustancia que pueda reemplazar las resinas epóxicas, las cuales son productos sintéticos, derivados del bisfenol A, que como bien se sabe transformaron el mundo a principios del siglo pasado y empezaron también a ser usados hace ya algún tiempo, en una de sus presentaciones, para el relleno de fisuras en las esmeraldas.

El problema se presenta por una de sus características como es la de ser un pegante muy fuerte, por lo cual empezó a ser usado por manos inescrupulosas para pegar piedras en bruto, ya que al poseer un índice de refracción muy semejante al de la esmeralda, es difícil de observar que en lugar de una piedra grande, se trata de varias piezas unidas. Se generaba entonces una piedra de gran tamaño, la cual se tallaba cuidadosamente y se estafaba al comprador. En muchas ocasiones al ser retallada, como es frecuente en el exterior, se descubría el engaño. La resina epóxica que aun hoy se usa, a pesar de estar prácticamente satanizada en el exterior, ha causado mucho daño a la comercialización.

Se propuso entonces al laboratorio, intentar el desarrollo de un producto, en lo posible natural, para reemplazar estas resinas sintéticas, baratijas que enlodan la reputación de la esmeralda más hermosa del mundo.

Estado de la Técnica

Una de las características más importantes de la esmeralda es la presencia de defectos naturales que consisten principalmente en fisuras o microfisuras, e inclusiones de diversa naturaleza. Este tipo de defectos naturales afectan negativamente su calidad, presentación y belleza, y como consecuencia de este hecho, las gemas han sido sometidas desde hace mucho tiempo a procesos de "mejoramiento" o "embellecimiento" y a procedimientos denominados "de limpieza". Estos tratamientos se enfocan en "desaparecer" las fisuras y microfisuras rellenándolas con algunas sustancias que exhiben un índice de refracción igual o muy cercano al de la esmeralda, resultando en un mejoramiento de su presentación.

Se generalizó el uso de las resinas epóxicas, ampliamente con conocidas, actualmente mal reputadas como se comentó en los antecedentes. Se busca su reemplazo por sustancias naturales.

El único aceite natural muy conocido y que ha sido utilizado para relleno de fisuras es el aceite de cedro. Su índice de refracción no es el mejor para el efecto (1.51 contra 1.57 de la esmeralda), como tampoco su viscosidad, que hace que se descargue fácilmente. Se prefiere no obstante en el exterior, pero con el fin de evitar el uso de resinas epóxicas.

En este contexto, no se conocen reportes o denuncias sobre nuevos tratamientos de tipo natural que hayan sido denunciados o patentados. Se conocen algunas simples comunicaciones sin ningún carácter de artículo técnico-científico, respecto a la utilización de un "nuevo" tratamiento para esmeraldas denominado "permasafe" por parte de las organizaciones C.I. Gemtech y el Centro de Estudios Gemológicos de la Esmeralda, donde según los denunciadores, se emplea un tipo de resina epóxica que resiste la limpieza ultrasónica y el calor generado durante la talla, pero que puede ser removido de la esmeralda y que fluoresce con luz azul pálida a la luz UV larga, para fácil identificación (Professional Jeweler, *web site* 1999: about Permasafe). Según esta pequeña nota, la cual no fue redactada por quienes denuncian la sustancia, tiene algunas similitudes al material "secreto" reportado por el autor Arthur Groom, que denomina Gematrat (Professional Jeweler, April 1998, p. 50).

En las dos notas antes mencionadas, el material de relleno empleado para tratar la gema no corresponde a otra cosa que a las mismas resinas epóxicas, conocidas y denunciadas desde principios del siglo pasado, las cuales son compuestos sintéticos, como quiera que se derivan del bisfenol A, básicamente, con algún manejo de los agentes llamados por el vulgo "endurecedores" que simplemente son agentes polimerizantes.

Su uso actualmente no es aceptado y si aparece una esmeralda reportada con este tipo de sustancia, pierde gran parte de su valor o simplemente no es vendida fácilmente.

Se ha presentado mucha discusión, además, sobre este último tipo de tratamiento, pues en los casos en que se produce su deterioro, los productos resultantes afean la gema y son difíciles de extraer de ella; además, los reactivos químicos utilizados para la extracción o limpieza, son de manejo difícil, pues normalmente pueden afectar severamente la salud.

A nivel internacional existen publicaciones, pero que se centran en sustancias ya conocidas en el mercado, entre las cuales se destacan los trabajos:

- Mary Johnson et. al.(1999) *Gems & Gemology*, summer, 1999, vol 35, No 2
- Mary Johnson, (2007) *Gems & Gemology*, summer 2007, vol. 43, No 2
- L. Kiefert et.al., (1999) *The Journal of Gemology*, october, vol. 26 No 8
- Thomas Hainschwang, (2002) *Gemlab, Research* 5, june 1.
- Hanni et. al. (*Jewelry News Asia*, No 145, pp. 154,156) y otros.

Estos trabajos son simplemente descriptivos tanto de los tratamientos, en cuanto a sus características generales, así como pruebas de durabilidad y su identificación con base en espectrogramas en el IR y Raman especialmente.

Los trabajos de Johnson (2007) y Johnson et.al. (1999), son quizá los más específicos que se encuentran en la literatura. El trabajo de 2007 se enfoca en pruebas de durabilidad, donde se trataron 128 esmeraldas con ocho sustancias de uso reconocido (araldite, aceite de cedro, aceite de parafina, opticon endurecido y sin endurecer, mezcla de aceite de cedro y bálsamo de Canada, Gematrat, Permasafe y el adhesivo Optico Norland 65) y se sometieron a varias pruebas para establecer conclusiones sobre su durabilidad. Algunas pruebas establecen condiciones de exposición, tal como: "normal" o "suave" (mild) (almacenamiento, tiempo normal de uso con el tratamiento, radiación UV); encontrándose que los "embellecedores" líquidos fueron más susceptibles. Otros ensayos someten las muestras a ambientes "secos" (almacenamiento a temperatura normal con sílica gel), encontrándose fisuras visibles en la mayoría de las esmeraldas tratadas.

Es importante resaltar que las sustancias endurecidas, produjeron según el reporte, daños en la esmeralda, expandiendo las fisuras durante la prueba. De manera similar, las pruebas con ciclos de enfriamiento, expandieron las fisuras tanto en esmeraldas tratadas como en esmeraldas no tratadas.

En este mismo trabajo se encontró que los tratamientos con ultrasonido produjeron algunos cambios en la apariencia de las piedras tratadas con los embellecedores líquidos a diferencia de los endurecidos o por la exposición a alcohol o acetona. Un análisis del artículo permite hacer algunas anotaciones: la tabla de presentación de las observaciones solo define los cambios como "ligeros", "no observados" u "obvios". Así mismo, al discutir las pruebas de durabilidad, se dice que el FTIR no fue muy útil para observar las diferencias en el tiempo, debido a que la mayoría de las esmeraldas tratadas tenían algún residuo de relleno después de varios años y que la cantidad de relleno indicado en el espectro dependía de la cantidad de luz que pasaba a través de la esmeralda. El único cambio anotado fue sobre la intensidad en el espectro.

Otros estudios muy interesantes, tocan directamente las características espectrales de los diferentes tipos de sustancias usadas en el tratamiento de las esmeraldas. El trabajo de Mary Johnson et.al. (1999), por ejemplo, contribuye con una clasificación de estas sustancias, de acuerdo, en primera instancia a las definiciones de resinas, aceites, aceites esenciales, ceras, etc. Por otra parte, se realizan algunos ensayos para intentar responder al cuestionamiento de

si por ejemplo el efecto de "flash" implica una resina artificial, o si se pueden detectar por técnicas espectroscópicas la adulteración de un aceite de cedro. También se establece alguna distinción entre el significado, a grandes rasgos, de las diferentes señales macro que indican los espectros IR y Raman.

El trabajo de Kiefert et.al. (The Journal of Gemology, october, 1999, vol. 26 No 8) por su parte, advierte que las distintas sustancias tienen una estabilidad diferente, pero que ninguno de los tratamientos se pueden considerar como permanente. Define tres tipos de sustancias, de acuerdo a sus propiedades espectroscópicas, las cuales están muy relacionadas con sus propiedades físicas: aceites, bálsamo de Canadá y resinas artificiales. En su estudio, realizado básicamente con FTIR y Raman, se describen al igual que en el artículo discutido arriba, las principales señales observadas en las diferentes sustancias estudiadas.

El trabajo de Hainschwang (2002), enseña el análisis de 29 sustancias diferentes con posibilidad de ser utilizadas en tratamiento donde se incluyen aceites, resinas naturales, resinas artificiales, endurecedores y una sustancia que se reporta como diluyente de resinas artificiales. La mayoría de las sustancias analizadas son prepolímeros no endurecidos, los cuales pueden ser posteriormente polimerizados por el uso de un "endurecedor". En este trabajo se observan sustancias diferentes a las tradicionalmente estudiadas, pero que claramente corresponden a variedades de las resinas epóxicas entre las cuales se cuentan once tipos de araldite, así como otras resinas epóxicas como variedades de maprenal, vestanat, paraloid, epikota, vialkid, entre otras, e igualmente se contrastan contra algunos aceites tradicionales como el cedro, sándalo, aceite de parafina, de clavo y de ricino. Las técnicas utilizadas para el estudio de las diferentes sustancias, siguen siendo la Espectroscopía IR así como la Espectroscopía Raman.

Hainschwang establece algunos picos que podrían indicar el uso de resinas artificiales en la región de 3000 a 2800 cm^{-1} , combinada con un doble pico alrededor de 3058-3035 cm^{-1} . Así mismo establece que ciertas resinas artificiales pueden ser difíciles de distinguir, de algunas que son presumiblemente naturales. Igualmente concluye que son difíciles de identificar ciertas sustancias presumiblemente naturales o distinguir ciertas mezclas de resinas artificiales con sustancias naturales, por ejemplo, un tipo de maprenal (MF-580), mezclado con aceite de cedro. Los aceites de canela y de cedro tienen por su parte características únicas que los hacen muy identificables. El autor intenta clasificar las diversas sustancias, de acuerdo a las diferentes características espectroscópicas, en diferentes grupos. Este trabajo, al igual que otros, se enfoca más en identificación de las sustancias y su distinción, que en su comportamiento ante agentes de deterioro, y no propone ninguna recomendación sobre el uso de algún nuevo producto de tipo natural.

De otra parte, en Colombia, país reconocido a nivel mundial como uno de los mayores productores de esmeralda y con la mayor belleza, no se conocen publicaciones o investigaciones relacionadas con el uso y comportamiento de resinas o aceites con propósito de embellecimiento de las esmeraldas.

De conformidad con lo narrado en los párrafos anteriores, es evidente la necesidad de una sustancia química o composición para el tratamiento o relleno de fisuras de esmeraldas que represente un mejoramiento en su calidad, presentación y belleza, y que además cumpla con algunos requerimientos tales como: que sea de origen natural alejándose de las resinas epóxicas sintéticas, que posea un índice de refracción cercano o igual al de una esmeralda (1.57), una viscosidad adecuada para que no se descargue fácilmente, una buena duración ante agentes de deterioro y que no produzcan daños en la esmeralda o aumento de sus fisuras.

La materia objeto de la presente invención corresponde a una composición cuyos componentes son no sintéticos que exhibe un índice de refracción cercano al de la esmeralda y al contrario de los epóxicos no exhiben características de pegantes

BREVE DESCRIPCIÓN DE LAS FIGURAS

Las figuras solo intentan ilustrar sencillos procedimientos a que fueron sometidas las sustancias, pues no se trata de una invención complicada, al contrario de otro tipo de invenciones. No son determinantes para entender lo descrito en el texto

Figura 1. Rampas de calentamiento con los 10 aceites. Variación de pesos

Figura 2. Índices de refracción promedio antes, durante y después de rampa de calentamiento a 10°C.

Figura 3. Espectros infrarrojos de las muestras estudiadas.

Figura 4. Ejemplo 1 de muestras a) sin tratamiento y b) con tratamiento

Figura 5. Ejemplo 2 de muestras a) sin tratamiento y b) con tratamiento

Figura 6. Resina Damar como se presenta a nivel comercial. Se prefiere la resina blanca de Indonesia.

Figura 7. Rotavapor, donde se indican sus principales componentes. Es útil para la evaporación del solvente en el cual se mezclan las dos sustancias, que constituyen el producto, con el fin no solo de evitar su evacuación hacia el ambiente, sino para recuperar buena parte que puede reutilizarse

BREVE DESCRIPCIÓN DE LA INVENCION

La presente descripción proporciona una composición para el tratamiento de fisuras de esmeraldas que permite mejorar su presentación, y cuyos componentes no comprenden sustancias sintéticas o producidas en un laboratorio. La composición tiene un índice de refracción cercano o igual al de una esmeralda, para producir el efecto de "desaparición" de las fisuras, una viscosidad adecuada para que no se descargue fácilmente y una buena duración ante agentes de deterioro.

De acuerdo entonces a esta descripción, la parte más delicada en el presente desarrollo, es encontrar las sustancia o la mezcla de sustancias, que van a constituir el nuevo tratamiento: índice de refracción cercano a 1.57 (índice de la esmeralda), una viscosidad aceptable (comparable al Araldit), para que no se descargue fácilmente, y lo más delicado, buena resistencia a los agentes de deterioro, como son la temperatura, la humedad y el más importante, la luz ultravioleta, que es un agente que deteriora la materia orgánica. Una vez encontrada la sustancia, o como en este caso, la mezcla que cumpla con estas características, el problema queda resuelto.

El método para producir la sustancia se reduce entonces a una simple mezcla en las proporciones indicadas como las óptimas de acuerdo al trabajo previo, lo cual es muy sencillo, no requiere de grandes habilidades ni complejas explicaciones. La composición comprende la mezcla de una resina natural terpénica y anetol.

Se diferencia con las sustancias epóxicas en que son naturales en origen, no son pegantes, su composición es diferente, no son sintéticos, pueden limpiarse fácilmente y sobre todo reemplazar a unas sustancias mal reputadas y que han hecho mucho daño al comercio de la gema insignia del país.

DESCRIPCIÓN DETALLADA DE LA INVENCION

En la presente invención se describen composiciones para el tratamiento o relleno de fisuras o microfisuras de esmeraldas que poseen un índice de refracción cercano o igual al de una esmeralda (1,57) y que se caracterizan porque comprenden:

- a) Una resina natural terpénica; y
- b) Anetol.

Una realización preferida de la invención consiste en una composición donde el componente **a)** corresponde a la resina dammar.

Una modalidad preferida de la invención corresponde a una composición donde el componente **a)** está en un porcentaje de 40 % a 90 % en peso, y el componente **b)** está en un porcentaje de 10 % a 60 % en peso.

Otra modalidad preferida de la invención consiste en una composición donde el componente **a)** está en un porcentaje de 70 % a 80 % en peso, y el componente **b)** está en un porcentaje de 20 % a 30 % en peso.

Los constituyentes de las composiciones objeto de esta invención y sus proporciones específicas, otorgan a dichas composiciones propiedades tales como: un índice de refracción cercano o igual al de una esmeralda (1,57), una viscosidad adecuada para que no se descargue fácilmente, y una buena duración ante agentes de deterioro. En adición a estas bondades, las composiciones descritas no comprenden sustancias sintéticas o producidas en un laboratorio, tales como resinas epóxicas (rechazadas en el mercado), y no causan algún tipo de daño en la esmeralda o aumento de sus fisuras.

En particular, la composición objeto de la invención se basa en productos naturales, fundamentalmente una resina o goma natural, con índice de refracción cercano al de la esmeralda, adicionada con un componente extraído de aceites naturales (anís o hinojo), igualmente con índice cercano al de la gema. Con esta composición se pretende, entre otras cosas, generar confianza, tanto a vendedores como compradores.

Otra modalidad de la invención corresponde a un proceso con el propósito de generar un producto para ser utilizado en el tratamiento o relleno de fisuras de esmeraldas, que posee un índice de refracción cercano o igual al de dicha gema (1.57) y que está constituido por: **a)** una resina natural terpénica; y **b)** anetol; donde dicho proceso se caracteriza porque comprende los siguientes pasos:

- i. Disolución de la resina en un disolvente apropiado.
- ii. Adición de anetol a la disolución del paso i.
- iii. Eliminación del solvente del paso i.

Una modalidad de interés de la invención consiste en el proceso antes descrito, donde el disolvente apropiado es tetrahidrofurano (THF).

Las modalidades de la invención descritas en este documento son empleadas en el tratamiento y relleno de fisuras o microfisuras de esmeraldas, y traen beneficios tales como: mejoramiento de la presentación, calidad y embellecimiento de la gema.

DESARROLLO DE LAS PRUEBAS PARA SELECCIÓN DEL PRODUCTO

Un producto destinado al relleno de fisuras y microfisuras de la esmeralda debe ser capaz de resistir las condiciones a las cuales la piedra es sometida durante su uso normal. Estas condiciones se pueden resumir así:

- cambios con respecto a variaciones de:
- humedad relativa, temperatura, y radiación UV, componente de la radiación solar que deteriora las sustancias orgánicas.

En adición a lo anterior, el producto debe cumplir con algunas características particulares con el fin de no afectar la calidad, presentación y belleza de la gema, tales como:

- Ser una sustancia natural
- Viscoso
- índice de refracción lo más cercano a la esmeralda
- Incoloro o con coloración muy tenue (normalmente los aceites o resinas presentan alguna coloración ligera)
- En lo posible polimerizable
- Muy estable, para una conveniente durabilidad.

En la tabla 1 se presentan algunos aceites, de acuerdo a los parámetros indicados, a manera de ilustración. Esta selección fue el resultado de la evaluación de alrededor de 100 aceites, colocados en forma de tabla con algunas de sus características para mejor visualización

Tabla 1.- Tipos de aceites esenciales, composición y caracterización física para su selección

TIPO DE ACEITE	EXTRAIDO DE	COMPOSICION	d_{25}^{20}	η^{20}_D	SOLUBILIDAD
Anís Líquido refractivo incoloro a amarillo pálido	Frutos maduros secos de Pimpinella anysum, Umbellifera o Illicum verum	80 a 90 % de anethole – methylchavicol – Anisaldehido	0,978 – 0,988	1,553 – 1,560	≈ 3 vol. Alcohol libremente en cloroformo o éter
Aceite de cedro Líquido viscoso incoloro a ligeramente amarillo	Madera de Juniperus VirginianaL., Cupressaceae, otros cedros	Cedreno (un terpeno) y Cedral (alcanfor de cedro)	0,940 – 0950,	1,495 – 1,510	Soluble en 10-20 vol. De alcohol Soluble en éter

Aceite de hinojo Incoloro a amarillo pálido	Fruto seco de foeniculum vulgare Mill. Umbellifera Planta de hinojo dulce	50-60% anethole ≈20% fenchone, pinene limonene, dipentene, phellandrene	0,953 – 0,973	1,528 – 1,538	Ligeramente soluble en agua - En 1 vol. Alcohol 90% - 8 vol. Alcohol 80% - Muy soluble en cloroformo y éter
Tomillo Líquido incoloro a café rojizo	Destilado de la planta florecida de Thymus vulgaris.	20 a 40 % de thymol y carvacol, cymene, pinene, linalool, bornyl acetate	0,894 – 0,930	1,483 – 1,510	Ligeramente soluble en agua – soluble en 2 vols. Alcohol al 50%
Canela Aceite amarilloso a cafésoso Se oscurece y engruesa con el tiempo	Aceite de Cassia – Canela de la China y ramas de Cinnamum o Cassia, Lauraceae	80 a 90% de cinnamaldhyde, Cinnamyl acetate, eugenol	1,045 – 1,063	1,602 – 1,606	Ligeramente soluble en agua – Soluble en volúmenes iguales de alcohol y ácido acético glacial
Canela de Ceilán Ligeramente amarillo Enrojece con el tiempo	Corteza de Canela de Ceilán	Cinnamaldhyde, cinnamylacetate, eugenol	1,000 – 1,030	1,565– 1,582	Ligeramente soluble en agua – Soluble en volúmenes iguales de alcohol y ácido acético glacial

Se seleccionaron los siguientes aceites:

Aceite de hoja de clavo redestilado, Aceite de Cassia Extra Redestilado, Aceite de Anís, Aceite de cogollo de clavo Redestilado, Aceite de Casia Redestilado, Aceite de tomillo blanco, Aceite de Cedro, Aceite de Semilla de Uva, Aceite de Hinojo Dulce, Aceite de Hoja de canela. Se compraron 16 onzas de cada uno de los aceites.

Pruebas de Estabilidad

De acuerdo con la literatura consultada en lo concerniente a las pruebas de foto-estabilidad de los aceites naturales se encontró que la fuente óptima para realizar estos ensayos debe emitir una radiación estándar similar a la D65/ID65 como establece en la norma ISO 10977.

Se tomó como referencia la "ICH Guidance for Industry Q1B Photostability testing of a new drug substances and products". Para este efecto se utilizó una cámara de fotoestabilidad, para control de humedad y temperatura. Por otra parte, se ha instalado en la cámara luz ultravioleta de longitud de onda larga (365 nm). En primera instancia se realizan los ensayos con

variaciones en humedad relativa y temperatura. Una vez realizados estos ensayos, se deja estable la humedad y temperatura, y se somete a luz UV.

Caracterización infrarroja y Raman de los 10 aceites naturales seleccionados

La caracterización Raman se realizó en un rango de 90 a 4.000cm^{-1} con lo cual es posible observar una región general de los grupos funcionales principales de las moléculas que componen los aceites, y la región mucho más específica, la cual se encuentra entre 1.500 y 90cm^{-1} .

En general los espectros vibracionales (infrarrojo y raman) de los aceites corresponden a señales causadas por tensiones C-H aromáticas en el rango de $3050\text{-}3150\text{ cm}^{-1}$, tensiones C-H metilénicas entre 3010 y 3095 cm^{-1} , vibraciones C-H alifáticas entre $2965\text{-}2850\text{ cm}^{-1}$, enlaces O-H de alcoholes cerca de 3400cm^{-1} y de ácidos carboxílicos entre 3300 y 2500 cm^{-1} y enlaces C-O de ésteres y alcoholes entre 300 y 1000 cm^{-1} . El único aceite que presenta una composición significativamente distinta es el de semilla de uva, el cual presenta señales únicamente por enlaces carbono-hidrógeno alifáticos y señales O-H y COOH de los ácidos carboxílicos. Debido a que se cuenta con los espectros vibracionales de los aceites y también de la mayoría de cada uno de sus componentes, el seguimiento que se hace sobre estos con las pruebas de estabilidad, se puede realizar de manera mucho más precisa, ya que se identifican las señales de manera rápida, al mismo tiempo que se puede detectar cuales señales empiezan a disminuir en su intensidad o a desaparecer y cuales, por el contrario, empiezan a surgir luego del proceso de degradación.

PRUEBAS CON LA CÁMARA DE ESTABILIDAD Y CON LA ESTUFA.

- **Experimentación con los aceites adquiridos para el proyecto de tratamientos en la estufa de calentamiento:**

El presente experimento muestra en general, una disminución grande del volumen de los diferentes aceites con la temperatura. La mayor pérdida de volumen corresponde a los aceites de anís, hinojo y tomillo blanco y la menor a las semillas de uva.

Es interesante el caso de los aceites de anís e hinojo, puesto que a pesar de la apreciable pérdida de volumen, no solo presentan un aumento favorable del índice de refracción con la temperatura, hasta obtener valores muy cercanos a los índices de la esmeralda (ver tabla 3), sino que el color no presenta grandes variaciones, lo cual los convierte en posibilidades a tener en cuenta, no obstante la pérdida en peso (ver tabla 2).

Para el caso del tomillo blanco, se tiene igualmente un aumento del índice de refracción, pero su color varía a tonos no deseables, mostrando cambios drásticos discutidos más adelante en la parte química y espectroscópica. Se debe tener en cuenta que las temperaturas se estudiaron hasta niveles bastante altos (140°C)

Los demás aceites cambian desfavorablemente su apariencia a colores no deseables. Algunos de estos aceites no presentan variaciones notorias con la temperatura, como se observa en la tabla de índices de refracción y en las gráficas, exceptuando el caso del aceite de Casia redestilado, donde baja drásticamente su índice pero al mismo tiempo se presenta precipitación, lo cual puede indicar entre otras posibilidades, signos de descomposición u oxidación de la muestra, o pérdida de algunos componentes.

Para este caso de cambios de color, se realizaron pruebas con carbones activados diversos, sin obtener resultados aceptables. Además se estaría sumando un proceso más dentro de la obtención del producto, lo cual no es aconsejable, por costos y tiempo.

Tabla 2. Rampas de calentamiento con los 10 aceites. Variación de pesos

Temperatura / Tiempo	ANIS ESPAÑOL g.	CINAMON HOJAS g.	CASSIA REDESTILADO g.	CASSIA EXTRA PURO g.	ACEITE CEDRO g.	CLAVO HOJAS g.	CLAVO COGOLLO g.	TOMILLO BLANCO g.	SEMILLAS DE UVA g.	ACEITE DE HINOJO g.
0	19,00	20,70	20,80	21,00	18,60	20,60	20,60	18,70	17,90	18,20
80 – 5h	16,00	19,20	19,90	20,10	17,60	19,60	19,60	15,00	17,90	14,20
90 – 5h	13,75	18,16	18,99	19,21	16,73	18,88	18,81	12,75	16,80	11,85
100 – 5h	9,70	15,59	16,74	17,04	14,46	16,39	16,38	8,96	15,98	8,04
110 – 5h	7,55	14,20	15,41	15,68	13,26	15,16	15,06	7,23	15,88	6,28
120 – 5h	5,17	12,00	13,41	13,77	11,83	13,19	12,96	5,06	15,78	4,84
140 – 5h	5,12	10,40	11,41	11,57	11,03	11,29	11,16	5,06	15,58	4,14

Tabla 3. Índices de refracción promedio antes, durante y después de rampa de calentamiento a 10°C.

	ANIS ESPAÑOL	CINAMON HOJAS	CASSIA REDESTILADO	CASSIA EXTRA PURO	ACEITE CEDRO	CLAVO HOJAS	CLAVO COGOLLO	TOMILLO BLANCO	SEMILLAS DE UVA	ACEITE DE HINOJO
0	1,545	1,538	1,613	1,615	1,507	1,533	1,532	1,499	1,472	1,534
100	1,557	1,540	1,614	1,612	1,514	1,558	1,538	1,509	1,486	1,558
140	1,562	1,550	1,565	1,611	1,518	1,544	1,542	1,548	1,474	1,560

Las **figuras 1 y 2** muestran la pérdida de peso de los diez aceites en función de las rampas de calentamiento y los índices de refracción promedio antes, durante y después de rampa de calentamiento a 10°C, respectivamente.

Características Químicas y Espectroscópicas

En los aceites de clavo (cogollo y hoja de clavo) es de esperarse que los volátiles que se pierdan en el proceso de maduración sean impurezas, y al mismo tiempo algo del componente principal que es el eugenol, el cual además de ser el componente mayoritario (casi un 90%) tiene el punto de ebullición más bajo en comparación con el eugenil acetato y el cariofileno. Los espectrogramas no muestran ninguna diferencia antes y después del proceso de maduración, y la coloración amarillo-café se intensificó. Los aceites de Casia (Extrapuro y redestilado) intensificaron igualmente su coloración café pero los espectrogramas no muestran ningún cambio con el proceso de maduración, esto significa que el cinamaldehído y el benzaldehído (principales componentes del aceite de casia) no sufren ninguna modificación a la temperatura a la cual se realizó la maduración. La pérdida de volátiles es más probable que se deba a pérdida de impurezas y de benzaldehído que posee el punto de ebullición más bajo de los componentes principales. Los aceites a base de anethole, estragole y anisaldehído (aceites de anís e hinojo) presentan los resultados más prometedores puesto que en color y en viscosidad superan a los demás, obteniéndose una coloración adecuada (incolora-amarilla suave) y una ganancia importante en la viscosidad. Los espectros de estos aceites son muy similares debido a la composición química tan similar que presentan. Los espectrogramas muestran la presencia de enlaces C-H aromáticos en 3094, 3057, 3022, 3002 cm^{-1} y C-H alifáticos 2957, 2932, 2912, 2882, 2850, 2834 cm^{-1} en su región más general, y luego del proceso de maduración la aparición de una banda ancha alrededor de 3500 cm^{-1} , hecho que probablemente sea causado por la oxidación parcial del anisaldehído a su respectivo ácido carboxílico. La **figura 3** muestra los espectros infrarrojos de las muestras estudiadas.

Las señales en 3022 y 3002 cm^{-1} disminuyen su intensidad casi hasta la extinción luego del proceso de maduración, señales de estiramientos C-H aromáticos, al igual que sucede con las señales en 2912 y 2850 cm^{-1} de tensión C-H alifática. Este hecho indica que no hay una tendencia a que el aceite presente un enriquecimiento de fracción aromática o alifática. Igualmente la relación entre las señales 1657 cm^{-1} causada por un doble enlace C=C disustituido y 1608 cm^{-1} por un enlace C=C aromático es mayor que 1 antes de la maduración, y posterior a esta es menor que 1, lo cual hablaría sobre un enriquecimiento de la parte alifática insaturada con respecto a la fracción aromática de los aceites. De igual forma se encontró que la relación entre las señales 1307 cm^{-1} causada por un estiramiento C-H alifático y 1284 cm^{-1} por un enlace C-O de éster aromático es menor que 1 antes de la maduración, y posteriormente es mayor que 1, lo cual hablaría sobre un enriquecimiento de la parte alifática saturada de los aceites.

El aceite de Tomillo blanco aumentó su tono amarillo hasta casi café luego de la maduración, esto causado principalmente a la evaporación de impurezas y probablemente a alguna cantidad de p-cymeno, pineno y campheno que son los componentes más propensos a perderse por evaporación. El aceite de cedro no sufrió mayores cambios en sus espectrogramas antes y después de la maduración, y el color se tornó café medio. El aceite de semilla de uva no presentó ningún cambio como era de esperarse, ni en viscosidad ni en color puesto que sus

componentes son en su mayoría ácidos carboxílicos los cuales gracias a la formación de puentes de hidrógeno son difíciles de perder por evaporación. El aceite de Canela pasó de un tono de color amarillo pardo a café oscuro, y sus espectrogramas no arrojaron cambios significativos.

Después de revisar los resultados, se seleccionó el aceite de anís, finalmente, para continuar con el proceso quedando aun por solucionar el problema de la alta pérdida de peso no solo del anís sino de los aceites en general, durante el tratamiento para lograr una adecuada viscosidad.

La información obtenida para los diferentes aceites se condensó en un documento que contiene los Espectros infrarrojo y Raman de los componentes más importantes de los aceites naturales seleccionados como posibles fillers en esmeraldas.

A continuación se presenta un ejemplo para el aceite de Anís:
Componentes:

*Anetol 25-100% $C_{10}H_{12}O$

*Pineno $C_{10}H_{16}$

*Estragol 1-2.5% $C_{10}H_{12}O$

*Campheno $C_{10}O_{16}$

*Limoneno 0-0.25% $C_{10}H_{16}$

*Linalool $C_{10}H_{18}O$

*Anisaldehido $C_8H_8O_2$

Solución al problema de la viscosidad

Como se especificó, hay gran pérdida de volumen de los aceites al tratar de mejorar la viscosidad, por calentamiento, lo cual es un inconveniente, pero los ensayos mostraron no obstante un comportamiento importante, entre otros con el aceite seleccionado, ya que el índice de refracción aumentaba a medida que se disminuía el volumen, lo cual indicaba que al perder volátiles, el (o los) componentes remanentes, tenían un mejor índice para los propósitos, pues se acercaba más al índice de la esmeralda. Al investigar los índices de los componentes principales, se observa que el anetol, que es el componente principal del aceite de anís, presenta un índice muy apropiado, el más alto de los demás componentes del anís, característica que nos conduce a la idea de usar el anetol, en lugar del aceite, lo cual es muy conveniente, pues se trata de un solo compuesto, además es incoloro y se evitaría trabajar con el aceite con la totalidad de sus componentes, que implica el manejo de una composición química compleja.

Con el propósito de solucionar entonces el problema de la viscosidad, se decidió adicionar un agente espesante (natural), al aceite, o en este caso al anetol, para poder aumentar dicha viscosidad; para este fin se propuso investigar sobre resinas de tipo natural, igualmente con índices de refracción cercano al de la esmeralda. Se encontraron 4 variedades: colofonia, sandáraca, dammar y mastic, que presentan índices de alrededor de 1,54, buena estabilidad térmica y su color es amarillo muy suave o algunas son incoloras. Para la medida de la viscosidad se trabajó como patrón de referencia de viscosidad al araldit 6010, el cual funciona correctamente en los equipos empleados para el embellecimiento de las esmeraldas. Las resinas dammar y mastic fueron seleccionadas, teniendo en cuenta que han sido usadas en forma de barnices, para la conservación de pinturas antiguas, demostrando su duración. Por otra parte al someterlas a pruebas de estabilidad, la de mejor comportamiento fue la resina dammar, pues presenta menor variación de color, que la mastic, además de ser una resina más barata.

Con la selección de la resina Dammar, se realizó un proceso de molienda. Sin embargo luego del proceso de molienda se presentó el inconveniente de que estas resinas naturales son suministradas con un bajo grado de pureza y en ese sentido se debía pensar en un proceso de purificación de la resina, previo a su mezcla con el anetol (o los aceites naturales). El proceso de recristalización para estas resinas no es sencillo debido a la limitada bibliografía que existe sobre tema, sin embargo en la literatura consultada se obtuvo información valiosa sobre la composición química y la degradación de estas resinas al ser sometidas a un proceso de envejecimiento y pirólisis.

La literatura consultada fue la siguiente:

- Dominique Scarlone, Massimo Lazzari, Oscar Chiantore (2003) Ageing behavior and analytical pyrolysis characterization of diterpenic resins used as art materials: Manila Copal and Sandarac., J. Anal. Appl. Pyrolysis 68-69, 115-136.
- Dominique Scarlone, Massimo Lazzari, Oscar Chiantore (2002), Ageing behavior and pyrolytic characterization of diterpenic resins used as art materials: Colophony and Venice Turpentine. J. Anal. Appl. Pyrolysis 64, 345-361.
- Laura Osete-Cortina, Maria Teresa Domenech-Carbó (2005) Analytical characterization of diterpenoid resins present in pictorial varnishes using pyrolysis – gas chromatography – mass spectrometry with online trimethylsilylation.. Journal of chromatography A, 1065, 265-278.
- M. Abdel-Ghani et al (2009) Characterization of paint and varnish on a medieval Coptic – Byzantine icon: Novel usage of dammar resin.. Spectrochimica Acta part A 73, 566-575.

En cuanto al tema específico de la recristalización de las resinas, se adelantaron pruebas de solubilidad con diferentes solventes orgánicos como: ácidos, amidas, alcoholes, ésteres,

cetonas y aromáticos entre otros, para tratar de encontrar él o los solventes adecuados para la recristalización. No obstante, incluso en caliente los resultados no fueron muy satisfactorios. Por tal motivo, se utilizó un solvente que solubilizara bien las resinas, como el THF, se realizó la filtración y luego se recuperaron las resinas mediante un equipo rota-vapor.

Se realizaron además, ensayos de punto de fusión para la resina dammar y se encontró que alrededor de 100 °C se produce un "ablandamiento" del material hasta aproximadamente 125°C y finalmente por encima de 135-140°C la resina funde completamente.

Se prepararon posteriormente mezclas con el compuesto anetol, donde básicamente se variaron parámetros de temperatura y composición de las mezclas, para evaluar entonces la viscosidad de estas, tomando como referencia la viscosidad de la resina artificial araldit 6010.

Finalmente se seleccionaron dos mezclas, que consisten en una relación de resina a anetol de 80:20 y 70:30. Se trabajó entonces, sobre el comportamiento de estas mezclas, ante los agentes de deterioro mencionados (humedad relativa, temperatura y luz UV) y haciendo su seguimiento con el Raman y el IR a través del tiempo.

Ambas mezclas se comportaron bien, teniendo en cuenta como se describió, que se presenta un tono amarillento relativamente rápido, pero que no varía al avanzar el experimento en el tiempo. Debido a que se trata de rellenar microfisuras, no es muy determinante esta coloración, puesto que el índice de refracción es muy ajustado al de la gema.

Hay una inclinación, sobre todo por viscosidad y comportamiento, hacia la utilización de la mezcla 80 – 20 (Resina-aceite), sin que se descarte la utilización de la otra posibilidad (70 – 30), o relaciones entre las dos mezclas, pues presentan igualmente buen comportamiento como relleno. Es posible utilizar otras mezclas como 85-15 o 90- 10, pero debido al aumento de viscosidad no es fácil de maniobrar en el momento de relleno de las fisuras. Es igualmente válido aplicar mezclas un poco más bajas en resina, por ejemplo 65-30 o 60-40. Pueden funcionar bien en la gema, pero igualmente debido a la viscosidad menor, se pueden descargar de la gema con facilidad.

Las mezclas se estudiaron separadas de la piedra, al igual que se hizo con los aceites, en la cámara de estabilidad, ya que es difícil hacer seguimiento de deterioro dentro de la piedra.

Inicialmente como se mostró en los gráficos, se trataron las muestras variando la temperatura. Más adelante, se siguieron los parámetros utilizados en las normas para estabilidad de drogas, como se comentó anteriormente, ya que se trata de un trabajo cuyas condiciones no se encuentra establecidas en la literatura, y las únicas referencias son las pruebas de estabilidad para ingredientes activos farmacéuticos y productos farmacéuticos terminados, que son estrictos, cumplen normas internacionales y están referenciados; además, al igual que los aceites y resinas naturales, se trata de productos orgánicos. (Q1B Photostability Testing of New Drug Substances and Products).

Se realizaron entonces ensayos a humedad relativa y temperatura definidos en las normas para drogas. En nuestro caso, de acuerdo a la clasificación de los países con respecto a estos parámetros, se trabajó con la clasificación para nuestro país, considerado tropical húmedo. Estas condiciones son las más drásticas encontradas en las tablas: 75% de HR y 30°C, lo cual tiene la ventaja de que una buena estabilidad en estas condiciones indican una buena duración del producto. Tras un período de 9 meses de tratamiento, los resultados son excelentes, sin notar mayores variaciones, solo la anotada sobre el color, al igual que una pérdida pequeña en el peso.

Finalmente se tratan las mezclas con luz ultravioleta, siguiendo los lineamientos indicados en las referencias utilizadas (Q1B Photostability Testing of New Drug Substances and Products). Inicialmente las mezclas se trataron de acuerdo a esta norma, para completar un total de 240 Watt-hora/m² (41 días en nuestro caso). Estas pruebas indican una buena estabilidad de un determinado producto, ante el agente específico y refiriéndose a condiciones de transporte y almacenamiento, pero no hace alusión a ninguna duración específica.

Por tal motivo, y ya que se trata de establecer una duración lo más amplia posible del tratamiento, las mezclas se colocan en la cámara de estabilidad, la cual está cerrada, y solo se someten a la luz UV, sin variar las condiciones de HR y Temperatura. El contenido de UV de la radiación solar es de alrededor del 10% de acuerdo a la literatura, pero una alta proporción de luz se pierde, por diversos motivos como reacciones químicas o dispersión por nubes, antes de llegar a nuestra superficie, sobre todo las longitudes de onda más bajas. Dependiendo de la localización geográfica, esta radiación hacia el mediodía puede variar entre 3 y 5%.

Las muestras estuvieron 5 meses sometidas a estas condiciones. Teniendo en cuenta que solo se han sometido a la luz UV, pues la cámara no recibe otras longitudes de onda, el tratamiento equivaldría a convertir esta limitada cantidad de 4% de luz UV que nos llega en superficie, en el 100% (factor de 25 veces). La estabilidad que presentan los tratamientos en estas condiciones, equivale a una estabilidad aproximada, entonces, de alrededor de 10 años. Se asegura entonces buena estabilidad, si se considera que la radiación UV es el factor de deterioro más drástico por oxidación, de la materia orgánica.

Al realizar la prueba normativa, se hicieron 5 tomas de espectros Raman para verificar la fotoestabilidad durante el tiempo de exposición anteriormente indicado. Físicamente, la muestra directamente expuesta se observa más amarillenta y con una superficie semiendurecida, la cual no posee una muestra control, que aún se conserva fluida y poco viscosa.

Actualmente se tienen varias muestras de esmeralda ya tratadas, y que permanecen con condiciones normales del ambiente, las cuales se han observado por más de 2 años.

En las **figuras 4 y 5** se presentan dos ejemplos de muestras con y sin tratamientos, advirtiendo que la mejor observación es la que se hace sobre las muestras reales y con luz apropiada.

BREVE DESCRIPCIÓN DE LAS FIGURAS

Las figuras solo intentan ilustrar sencillos procedimientos a que fueron sometidas las sustancias, pues no se trata de una invención complicada, al contrario de otro tipo de invenciones. No son determinantes para entender lo descrito en el texto

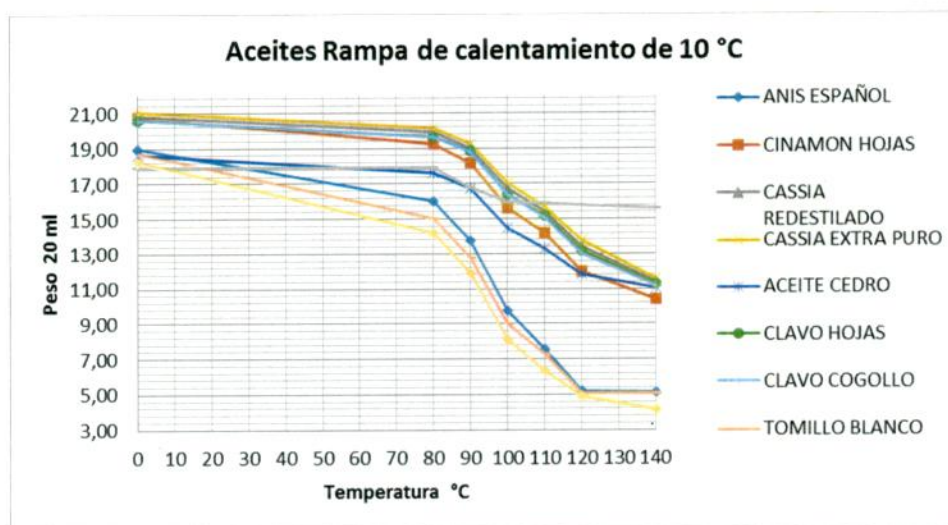


Figura 1. Rampas de calentamiento con los 10 aceites. Variación de pesos

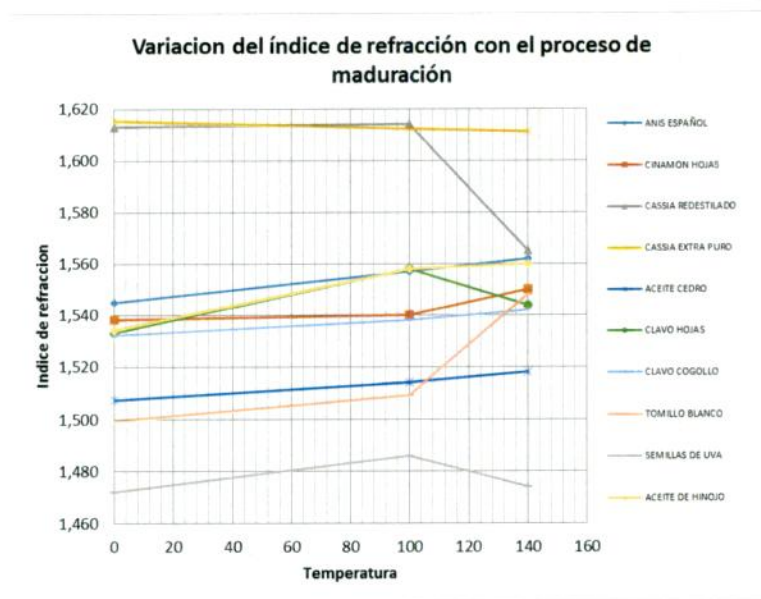


Figura 2. Índices de refracción promedio antes, durante y después de rampa de calentamiento a 10°C.

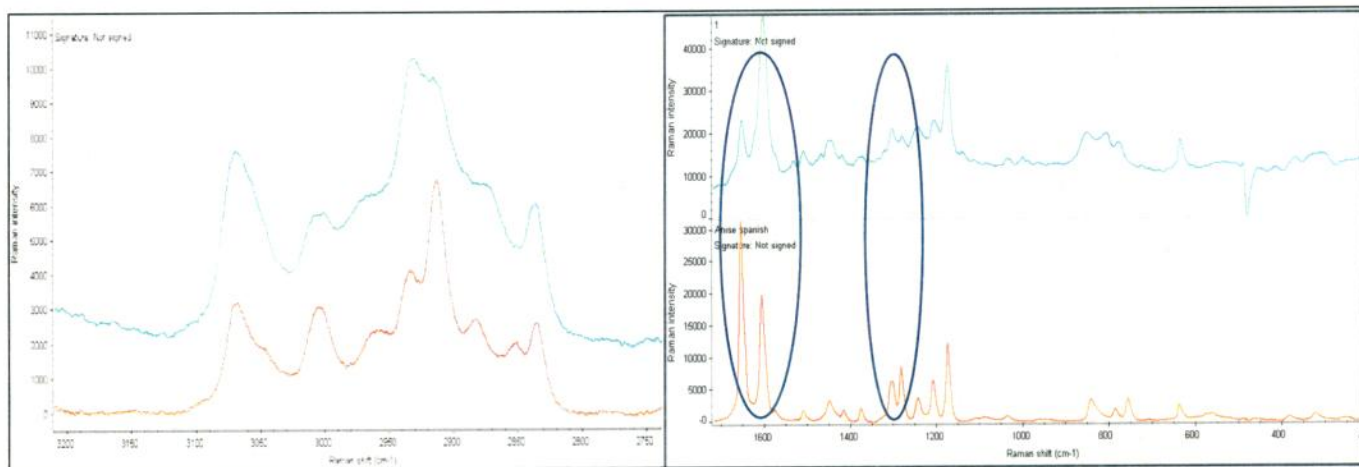
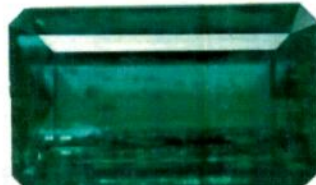
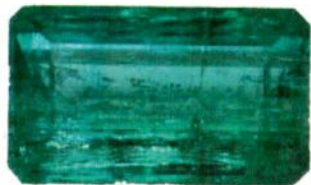


Figura 3. Espectros infrarrojos de las muestras estudiadas.



a) GEMA ANTES DEL TRATAMIENTO

b) GEMA DESPUÉS DEL TRATAMIENTO

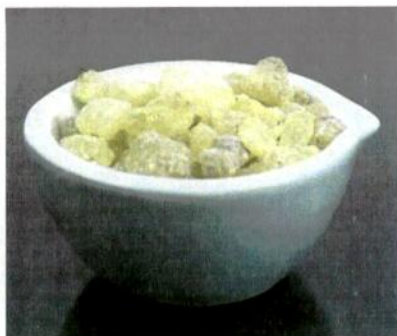
Figura 4. Ejemplo 1 de muestras a) sin tratamiento y b) con tratamiento



a) GEMA ANTES DEL TRATAMIENTO

b) GEMA DESPUÉS DEL TRATAMIENTO

Figura 5. Ejemplo 2 de muestras a) sin tratamiento y b) con tratamiento



RESINA-GOMA DAMAR



RESINA- GOMA DAMAR
BLANCA: INDONESIA

Figura 6. Resina Damar como se presenta a nivel comercial. Se prefiere la resina blanca de Indonesia.

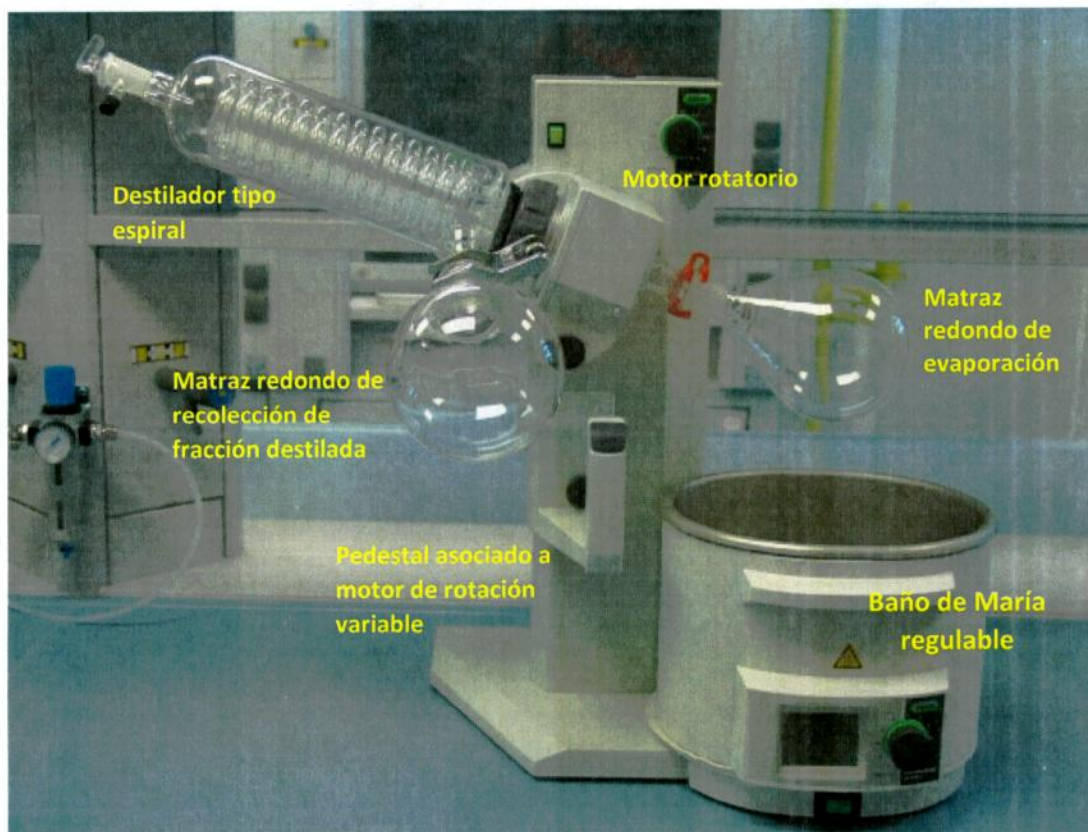


Figura 7. Rotavapor, donde se indican sus principales componentes Es útil para la evaporación del solvente en el cual se mezclan las dos sustancias, que constituyen el producto, con el fin no solo de evitar su evacuación hacia el ambiente, sino para recuperar buena parte que puede reutilizarse

REIVINDICACIONES

1. Nuevo producto que consiste en una mezcla de resina natural terpénica, con anetol, con el propósito de ser usada para el tratamiento o relleno de fisuras en esmeraldas.
2. De acuerdo a la reivindicación 1, el producto está caracterizado por tener un índice de refracción cercano al de la esmeralda (1.57), con el propósito de producir el efecto físico de desaparición de la fisura y mejorar su presentación.
3. Teniendo en cuenta las reivindicaciones anteriores, la concentración de anetol para una óptima retención de la mezcla dentro de las fisuras está en el rango de 10 a 30% en volumen con respecto a la resina.
4. El procedimiento para el correcto uso consiste en la disolución de la resina terpénica en tetrahidrofurano u otro solvente apropiado para este tipo de resina, mezcla con el volumen indicado de anetol, y separación del solvente mediante un equipo rotavapor.

RESUMEN

La presente invención proporciona una composición novedosa para el tratamiento de fisuras en esmeraldas, que permite mejorar su presentación. La composición no utiliza sustancias sintéticas o producidas en un laboratorio. La composición tiene un índice de refracción cercano lo más posible al de la esmeralda, con el propósito de que la fisura no sea visible, con una viscosidad adecuada, para que no se descargue fácilmente, con una buena duración ante agentes de deterioro, produciendo una mejora sustancial en la presentación de la gema.

El presente producto intenta sustituir el uso de resinas epóxicas para el tratamiento de las fisuras en esmeraldas, las cuales son productos sintéticos, usados como pegantes, y no aceptados actualmente en el comercio de las esmeraldas.

METODO DE PREPARACIÓN DEL NUEVO PRODUCTO

Se ha descrito hasta este punto, la selección, a través de diferentes pruebas, de los productos naturales que se utilizarán como componentes de la nueva sustancia que se propone para el tratamiento de las esmeraldas: ésta consiste en una mezcla de anetol (componente principal del aceite de anís o de hinojo), con una resina de tipo natural (damar).

Se ha hecho el respectivo seguimiento de su comportamiento ante agentes de deterioro, básicamente humedad, temperatura y luz ultravioleta, a través del análisis por espectrometría Infrarroja y Espectrometría Raman.

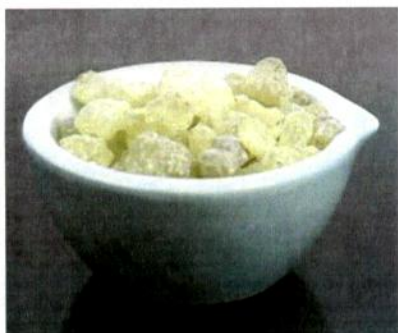
La mezcla se ha mostrado muy estable ante los agentes de deterioro, como se ha presentado en la descripción para la selección de las sustancias que la conforman

Después de los ensayos con diferentes proporciones de las mezclas, se seleccionaron en última instancia dos de ellas, las cuales consisten en una relación de resina /anetol de 80:20 y 70:30. Otras relaciones probadas cumplen bien con la función de "disimular" las fisuras, pero no se prefieren por problemas relacionados con la baja viscosidad, si se aumenta la cantidad de anetol, o de alta viscosidad si se aumenta la cantidad de resina

PROCEDIMIENTO

Se presenta entonces el siguiente procedimiento, con el fin de obtener el producto final, indicando que es realizado a nivel de laboratorio:

- A) La goma natural (o resina natural) Damar, se adquiere en el comercio tal como se presenta en la figura 6. Se aconseja simplemente disgregarla un poco para facilitar su disolución en el solvente tetrahidrofurano, en proporción de 1:25



RESINA-GOMA DAMAR



RESINA- GOMA DAMAR
BLANCA: INDONESIA

Figura 6. Resina Damar como se presenta a nivel comercial. Se prefiere la resina blanca de Indonesia.

- B) Se añade entonces el anetol de acuerdo a la mezcla que se desee preparar, teniendo en cuenta las proporciones indicadas como óptimas (funcionan muy bien 80/20, o 70/30).
- C) La mezcla se puede calentar al baño maría en una cabina de extracción adecuada para eliminar el solvente. Se recomienda no obstante utilizar un Rotavapor (figura 7) pues permite recuperar buena parte del solvente y al mismo tiempo se evita expulsarlo hacia el ambiente. La evaporación se mantiene utilizando un baño de maría regulable.
- El Rotavapor posee un motor rotatorio que hace girar el matraz de evaporación, con el fin de que la mezcla no se adhiera al matraz y que permita así mismo una evaporación suave. El solvente se recupera en el matraz redondo de recolección de la fracción destilada (ver figura 7), el cual está unido a un destilador tipo espiral que es el que permite condensar el solvente evaporado.
- D) Cuando cese la evaporación, se separa la mezcla, la cual está lista para su utilización como relleno de las fisuras.

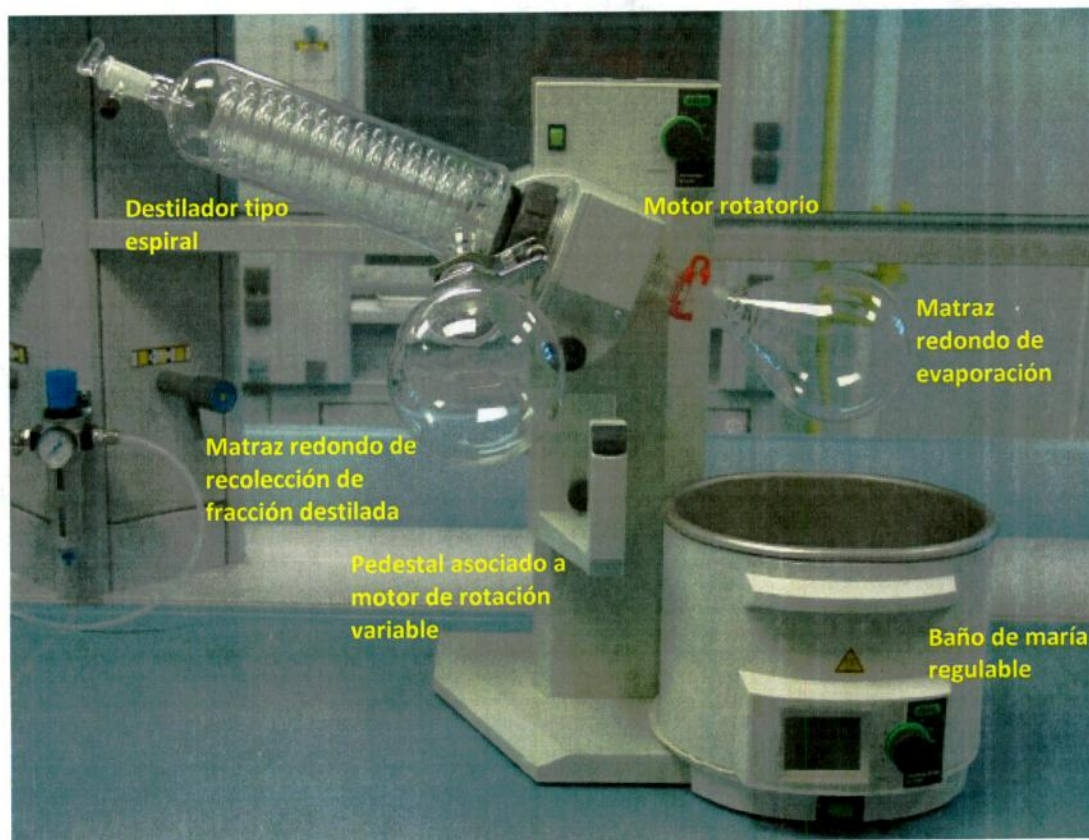


Figura 7. Rotavapor, donde se indican sus principales componentes

Actualmente se tienen varias muestras de esmeralda ya tratadas, y que permanecen con condiciones normales del ambiente, las cuales se han observado por más de 2 años.

Se presentan dos ejemplos (ver figura 4 y figura 5) de muestras con y sin tratamientos, advirtiéndose que la mejor observación es la que se hace sobre las muestras reales y con luz apropiada.