



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO

FACULTAD DE QUÍMICA

**Métodos de Control de Calidad en Materia
Prima en la Industria Cosmética**

T E S I S

Que para obtener el título de:

Q U Í M I C O

p r e s e n t a :

NORMA OFELIA LOBATON DIAZ



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.

INDICE

Introducción

Control de Calidad	1
1. Sinopsis histórica	1
a) Orígenes del control de calidad	1
b) Evolución del control de calidad	6
2. Generalidades	11
a) Concepto de calidad	11
b) Concepto de control de calidad	12
c) Objetivos del control de calidad	14
d) Métodos de control	17
1. Gravedad específica	18
2. Índice de refracción	20
3. Viscosidad	22
4. Punto de ebullición	24
5. Punto de fusión y congelación	25
6. Poder rotatorio	26
7. Espectros	28
8. Resonancia Magnética Nuclear	30
9. Colorimetría	32
10. Cromatografía	32
Análisis químicos	57
Análisis de diferentes agrupamientos químicos	59
Productos con varios agrupamientos	60
3. Análisis físicoquímicos	61
Conclusiones	
Bibliografía	

INTRODUCCION

La vida llena de confort es una realidad y el disfrute de bienes y servicios es motivo de orgullo. Será así pues el volumen de sa tisfactores y la inmensa variedad de éstas las que garanticen una vida en verdad envidiable.

La producción en masa aumentando ininterrumpidamente en volumen y diversificación necesita un consumo en masa, consiguientemente - tiene una población consumidora.

Es esta la razón que me ha llevado al presente trabajo: "La orien tación de lo que el consumidor debe exigir de los productos que - consume; en una palabra, su calidad".

La técnica moderna y su desarrollo han tenido como fundamento y - el progreso científico. El desarrollo económico basado en éste, le ha proporcionado al hombre por medio de su proceso de indus- - trialización, el conjunto de medios con los que sus necesidades - se han visto satisfechas y la sociedad actual considerada como in dustrializada, ha convertido en científica a la técnica moderna. Dentro de esta evolución técnico-científico-industrial, ha tenido y tiene excepcional importancia la institución "empresa", unidad representativa de todo el sistema por la que después de la Segun- da Guerra Mundial la economía mundial ha cambiado fundamentalmen- te en su estructura. Esto quiere decir que la empresa estaba has ta entonces centrada en la producción y que ahora su centro es el mercado. Es el paso del producto al consumidor. La transforma- ción de la economía de producción en economía de consumo que nos

permite comprobar que ahora mucho más que antes ésta no está al servicio del hombre, sino que éste está al servicio de la economía.

En la mentalidad del hombre moderno el progreso técnico ha creado una profunda convicción de suficiencia y autonomía.

No es el caso afortunadamente del científico sincero, del técnico con honestidad y de la empresa que se precie de serlo; lo es del hombre común, del que forma la opinión pública. Nos referimos a la gente, a la masa anónima en cuya conciencia se forman ideas y creencias que al generalizarse determinan los modos de pensar y las actitudes populares; así pues, la empresa como unidad económica-social en la que se desenvuelve el proceso productivo a través de la coordinación de capital, trabajo y dirección para lograr y obtener bienes y servicios socialmente útiles es responsable de su progreso técnico-administrativo porque esta es una condición de mayor eficiencia y de justicia social; la primera como requisito fundamental para que la calidad y los precios sean más favorables al bienestar de la sociedad; la segunda apoyando a la autoridad para prohibir la producción y venta a lo que a la luz de la moral daña, o perjudique a los consumidores. La economía no está al margen de la ética. La empresa está sujeta, una vez más a las exigencias del bien común.

Así pues, ¿por qué connotar despectivamente a la sombra de lo "natural" los productos sintéticos? ¿por qué la persecución de los mismos en aras de su autenticidad? ¿por qué la discriminación de

éstos pese a sus dotes de calidad?

Estas y varias interrogantes más serán el texto que en los siguientes capítulos se tratará de contestar a través de la descripción - de métodos analíticos de control, técnicas de evaluación, sistemas de aceptación y/o rechazos, de definición de características, de - estipulación de especificaciones y de determinación de cualidades.

CONTROL DE CALIDAD

1.-Sinopsis Histórica.-

- a).- Orígenes del control de calidad
- b).- Evolución del control de calidad

a).-Orígenes del control de calidad.- Hasta donde llegan nuestros co

nocimientos, nace la civilización en el período 4500 años antes - de Cristo, al asentarse en las orillas de los ríos y de las lagu- nas, los grupos nómadas; la distribución de labores y descubri- - miento agrícola, no conocido hasta entonces, crea aptitudes espe- cializadas que originan los conceptos sobre la distribución del - trabajo desarrollándose así, la medición del tiempo y la discipli- na interna de los grupos. Integrando al patrimonio del grupo las características artesanales de avíos de caza y pesca, las de uso diarios, como son: objetos de cocina y del vestido, los suntuo- rios y los usuales en la construcción.

La diversificación de productos, su carencia o abundancia determi- naban el trueque como nivelador del aprovisionamiento familiar, - creando así un índice de valores.

Para efectuar estas operaciones se abrieron brechas que desembo- caban en poblados, naciendo así la urbanización y la fortifica- - ción protectora. Consecuentemente a dichas obras, surge el concep- to de propiedad particular y el de servicios.

El intercambio de productos y conocimientos desarrolla el comercio y con ello se amplían los centros artesanales, aumenta la transpor- tación masiva de los productos. Así fluyen de Oriente las sedas y

especies; se introduce la aplicación del bronce, hierro y estaño a la metalisterfa, las telas teñidas con púrpura por los cartagine-
ses; los envases de hierro fabricados en Grecia; se acrecenta la -
construcción de armas y carros de guerra en Hatusa y en Menfis res-
pectivamente.

Por las continuas hambrunas se efectúan intercambios masivos de -
granos, aceites, carne preservada, quesos y otros productos alimen-
ticios; es constante del mercado de pieles, lana y algodón.

También se desplazan cantidades apreciables de materiales como ma-
dera, mármoles, jaspes y arcillas. El refinamiento acrecenta la de-
manda de aceites esenciales, resinas aromáticas, vinos, textiles y
joyas.

Así nace el concepto de "Industria", como una necesidad ingente pa-
ra el desarrollo de los pueblos; puesto que se preservan los ali-
mentos, se da mayor valor a los productos, se adecúan los materia-
les primarios y se abastecen de bienes de consumo que cubren las -
necesidades de la población.

El desarrollo industrial basado en la competencia origina un anhe-
lo perfeccionista. Si establecemos un orden cronológico, visualiza-
mos el perfeccionamiento de técnicas, o la aplicación de nuevos ma-
teriales, en las armas, vestido y formas de habitación. Esta evolu-
ción creciente en la superación de sus artículos es denominada "CA-
LIDAD". Este concepto influye decisivamente en el bienestar, arte,
cultura y desarrollo de los pueblos. Su nivel es plasmado y preser-
vado a través de normas incipientes con principios definidos y por

medio de conceptos éticos, estéticos, higiénicos, morales y legales.

En el Oriente en la región denominada como la media luna del fértil creciente, se encontraron 20 códigos, el más antiguo data de 4000 años A. C.; y entre ellos destaca el de Hamurabi cuya existencia se remonta a 1750 A. C.; éste dedica 183 de las 250 líneas cuneiformes, a establecer normas y a la certificación de contratos. La biblia Hebrea, plasma en sus primeros libros, el Levítico Números y los Reyes, normas sanitarias e higiénicas; medidas para la conservación de alimentos; para la construcción de habitaciones y templos, para el intercambio de granos, ganado y otros diversos productos.

En las tumbas faraónicas se encuentran similares documentos, los pictogramas demuestran la existencia de normas, con precisos datos sobre la fabricación del pan, del vino y de las construcciones; precisaron y reglamentaron la manufactura en telas de lino.

En China instituyeron asimismo la fabricación de la porcelana.

De los pictogramas ideológicos primitivos, nace la representación cuneiforme de los Sumerios en el año de 3600 A. C., estampado en tablillas de barro cocido, encontrado en Ur, se asientan transacciones, movimientos de mercancía, producción de granos, ganado, a ceite, lana y vino.⁽⁴⁾

Bajo los auspicios de los logros alcanzados en el renacimiento el trabajo de algunos artesanos se sublimiza para crear la obra artística propiciada por la clase de alto poder adquisitivo o reli-

gioso. Así vemos como se embellecieron las ciudades, se hicieron de uso común los artículos suntuarios, la calidad en la elaboración dá renombre a las ciudades manufactureras, mencionaremos solamente las armas de Toledo, el cristal de Bohemia. La calidad de un artículo queda asociado frecuentemente al nombre del artículo que lo produce, como es el caso de los violines de Stradivarius. Al amparo de artífices famosos, se reúnen artesanos especializados organizándose piramidalmente las labores según el grado de -- especialización. Con la aparición de los gremios se fijan los -- grados de aprendizaje, los que culminan en la maestría.

Esta estructura es adoptada por familias dedicadas a un oficio, -- guardando celosamente sus innovaciones o descubrimientos técnicos. Por otra parte el Comercio se organiza en Lonjas para la distribución de mercaderías especializadas, fijando como base de la transacción la calidad de los productos sea por su procedencia o por el renombre del productor. Otra aportación histórica al proceso -- económico actual es la creación de la moneda por los Ligios, adoptada rápidamente por los países mediterráneos, consecuencia de ello fue la conversión de valores a una escala de equivalencia, hecho que trajo consigo la creación y reglamentación de los sistemas de pesas y medidas.

Esta situación es revolucionada por el descubrimiento de América, la amplitud del mercado y la afluencia de nuevos productos incrementó el comercio, surgiendo en el intercambio sistemas evolutivos semejantes a los anteriormente indicados, pero con caracterías

ticas diferentes. La aportación de nuevos materiales, en cantidades masivas, aumenta la demanda de artículos terminados, lo que origina una revolución de sistemas de elaboración tomando lo mejor dentro de sus características, pero tratando de obtener la mayor cantidad en el menor tiempo, lo que influye en transformar las piezas artísticas en objetos esencialmente útiles, contribuyendo así a la despersonalización del producto. Este movimiento termina en la Revolución Francesa que proclama la libertad del trabajo y del libre comercio, las nuevas doctrinas filosóficas, éticas y estéticas, dan lugar a un nuevo sistema, el capitalismo y su teoría económica.

Dentro de este panorama crece la revolución industrial, dando paso al sistema fabril y con ello a la sistematización del trabajo. El maquinismo sustituye al trabajo artesanal del operario, se efectúa la diversificación industrial para fabricar elementos que requieren materias primas más adecuadas, dando lugar así a la creación de muestras tipo iniciales y finales de un proceso.

La falsificación o sustitución de materiales en las muestras tipo, causó innumerables problemas judiciales, por lo que se hizo necesario especificar con claridad cada una de las características de un artículo para mostrar su calidad.

Es así como 600 años después a través de múltiples vicisitudes, encontramos nuevamente el viejo patrón normativo de "CALIDAD", del antiguo código de Hamurabí, pero transformado en características específicas, de forma tal que no haya confusión en sus conceptos y

vertidos en forma codificada, evitándose así las dificultades y -- complicaciones de las transacciones en los contratos de compra-venta.

La interconexión fabril, la formación de complejos industriales y la presentación de productos en el mercado, hizo que estas especificaciones escritas fueran en medio de comunicación y entendimiento entre los factores de la producción; fueron tan usuales que en Inglaterra en el año de 1900, se procedió a codificarlas y arreglarlas bajo un sistema numeral de "Normas de Calidad", como un -- factor de su desarrollo interno; este sistema fue rápidamente adoptado por otros países como Francia, Alemania, Italia, Estados Unidos, pues llenaban grandes vacíos en la definición de las características de constitución y servicios de múltiples productos comerciales. En la actualidad todos los países del orbe manejan y procuran fijar normas de calidad acordes con su desarrollo industrial.

b).-Evolución del control de calidad.- Con el énfasis en la calidad -- sensorial surgió el problema de la relativa confiabilidad en las -- medidas sensoriales. En el pasado cuando la mayor preocupación era la seguridad, sanidad, identidad y cantidad, la aceptabilidad del producto tuvo que ser medida por métodos objetivos aún cuando fueran simples o complicados. Pero si un producto particular tenía el color correcto, la textura o el sabor no eran críticamente importantes y podían ser evaluados subjetivamente por un inspector. Sin embargo, un atributo sensorial podía fácilmente causar la dife

rencia entre que un producto se vendiera con ganancia o no; una ligera desviación subjetiva por un inspector por ejemplo al evaluar el color rojo en el jugo de tomate, podría causar que el producto fuera aceptable, es decir que llenara los standards; o ser calificado como inferior al standard.

Esta era una decisión demasiado crítica como para ser dejada al antojo del juicio de algún inspector. Así los años 30's vieron el comienzo de un esfuerzo substancial en el desarrollo de métodos objetivos para medir los atributos sensoriales de calidad.

Este esfuerzo alcanzó su auge en los años 1960 y todavía continúa. El desarrollo de grados y standards de calidad fue paralelo al desarrollo de la tecnología.

Así no muy atrás del desarrollo de métodos objetivos-subjetivos para controlar la calidad, vino la necesidad de desarrollar procedimientos para la vigilancia estrecha del uso de una lista cada vez mayor de substancias que podían ser usadas en varias formulaciones, pero sólo hasta un límite dado. Ahora, además de producir y mantener cualidades, la industria debe también proteger al consumidor, de un número cada vez mayor de productos químicos, todos los cuales tienen diferentes tolerancias y de aquellos que se sospecha que son cancerígenos y que tienen una tolerancia cero.

Mientras los gobiernos y las industrias han estado luchando con este problema viejo-nuevo, de los aditivos, otro problema aún más antiguo comenzó a ganar reconocimiento. Con la publicación por la Academia Nacional de Ciencias en 1967 del primer volumen sobre -

las sustancias tóxicas que se encuentran naturalmente en los alimentos, se desarrolló una mayor conciencia del hecho de que hay - pocos, -ei hay algunos alimentos naturales que no contengan en alguna cantidad ciertas sustancias naturales que de haberse agregado como aditivo, habrían dado como resultado de tal producto pre-parado no hubiera sido admitido para ser comercializado. Sin ser ilógicos, hay ahora una gran preocupación acerca de los compues--tos tóxicos naturales que puede ser necesario en un futuro cerca--no someter las nuevas variedades y razas desarrolladas a bioensa--yoe estrictos antes de colocarlos en la lista de sustancias generalmente reconocidas como seguras.

Quizás como un resultado del esfuerzo de comercialización nacido por la proliferación subsecuente de productos, obtenidos por di--versidad de métodos, la reacción vino en forma de "consumismo", - el cual a pesar de mucha confusión e innecesaria acumulación de a-busos en todas direcciones, se lae arreglo para redirigir la in--vestigación y desarrollo desde simplemente nuevos productos aque--llos que fueran más sofisticados también. Aparentemente sin inten--ción, este deseo primero y más fuertemente expresado por los abanderados de los consumidores, de tener productos mayores y más in--formación sobre su composición ha resultado ser de cuestionable -valor en relación con su pretendido propósito, pero de incuestio--nable valor de ventas para el segmento de cada industria. Los re--sultados finales, por supuesto son más costos y la necesidad de - un control de calidad más estricto sobre los constituyentes decla

rados en las etiquetas de cualquier producto.

Mientras el movimiento del consumidor está enfatizando las ventajas cuestionables de los alimentos y fragancias "naturales" y "orgánicos" y en general, el regreso a la naturaleza, más científicos reconocidos han comenzado a alarmarse por la proporción rápidamente en aumento de la utilización de recursos limitados y el crecimiento incrementado de la población, con el desperdicio concomitante y contaminación ambiental. Así, antes la eliminación de los desperdicios sólidos y líquidos era algo incidental que requería atención, ahora han llegado a ser áreas de atención y esfuerzo principal, particularmente en la industria alimenticia y de fragancias, a causa de la naturaleza de los productos, antes y después de ser consumidos. En este momento los desechos, la contaminación y en general el control ambiental son preocupación de cualquier organización de calidad, la Agencia de Protección Ambiental rivaliza con la Administración de Alimentos y Drogas en redactar e intentar la ejecución de reglas, regulaciones, lineamientos, todas las cuales deben ser adoptadas por la industria alimenticia y de fragancias.

Otras agencias han llegado a estar involucradas con la evaluación de la calidad y las garantías de calidad de tal forma que, en estos tiempos de cambios estas industrias están tan involucradas en cumplir o intentar cumplir directrices a veces conflictivas de diferentes agencias, que hay poco tiempo si acaso para continuar prestando atención a materias de calidad sensorial. Podemos por

lo tanto concluir que la dirección de calidad y garantía de calidad se ha vuelto nuevamente rigurosa y está ahora preocupada primordialmente por alcanzar las regulaciones gubernamentales obligatorias y solamente si el tiempo lo permite, en desarrollo y mantenimiento de productos de más alta calidad nutricional y sensorial. Los problemas más recientes que encaran los ingenieros de calidad son la escala de costos y la disminución en la asequibilidad de la energía. La conservación de la energía es ahora una primera prioridad que ha dado como resultado la flexibilidad de algunas regulaciones obligatorias e indudablemente afectará la calidad sensorial de los productos, hasta cierta medida. Así por ejemplo, después de décadas de esfuerzos por la industria de alimentos congelados para mantener a bajas temperaturas el ambiente para todos los alimentos congelados, todo el tiempo, y justamente cuando estos esfuerzos comenzaban por alcanzar casi el éxito total la limitación energética resultará indudablemente en renovadas flexibilidades de la regla de bajas temperaturas. Los intentos para conservar energía resultarán seguramente en nuevos esfuerzos para obtener preservación de alimentos que no requerirán tanto calentamiento y/o enfriamiento. Esto a su vez llevará a más regulaciones en relación al mantenimiento de la calidad. Situación tal que permitirá que demandas adicionales sigan existiendo, así como la pequeña banda de devotos científicos e ingenieros de alimentos y -- fragancias de las industrias, gobiernos y universidades.

2.-Generalidades.-

- a).- Concepto de Calidad
- b).- Concepto de Control de Calidad
- c).- Objetivos de Control de Calidad
- d).- Métodos de Control
 - 1.- Físicos.
 - 2.- Químicos.
 - 3.- Físico-químicos.

a).-Concepto de Calidad.- El hombre aparece en la tierra con sus necesidades, mismas que cubre espontáneamente con satisfactores tomados de la naturaleza. En esto no se diferencia de los demás seres; como éstos, forma unidad con el todo. La diferencia aparece cuando se da cuenta de ello, cuando tiene "conciencia", cuando advierte que determinado objeto cubre sus necesidades, y que la búsqueda de la satisfacción de éstas le procurará un bienestar de calidad.

El proceso del conocimiento es así un ciclo completo, se parte de la necesidad, se busca la satisfacción en una fenomenología intencional; lo sensible tiene que ser ahora inteligible y las necesidades iniciales tienen que ser plenamente definidas a través de la investigación; sólo así la calidad habrá quedado plenamente definida.

La calidad interpretada en forma fundamental, significa "todo el

conjunto de cualidades y particularidades de cada persona y cada cosa".

La calidad referida al concepto generalizado especialmente por los medios obscurantistas se define como "un mísero patrón de cualidades mínimas que pueden darse fácilmente y sin mucho esfuerzo a cambio de poco dinero".

Y la calidad deducida de la técnica impugnada, generada e inspeccionada la proclama como: "el conjunto de características particulares de cada producto con grados de aceptabilidad tales que resulten significativos para el individuo".

Comunmente se piensa en calidad como un grado de excelencia, no obstante el nivel o la excelencia de un producto se puede considerar como el promedio o el nivel medio de calidad requerido en el mercado y no necesariamente como el más alto grado de calidad posible de obtenerse sin tomar en cuenta los costos.

Así pues de lo anterior se deriva que la calidad total de un buen producto deberá ser analizada en base a los atributos que lo componen, cada uno de los cuales deberá medirse y controlarse independientemente. A medida que se defina más completamente y con mayor precisión un atributo, aumentarán las probabilidades de encontrar un método instrumental satisfactorio para éste.

- b).-Concepto del control de calidad.- Del simple hacer el hombre avanza hacia el saber hacer; de la espontaneidad, a la voluntariedad y a la tecnología; el hombre ya no solamente busca que la na-

turalaleza espontáneamente le entregue sus riquezas inmediatas, la fuerza a entregarle lo mediato, todo lo que tiene. De la búsqueda del qué, de las cosas fácilmente se encamina al por qué. Por supuesto, en este impulso el hombre empeña algo muy profundo de su propio ser, la razón, quiere que la naturaleza responda a sus preguntas, pretende que sea razonable como el propio hombre lo es. - El hombre dá entonces un paso gigantesco, se encamina hacia la - producción voluntaria y consciente de satisfactores. Va a forzar a la naturaleza a que produzca conforme a esa voluntad consciente. La calidad se desarrolla, y el control la verifica.

El concepto de control de calidad es un lenguaje sencillo, es el concepto de evitar que se produzcan defectos. El control referido a lo preventivo.

El concepto de control de calidad dentro del ámbito normal de trabajo en un medio aún en desarrollo, significa componer los defectos producidos. El control de lo correctivo.

La realización del control si se analiza, requiere previsión, es decir, optar por evitar defectos antes que dejar que se produzcan y tratar luego de corregirlos de la mejor manera.

Expresar la táctica fundamental de regular los hechos y no permitir ser arrastrado por ellos.

Recientemente el término "garantía" ha venido a substituir la palabra "control", particularmente en los departamentos de control de calidad de las grandes corporaciones, cuya función y posición dentro de éstas están al mismo nivel que los otros departamentos

principales con acceso directo a la alta gerencia. Es particularmente inapropiado subordinar al control de calidad a la producción, debido a que sus funciones son diferentes y algunas veces incompatibles. El sistema de control de calidad igual que el proceso de producción debe ser dirigido a cumplir con las especificaciones del consumidor. De lo anterior se desprende que el ciclo de control de calidad debe comenzar y terminar con las especificaciones del cliente. El primer paso es determinar lo más preciso posible en términos de cualidades, exactamente lo que el comprador necesita, el siguiente paso es preparar instrumentos y procedimientos por medio de los cuales se pueden medir éstas de forma tan exacta y precisa como sea posible, tratando de usar los procedimientos más simples, rápidos y baratos, y dando prioridad a los métodos objetivos. Por último se debe elaborar un plan de muestreo que provea la máxima información al menor costo.

Un sistema completo de control de calidad debe ser capaz de proveer suficiente información a través de tablas y cuadros de predicción para conocer la calidad del producto final mediante las medidas obtenidas en puntos críticos del proceso, empezando con la inspección y aceptación de la materia prima.

c). Objetivos del control de calidad. - Es muy común que al control de calidad se le considere una especie de policía al que se le ocultan algunas acciones y del que es necesario cuidar de suministrar cierta información. ¡nada más falso! el control de calidad en cualquier industria es un órgano más dentro de la empresa que ayu

da a resolver problemas en la producción y en el desarrollo de nuevos productos, mejorar los procedimientos de fabricación y de ensayo, ayudar a participar en encontrar las fallas para corregirlas. De hecho, la administración de un control de calidad efectivo necesita una dirección clara, una política coordinada y un entrenamiento eficiente en la metodología aplicada, para cuya cabeza debe escogerse una persona altamente calificada.

Por otro lado, tal departamento no funcionará bien si no hay entendimiento de la labor de control entre las personas involucradas en el manejo de una fábrica en su producción.

La persona al frente de este departamento, puede fácilmente caer en la rutina de hacer sólo trabajos de inspección y de prueba de materiales siguiendo las normas establecidas por su propia empresa; cumpliendo las normas exigidas por las instituciones gubernamentales encargadas de vigilarlas; ajustandose a las normas pedidas por organismos naciones de ciertos países o por organismos internacionales; cubriendo los requisitos de normas exigidas por clientes diversos generalmente compañías de elevada capacidad tecnológica; de acuerdo a la comercialización regional, nacional o internacional de sus productos elaborados.

Sin embargo, hay que revisar periódicamente los diseños, los métodos, los sistemas, los costos, el mercado, los proveedores, etc., para buscar siempre el punto de equilibrio en la razón, calidad y confianza, con el costo y la función del objeto producido.

Hay que tener en cuenta siempre que el material producido sea a-

tractivo para el comprador y que cumpla los fines para los que -
fue diseñado, dentro del período razonable de resistencia entre -
el tiempo en que fue fabricado y en que se deteriore o se consume.
El trabajo de diseñar un nuevo producto o mejorar uno ya existente
es de equipo y no unilateral. Además del departamento de con--
trol de calidad intervienen el de desarrollo y el de investiga- -
ción mancomunadamente con el mercado y ventas.

Al terminar tales estudios, intervienen el de costos y el de pro-
ducción que en conjunto son manejados por la dirección y la admi-
nistración de la empresa.

Es muy importante evaluar la confianza que el consumidor tenga en
el objeto producido, para evitar las reclamaciones. Es decir no -
hay que correr el riesgo de esperar a que el consumidor encuentre
pronto las fallas del producto para corregirlas, tal política -
traería como consecuencia el descrédito del fabricante y la pérdida
de confianza en el producto.

Al establecer las especificaciones en cualquier norma de calidad,
es indispensable conocer: a) el tipo de maquinaria usada en la -
producción, b) la calidad de materia prima disponible, c) la pre-
cisión de los instrumentos de control y d) la exactitud y repro-
ductibilidad de los métodos de ensayo usados.

Ahora bien ¿Cuál es la mejor organización para un departamento de
control de calidad?

La respuesta no es definida por que dos compañías del mismo ramo
no tienen la misma estructura; lo que es un éxito en una, puede -

fallar en otra pues las características de instalaciones, tecnología y personal son diferentes; al igual que las políticas de administración y el sello individual que les imparten quienes están en los puestos ejecutivos de primero y segundo orden en cada departamento. Aquí intervienen el empuje, la decisión y la inventiva de cada individuo.

Una gran ventaja es al menos, conocer los problemas y la tecnología de cada compañía.

d).-Métodos de Control.- Para verificar la pureza o autenticidad de un producto, la medida de las constantes físicas casi siempre es insuficiente.

Una substancia puede tener una densidad, un índice de refracción, una rotación óptica correctos y aún así no está pura.

Asimismo se puede falsificar una mezcla o aceite esencial de tal forma que las medidas físicas normales queden en los límites admitidos.

Para verificar esta pureza se hacen tres tipos de análisis.

- 1) Análisis Físicos
- 2) Análisis Químicos
- 3) Análisis Físico-Químicos

1) ANALISIS FISICOS

Primeramente son todas las medidas de constantes físicas posibles.

Se ha establecido para los productos sintéticos y naturales, límites admisibles que deben ser respetados.

Las constantes físicas son la ficha de identidad de un producto o una mezcla, y permiten caracterizarlo, analizarlo y reproducirlo. Entre las numerosas medidas de constantes físicas, se utilizan - principalmente:

- 1.- Gravedad específica
- 2.- Índice de refracción
- 3.- Viscosidad
- 4.- Punto de ebullición
- 5.- Punto de fusión y congelación
- 6.- Poder rotativo (Rotación óptica)
- (°)7.- Espectro: IR, UV.
- (°)8.- Resonancia magnética nuclear (RMN)
- 9.- Colorimetría
- (°)10.-Cromatografía

1.-Gravedad específica.

No confundir gravedad específica y masa específica (o peso específico de un cuerpo).

Masa específica.- Es la masa de un volumen determinado de un cuerpo a una temperatura fija.

Peso específico = Masa específica por aceleración terrestre.

Comunmente se confunde más el peso, pero en física se distingue - netamente la diferencia. La unidad utilizada es: gr/cm^3

(°)7, 8 y 10 Pueden considerarse como análisis físicos o químicos.

Gravedad Específica.- Es la relación entre la masa de un cuerpo y la masa de otro de igual volumen y temperatura determinada. El cuerpo de referencia es el agua a temperatura fija que cambia según la región. Se ha determinado que su masa específica es de 1.000, como es una relación no hay unidad.

Ejemplo:

Etanol	$d_{4}^{20} = 0.7893$
Metanol	$d_{4}^{20} = 0.7914$
Terpineol	$d_{25}^{25} = 0.931 - 0.936$

En el comercio a veces se usan medidas antiguas para ciertos productos.

Ejemplo:

H_2SO_4 en grados Beaumé.

Grados Beaumé pesados para líquidos más pesados que el agua.

$$0^\circ = 1.000 \text{ gr/cm}^3 \text{ (agua a } 4^\circ\text{C)}$$

$$66^\circ = 1.835 \text{ gr/cm}^3$$

Grados de Beaumé ligeros para líquidos más ligeros que el agua.

$$0^\circ = 1.073 \text{ (solución cloruro de sodio al 10\%)}$$

$$60^\circ = 0.745$$

Conversión de grados Beaumé pesados en masa específica:

$$\text{Masa específica} = \frac{145}{145 - \text{°s Beaumé}}$$

Sosa cáustica en °s Twaddel (Gran Bretaña)- El instrumento de medida (aerómetro) está graduado de tal forma que los °s Tw multiplicados por 5 y añadidos a 1,000 dan la masa específica. Ejemplo:

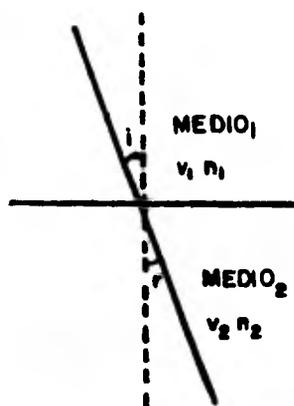
$$48^\circ\text{Tw} = 48 \times 5 + 1,240 \text{ kg/m}^3 = 21.7\% \text{ sosa cáustica}$$

Instrumentos.- Picnómetro, aerómetro, balanza de Westphal.

2.-Indice de refracción.

Principio - La rapidez de la luz (c) varía según el medio atravesado. Tenemos que : velocidad de la luz en el vacío = $\frac{c}{v} = n$

Un rayo luminoso que pasa de un medio a otro es refractado o reflejado.



i = ángulo de incidencia

r = ángulo de refracción

Hay que: $v_1 n_1 = v_2 n_2 = c$ de donde

$$\frac{v_1}{v_2} = \frac{n_2}{n_1} = n$$

Experimentalmente se demuestra que:

$$\frac{\text{sen } i}{\text{sen } r} = n$$

en el vacío $n = 1$ porque $v = c$

en el aire $n = 1$ (1,00029)

De donde si se compara un producto con el aire se obtiene:

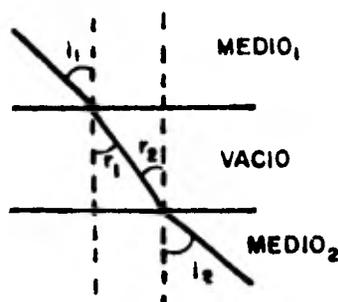
$$\frac{v_1 \text{ en el aire}}{v_2 \text{ en el prod.}} = \frac{n_2}{n_1} = n$$

La relación n representa el índice de refracción del producto.

Si un rayo atraviesa 3 medios en el vacío, se tiene:

$$\frac{\text{sen } i_1}{\text{sen } r} = \frac{1}{n_1}$$

$$\frac{\text{sen } r}{\text{sen } i_2} = \frac{n_2}{1}$$



O sea: $\text{sen } i_1 n_1 = \text{sen } i_2 n_2$

Si $n_1 n_2$ y se aumenta el ángulo i_1 , i_2 siempre será más grande que i_1 .

Si $\text{sen } i_2$ aumenta y disminuye el valor de 1, se tendrá:

$$\text{sen } i_1 = \frac{n_2}{n_1} \quad \text{sen } i_2 = 1 \quad i_2 = 90^\circ$$

En ese momento no hay más refracción, sino reflexión total. Entonces hay un ángulo i_1 límite.

Sobre este fenómeno está basado el refractómetro.

Refractómetro de Pulfrich:

Luz incidente

$$i = 90^\circ$$

n_1 = producto

n_2 = vidrio (conocido)

Se mide el ángulo i' y calcula n_1

Para evitar el cálculo se gradúa directamente en índice de refracción; este depende directamente del largo de onda de la luz, de la temperatura. Tenemos:

n_d^{20} = índice de refracción a 20°C con la raya D de la luz -

del sodio. Ejemplos:

n_d^{20}

Agua: 1,3333

Eter: 1,3525

Etanol: 1,3611

Diamante: 2,50

3.-Viscosidad.

Medida de dificultad de filtración de un cuerpo, esta dificultad es debida al deslizamiento y frontamiento entre las moléculas y las paredes del recipiente.

Siempre se ha hablado de coeficiente de viscosidad, es decir el factor.

Pasemos a demostrar que la filtración en un tubo es:

$$v = \frac{p}{\eta} R^4$$

v = velocidad

p = presión del líquido

R = radio del tubo

l = largo del tubo

η = viscosidad

Unidad de η = poise. Se usan los centipoise.

cm. seg

depende de la temperatura.

Aparato: Viscosímetro de Oswald.

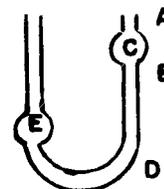
Se pone el líquido a medir en E, se comprime encima de A, se deja colar de C a E, y se mide el tiempo de paso de A y B.

$$t = \frac{k}{hd}$$

t = tiempo de colocación

hd = presión

k depende del aparato



Se hace una primera medida con agua pura a 20°C, se seca el aparato y se hace la medida con el líquido requerido.

$$t_o = \frac{k_o}{hd} \quad \text{agua}$$

$$t = \frac{k}{hd} \quad \text{el producto}$$

$$\text{de donde } \frac{t_o}{t} = o$$

La viscosidad del agua a 20°C, es igual a 1,002 centipoises.

De esta forma se calculará la viscosidad del líquido medido.

Ejemplos:

agua a 0°C = 1,798 centipoises

Heptano a 20°C = 0,409 centipoises

Etanol a 20°C = 1,200 centipoises

Glicerina a 0°C = 12110,0 centipoises

Glicerina a 20°C = 1290,0 centipoises

En ciertos países se usan otras medidas de viscosidad:

a) Viscosidad cinemática.-

Es la viscosidad por relación a la densidad del líquido.

1 centipoise = 1 centistoke por densidad.

b) Viscosidad Saybolt y Redwood.-

Se dá la viscosidad en segs en lugar de grs/cm.s.

Se tiene que definir siempre la temperatura. Ejemplos:

1 producto de 1.10 de densidad tiene una viscosidad de -

5,46 centipoises (cp), o sea:

$$5,46 \times 1,1 = 6,00 \text{ centistokes}$$

Para las otras viscosidades se mira en las tablas de conversión:

centistokes	segundos	segundos	centipoises
	Saybolt	Redwood	
	a 130°F	a 140°F	
6,00	45,6	5,46	

4.-Punto de Ebullición.

Si se calienta un líquido, su temperatura aumenta, la cantidad de calor contenida en el líquido aumenta y éste se evapora. Si en un momento dado la evaporación aumenta más, pero la temperatura permanece constante, se alcanza el punto de ebullición.

Si se tiene un barómetro con columna de mercurio, y se añade una gota de éter sobre la superficie del mercurio, la columna baja -- por la presión de vapor de éter, si se consigue añadiendo éter la columna seguirá bajando hasta un punto en que permanece estable.

Si se añade más éter, se observará que queda líquido, si se disminuye el volumen, la presión es la misma, pero hay más éter líquido, a ésta presión se le llama presión de vapor saturada.

Cuando la presión de vapor saturada de un líquido es igual a la presión de vapor de su superficie, entra en ebullición (burbuja de vapor atraviezan el líquido y se escapan.)

Si se disminuye o aumenta la presión de vapor de su superficie, entrará en ebullición a una temperatura más o menos elevada.

Ejemplos:

Presión	Agua	Etanol	Acetato de Citronelilo
1 mm	-17.3° C	-31.3°C	74.7°C

10 mm	11.3°C	- 2.3°C	113.0°C
100 mm	51.6°C	34.9°C	161.0°C
760 mm	100.0°C	78.4°C	217.0°C
7600 mm	180.5°C	----	----

Actualmente hay tres escalas de temperatura:

Grados centígrados o celsius = °C

Grados fahrenheit = °F

Grados kelvin (°s absolutos) = °K

Conversiones:

$$^{\circ}\text{C} = ^{\circ}\text{K} - 273$$

el 0 absoluto está a -273.15°

$$^{\circ}\text{C} = (^{\circ}\text{F} - 32) \frac{5}{9}$$

Cualquier impureza aumentará el punto de ebullición.

Instrumentos - Termómetros + barómetros (manómetros).

Para un punto de ebullición a cierta presión se tiene:

$$E_{b_{100}} = o_{P.B.100} = (\text{Inglés } B.P._{100} \text{ tocas: } S.P._{100})$$

La presión es dada en mm o en TORR (1 TORR = 1 mm de mercurio)

Existe la tendencia a que todas las unidades se den en el Sistema Métrico Decimal.

5.-Puntos de Fusión y Congelación.

Si se calienta un sólido cristalizado su temperatura aumenta, si en un momento dado se vuelve constante, el sólido se funde, al estar el sólido totalmente fundido, la temperatura aumenta de nuevo. El nivel AB es el punto de fusión característico del producto pu-

ro. Si se reenfria un producto fundido, éste puede quedar líquido por debajo de su punto de fusión.

Si se tiene una sobre fusión: una vibración, una cuenta de cristal puede desencadenar la cristalización rápida del líquido: la temperatura aumenta (C a AB) y alcanza el punto de fusión: este es el punto de congelación (más preciso que el punto de fusión -- por debajo de los 50°C).

Una impureza disminuye el punto de fusión o congelación: criterio muy sensible de la pureza de un producto.

A veces un producto tiene varios puntos de fusión porque cristaliza en sistemas cristalinos diferentes, o porque la molécula puede tener varias formas. Ejemplos:

Acido Cinámico

	Cis	Cis	Trans (comercial)
Punto de fusión	42°C	68°C	135°C

Un producto líquido no cristalizado (Ejemplo: vidrio, materia -- plástica) no tiene un punto de fusión preciso; a veces se dá una temperatura de reblandecimiento, pero ésta puede no ser precisa.

6.-Poder rotatorio.

La luz vibra en todos los planos. Si se hace pasar en ciertos -- cristales (calcio) no vibra más que en un plano, o sea está polarizada.

Este fenómeno sucede cuando hay reflexión total en una superficie,

o sea que: $i + r = 90^\circ$

$i = i'$

Por ejemplo: hielo, camino húmedo.

Ciertas sustancias pueden cambiar el ángulo del plan de polarización, éstas son las ópticamente activas.

Esta rotación óptica es característica de un producto puro, y permanece igual a la dada por el espesor del producto y una concentración fijas.

Esta rotación puede ser: dextrógira - derecha
levógira - izquierda

Todo el producto dextrógiro tiene un isómero levógiro.

Si se mezclan cantidades iguales de isómero derecho e isómero izquierdo, se obtiene una mezcla racémica (ángulo de rotación = 0).

α_D = rotación a 20°C de la raya D del espectro de vapor del sodio
 (5893 Å) Unidad: °s arco

Ejemplo: Limonene

	20	d	1	d1 (dipenteno)
	d	+125,6°	-122,1°	0

Los productos naturales son casi siempre ópticamente activos.

Ejemplo:	d	- limonene	en la escala de la naranja	
	d	- carvone		carvi
	l	- carvone		menta crespa

Instrumentos - polarímetro o sacarímetro

Ciertos cristales (espato de Islandia: Calcita) son birrefringentes, es decir que por un rayo incidente, regresan 2 refractados.

(No difiere al seguir la dirección del cristal: estructura aniso-

tropa)

NICOL- Tuvo idea de separar los rayos refractados y utilizar uno solo que es de la luz polarizada.

El corte está hecho de tal manera que r_1 atravieza un segundo NICOL, en donde el plan de polarización es de 90° con el primero, - habrá extinción total.

Entre 0 y 90° la extinción es progresiva según:

$$I = I_0 \cos^2 \theta \quad \theta = \text{ángulo de los 2 NICOLS}$$

I_0 = intensidad en la entrada del primer NICOL

I = intensidad en la salida del segundo NICOL

Si ponemos una substancia ópticamente activa entre los 2 NICOLS, ella habrá cambiado el ángulo que será medido al girar el segundo NICOL hasta extinción.

depende de:	- espesor de la capa del producto (10 cm)
	- concentración de la solución
	- temperatura (20°C)
	- longitud de onda de la luz

7.-Espectros.

Hay una fuente de luz (luz blanca), a través de una hendedura y - envía la imagen de la imagen de hendedura a través de un prisma, entonces se obtendrán varias imágenes de colores diferentes: violeta, verde, amarillo, naranja, rojo, esto es un espectro.

Si se tiene un metal o un gas puro incandescente, habrá siempre - los mismos rayos en el mismo sitio, esto es un espectro emisión -

característico de los metales o gases.

Ejemplo: Hidrógeno - 4 rayos intensos en lo visible

6592,7	A	rojo
4861,3	A	verde
4340,4	A	azul
4101,7	A	violeta

Con una hendidura un poco más larga, se obtendrá una faja continua de rojo a violeta. Si se pone una sustancia coloreada entre la hendidura y el prisma, se comprueban zonas de sombra en el espectro continuo, es un espectro de absorción, que depende del color y por consiguiente de la estructura molecular de las sustancias.

También puede ser:

$$A \text{ (absorción)} = \log \frac{I_0}{I} = adc$$

e = constante de logaritmos naturales 2,718

I = intensidad final

I_0 = intensidad inicial

d = espesor de la muestra

c = concentración

A = absorción

T = transmisión

Se tomará entonces una solución estándar conocida que se compara con la muestra (x) y habrá que:

$$A_x = ad_x c_x = ad_s c_s = A_s$$

Se preparan una serie de soluciones concentradas de 5 en 5% y se comparan con la muestra en el calorímetro.

Otra forma consiste en hacer pasar la luz monocromática a través de la muestra y de medir la luz transmitida con una celda fotoeléctrica.

En otro método más sensible se utiliza el espectrofotómetro que --
suministra las longitudes de onda del espectro y mide las --
(longitud de onda), más absorbidos.

En lugar de tomar una fuente de luz visible, se puede tomar la -
luz infrarroja (invisible, rayos caloríficos, etc.), obteniéndose
se así el espectro de absorción infrarrojo (IR), mismo para una -
sustancia incolora.

Igual para la luz ultra violeta (UV).

El espectro IR es muy importante porque las fajas de sombra de-
penden de los agrupamientos químicos de la molécula. Los UV tam-
bién pero con menos precisión.

8.-Resonancia Nuclear Magnética.

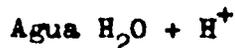
Es el medio más moderno para estudiar la estructura molecular de
una sustancia.

Principio.- Está basado sobre un fenómeno nuclear.

Ciertos núcleos de átomo (ejemplo: protón = núcleo de hidrógeno),
están cargados eléctricamente y giran sobre ellos mismos, genera-
do así un campo magnético. Comportándose entonces como macroima-
nee (tienen un momento magnético).

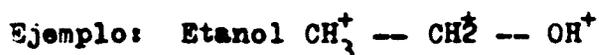
Si se les mete en un campo electromagnético que gira sobre un plan perpendicular al campo fijo, y se le cambia su frecuencia, en un momento dado el microimán desviado regresará a su lugar absorbiendo o liberando energía. Este microimán no puede tomar más de 2 posiciones y la energía es absorbida o emitida al pasar de posición a otra, éste fenómeno es observado cuando la frecuencia de energía del campo electromagnético, entonces se dice que están en resonancia, de ello el nombre de resonancia magnética nuclear.

Ejemplo:



El imán fija = 10 000 gauss

El núcleo de hidrógeno tienen una frecuencia de resonancia de $40 \cdot 10^6$ ciclos/segundo (c/s), pero no es absolutamente fija, puede variar si el protón es rodeado por otros protones (por ejemplo en una molécula). Su límite de desplazamiento por rodeo son 400 c/s (se puede medir con una precisión ± 1 c/s), sea un rodeo partes por millón (p.p.m.).



Hay tres protones de agrupamientos químicos diferentes, por ello los tres picos de la gráfica. Como el C₁₂ y el O tienen momento magnético, los picos están formados por los protones, de esta forma se determina la estructura y la forma molecular de una sustancia pura.

Además se usan 2 tipos de análisis que permiten medir el color de un producto y los diferentes componentes de una mezcla.

Estos son: la colorimetría y la cromatografía en fase gaseosa.

9.-Colorimetría.

Para medir científicamente la intensidad de color de una sustancia o de una solución, nos basamos en la ley de Lambert que dice:

- Dos soluciones igualmente coloreadas y de igual espesor, absorben la misma fracción de luz.

A esta ley le añadimos la de Beer que afirma que:

- Esta fracción de luz absorbida es directamente proporcional a la concentración de la solución coloreada.

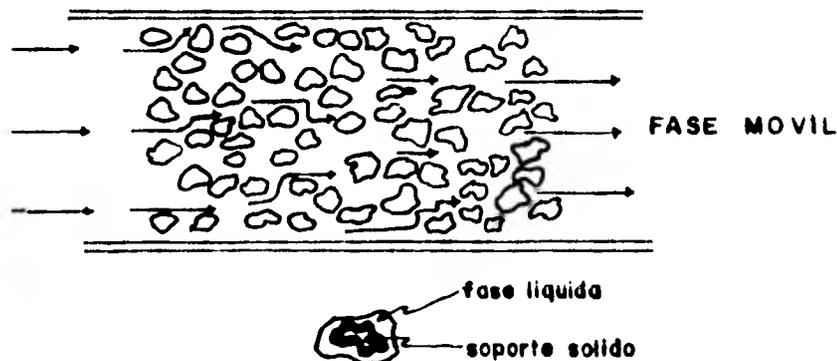
Se tiene:

$$\frac{I}{I_0} = e^{-Kdc} = T$$

O bien $\log \frac{I}{I_0} = -adc$

10.-Cromatografía.

Este método se emplea para verificar la pureza de un producto y consiste en la separación física de una muestra en sus componentes individuales. Siendo la base de esta separación la distribución de la mezcla en dos fases: una estacionaria y una móvil.



Clasificación de métodos de cromatografía.

FASE MOVIL	FASE ESTACIONARIA
Gas	Líquido
Líquido	Sólido
	Líquido
	Sólido

Para el caso específico de análisis de sabores y perfumes, el método generalmente usado es el de cromatografía Gas-Líquido, por lo cual nos referiremos únicamente al estudio de éste.

Cromatografía Gas-Líquido.- Se llama así a la operación de purificación basada en el siguiente principio: Si se hace pasar un producto en solución a través de una columna llena de polvo insoluble (alumina, celulosa, sílice, etc.), se comprueba que el solvente atraviesa más rápidamente este tipo de filtros que el producto en solución. En el caso de una muestra de diversos componentes, - las velocidades de migración de los constituyentes de ésta son diferentes, dependiendo del relleno utilizado y de la temperatura, - éstos llegarán unos a otros a la salida de la columna separadamente, obteniéndose así productos puros que detectados en el cromatógrafo de gases, son registrados para su lectura e interpretación.

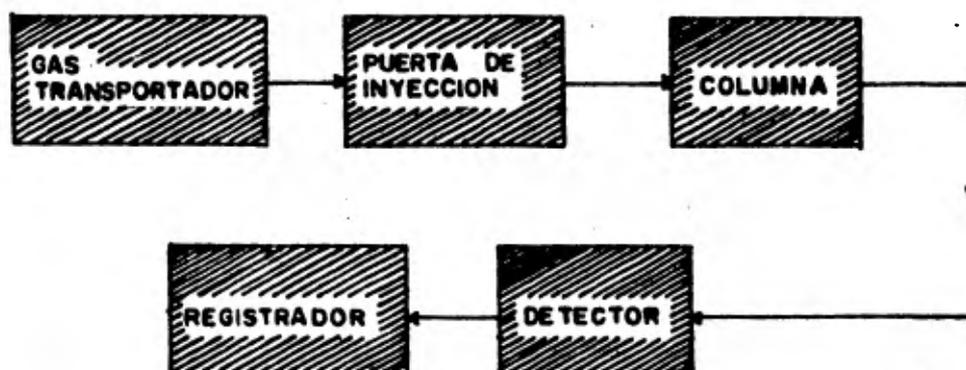
CROMATOGRFO DE GASES

1.- Descripción del aparato.- Consta de tres partes principales:

- a) Cámara de evaporación
 - b) Columna
 - c) Cámara de detección y registro
- a) Cámara de evaporación.- Es la puerta de inyección del apa

rato, donde se vaporiza la muestra y es arrastrada a la columna por el gas transportador.

- b) Columna.- Es un tubo largo empacado con un soporte sólido y una fase líquida. Donde la muestra es separada en sus componentes individuales.
- c) Cámara de detección y registro.- Es el lugar donde son detectados los componentes puros, mediante una señal eléctrica y posteriormente registrados en un cromatograma.



2.- Condiciones de operación.

- a) Cámara de evaporación.- El gas transportador es usualmente Hidrógeno o Helio mismos que se encuentran contenidos en cilindros a alta presión. Dicho gas fluye continuamente en la puerta de inyección, columna y detector. Debe ser puro, inerte y estable. La temperatura de la puerta de inyección debe estar de 20°C a 30°C arriba del punto de ebullición del componente menos volátil de la muestra.

Para muestras de gases la puerta de inyección puede estar a temperatura ambiente.

- b) Columna.- Consiste de un tubo, un soporte sólido y una fase líquida.

Tubo.- El material con que se fabrica puede ser Cobre, - Acero inoxidable, Aluminio o Vidrio. La longitud varía de unas cuantas pulgadas a más de 50 pies. Los diámetros más eficientes son de 1/8" y 1/4" para columnas analíticas y de un 1/6" para las capilares y finalmente la forma de la columna depende de la longitud del tubo y del tamaño del termostato.

Soporte sólido.- Es uno de los constituyentes del empaque de la columna, que reúne las siguientes características:

- 1.- Proporciona una superficie de contacto máxima entre - la fase líquida y el gas.
- 2.- Crear un medio inerte en el cual no reaccione o se absorva la mezcla.
- 3.- Ser de tamaño y forma regular para empacarse dentro - de la columna.
- 4.- Debe ser altamente resistente a la compresión.

El soporte sólido más utilizado, esta hecho a base de Diatomea (derivados de tierras diatomáceas), conocidas en el mercado como:

Soporte Sólido	Superficie	Inerte	Manejo	Resistencia	Uso
	de Contacto			a la Compre	
				sión	

Cromosorb P	Muy buena	Buena	Muy buena	Buena	No Polares
Cromosorb W	Regular	Muy Buena	Buena	Mala	Polares
Cromosorb G	Buena	Buena	Buena	Regular	Polares
Cromosorb A	Muy Buena	Buena	Muy Buena	Buena	No Polares

Fase líquida.- Es un constituyente del empaque de la columna. La selección de ésta depende del mecanismo de interacción con la muestra, presentándose 4 tipos de interacciones:

- 1.- Orientación o fuerza de Keesom. Provocan una gran solubilidad de la muestra en la fase líquida, es decir una interacción entre dos dipolos permanentes llamados Puente de Hidrógeno.
- 2.- Fuerzas de Dipolo Inducidos o de Debye. Provocan fuerzas de orientación más débiles. Aquí sólo la fase líquida tiene un dipolo permanente.
- 3.- Fuerzas de Dispersión o de London. Provocan fuerzas de atracción débiles entre todos los tipos de Átomos.
- 4.- Fuerzas de Interacción Química. A priori define el tiempo de retención o la solubilidad que se tendrá.

Si la interacción que predomina entre la muestra y la fase líquida es el Puente de Hidrógeno, la muestra y la fase líquida pueden clasificarse de acuerdo a la siguiente tabla:

- 1.- Compuestos que son capaces de formar fuertes Puentes de Hidrógeno. Agua, Glicoles, Hidroxiácidos y Polifenoles.
- 2.- Compuestos que pueden formar un sólo Puente de Hidrógeno. Estos tienen un átomo donador y un Hidrógeno activo necesario

para formar un Puente de Hidrógeno. Alcoholes, Acidos grasos, Fenoles y compuestos nitrados.

- 3.- Compuestos que no tienen Hidrógeno activo. Estos contienen un sólo átomo donador (O,N,F). Esteres, Cetonas, Aldehídos y Eteres.
- 4.- Compuestos que tienen solamente un Hidrógeno activo. Compuestos Aromáticos, Olefinicos, Hidrocarburos Alogenados.
- 5.- Compuestos que son incapaces de tener un Puente de Hidrógeno. Hidrocarburos Saturados, Mercaptanos y Sulfitos.

CLASIFICACION DE FASES LIQUIDAS COMERCIALES

A FASES LIQUIDAS POLARES.

FFAP Fase libre de Acidos Grasos

CARBOXAXES

VERSAMIDA

THEED TetraHidroxiEtileneDiamina

B FASES QUE PUEDEN FORMAR UN PUENTE DE HIDROGENO

TCEPE TetraCianoEtilatoPentaEritritol

XE-60

AMINA 220

C FASES QUE TIENEN SOLAMENTE ATOMOS DONADORES

POLIESTER Dinonilftalato

TCP TriCresil Fosfato

STAP Esteroides Fase Análisis

QF-1

DMS

D, E FASES LIQUIDAS NO SELECTIVAS, COMPLETAMENTE NO POLARES.

OV-101

DOW-11

SE-30

DC-20

Para una tabla más extensa, referirse al libro Basic Gas Chromatography de Bonelli y Mc. Nair.

La selección de la fase líquida es importante para tener una buena separación.

La columna es calentada para establecer un equilibrio entre el gas y la fase móvil. Pudiendo trabajarse a temperatura constante (Isotérmico) y con incrementos definidos en intervalos de tiempos determinados (programada).

TABLA. COLUMNAS MAS USADAS

Fuerzas de interacción	Fase Líquida	Temperatura	Observaciones
No Polar	SE-30 (OV-1)	100/350°C	Es un Polimero y uno de los más usados en la fase líquida.
	APIEZON-L	50/250°C	Es un hidrocarburo de alto peso molecular. Usado para separar Pesticidas, Esteroides, Hidrocarburos y Productos Naturales

Fuerzas de interacción	Fase Líquida	Temperatura	Observaciones
	ESCUALENO	20/125°C	Es un hidrocarburo ramificado de 30 Carbonos, muy utilizados para Gas Natural y Gasolina.
Semi-Polar	OV-17 (SE-52)	0/350°C	Es un Polisiloxano, que tiene un 50% de grupos metílicos y 50% de grupos fenílicos. Es usado en Esteroides, drogas y Pesticidas
	QF-1	0/275°C	Es otro Polimero del Polisiloxano. Una de sus cadenas tiene un grupo Trifluoropropil. Es usado en Pesticidas y Cetonas de alto peso molecular.
Polar	TRIS	0/175°C	Es el más Polar de la fase líquida. Disuelve selectivamente productos aromáticos de Parafina, Alcoholes de compuestos Olefinicos, Esteres, y Cetonas de cualquiera de otros.
- o -	PORAPAK Q	-80/225°C	Es un polimero poroso fabricado con Estireno y una pequeña cantidad de Divinilbenceno. Es usado para separar gases altamente estables y usado en separaciones de compuestos

polares y particularmente
agua.

5A TAMIZ -80/375°C
MOLECULAR

Es un absorbente sólido -
es usado para separar ga-
ses altamente estables. -
Argón de Oxígeno y Nitró-
geno de Oxígeno.

- c) Cámara de Detección y Registro.- Es el componente final del sistema de Cromatografía de gases. Mide la concentración de la muestra en el gas transportador y genera una señal eléctrica - proporcional a la concentración de la muestra. Un Registrador recibe la señal y produce un cromatograma.

CARACTERISTICAS DESEABLES

Alta sensibilidad

Ruidos bajos uniformes

Amplio rango lineal de respuesta

Capacidad para responder a todo tipo de componentes

Escabrosidad

Insensible a cambios de flujo y temperatura

Bajo costo

DETECTORES MAS USADOS UNIVERSALMENTE

Termoconductividad

Ionización de flama

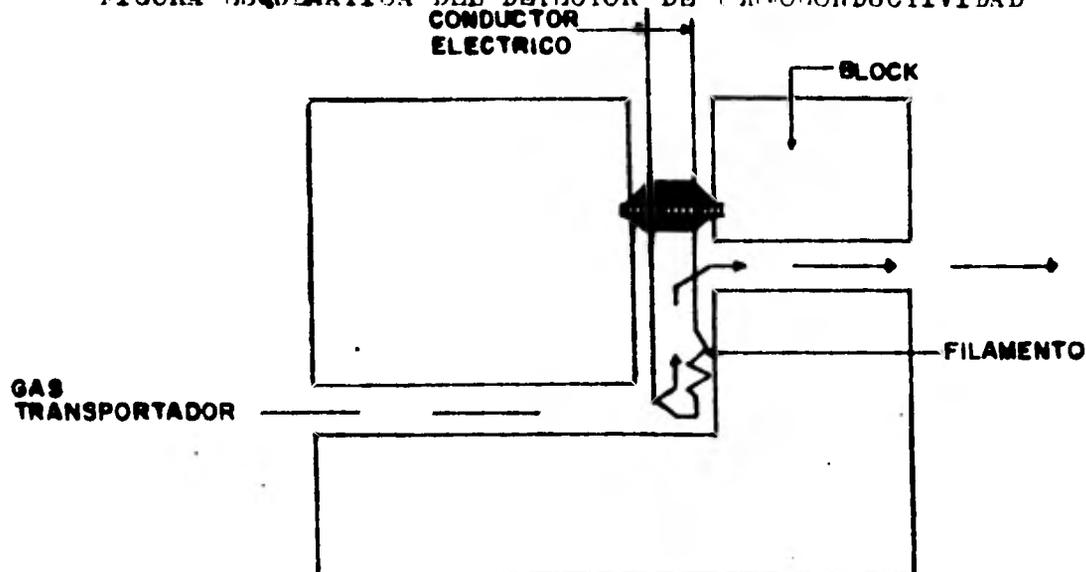
Captura de electrones (muy poco usado)

DETECTOR DE TERMOCONDUCTIVIDAD

El principio fundamental es el calentamiento del cuerpo y la pér

dida de calor a una velocidad tal, que depende de la composición del gas circundante.

FIGURA ESQUEMATICA DEL DETECTOR DE THERMOCONDUCTIVIDAD
CONDUCTOR ELECTRICO



La figura muestra una celda de termocconductividad, que consiste de un filamento en espiral metálico soportando interiormente por una cavidad. La cavidad está dentro de un block de metal, usualmente de acero inoxidable provisto de una temperatura constante de referencia.

El filamento caliente puede perder calor por los siguientes procesos:

Conducción Térmica del flujo de la corriente de gas.

Convección

Radiación

Conducción a través del metal en contacto

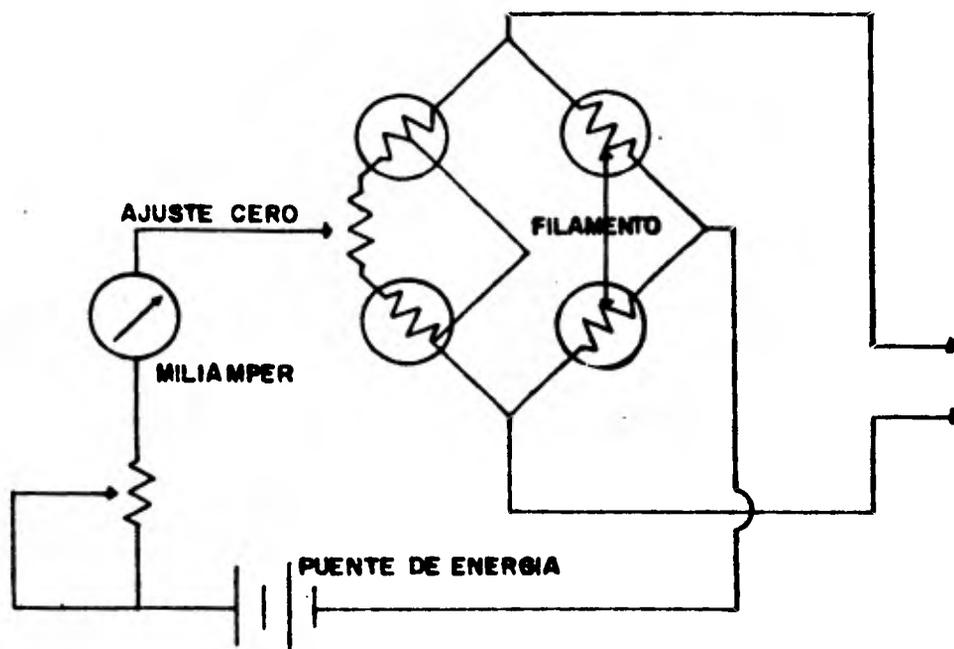
Los materiales del filamento son: Platino, Tungsteno y Tungsteno con 4% de Renio.

Las características para un buen filamento son:

- 1.- Coeficiente de resistencia a altas temperaturas.
- 2.- Resistencia de Oxidación y términos largos de estabilidad.

Los cambios en la resistencia del filamento son percibidos por medio de un Puente de whetstone. La siguiente figura es la representación del circuito del Puente de Wheatstone

PUENTE DE WHEATSTONE



El block del detector contiene dos filamentos iguales en el flujo de la muestra conocida y un par similar de filamentos en el flujo de referencia de dos filamentos en la corriente del gas cargado - cambia debido a la composición del gas, ocurre un desbalanceo y - se genera una señal.

GASES SELECCIONADOS PARA TERMOCONDUCTIVIDAD

COMPUESTOS	TERMOCONDUCTIVIDAD	PESO MOLECULAR
Hidrógeno	41.6	2

COMPUESTOS	TERMOCONDUCTIVIDAD	PESO MOLECULAR
Helio	34.8	4
Metano	7.2	16
Nitrógeno	5.8	28
Pentano	3.1	72
Hexano	3.0	86

Helio o Hidrógeno pueden causar pérdida de calor y predominar la termoconductividad.

La ley de difusión de Graham's describe que la velocidad molecular de un gas es inversamente proporcional a la raíz cuadrada del peso molecular.

SUMARIO DE CARACTERISTICAS DEL DETECTOR TC

Detención Mínima cuantitativa	10^{-7} gr/seg: para 50 ppm
Respuesta	Universal: todos los componentes excepto el gas cargado.
Linearidad	10^{-4}
Gas transportador	Nitrógeno o Helio
Estabilidad	Buena
Límite de temperatura	400°C

Sumario: No destruye, es estable, sensibilidad moderada bajo costo, operación fácil, requiere de buenas temperaturas y control de flujo.

Algunos caminos para mejorar la sensibilidad de este detector se

mencionan a continuación:

El incrementar la corriente del filamento aumenta la señal producida significativamente. Un incremento en la corriente del filamento corresponderá a un aumento en la temperatura de éste y a la vez un aumento en la resistencia del filamento.

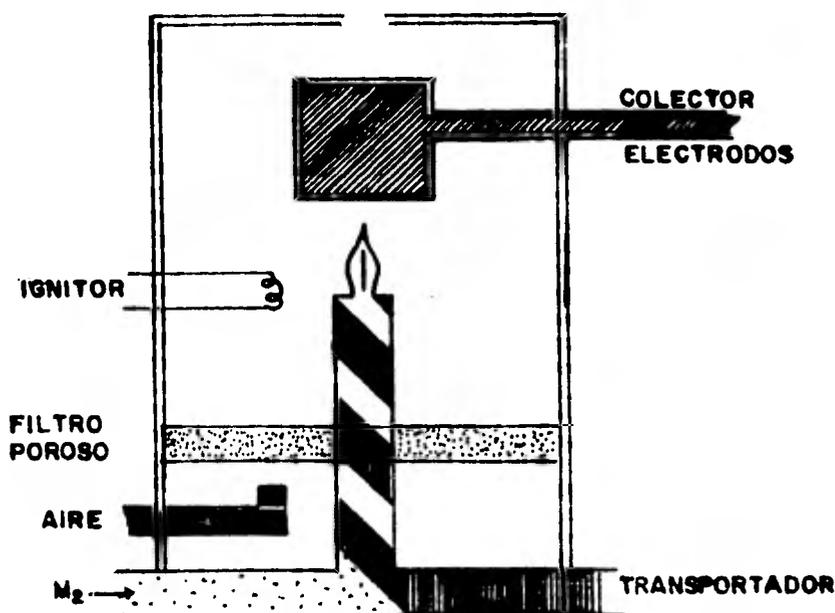
La señal TC es proporcional a la diferencia entre la termoconductividad del gas cargado y la muestra. Por lo tanto, al seleccionar adecuadamente el gas transportador tendremos una mayor posibilidad de termoconductividad. El detector TC depende de la concentración. Por lo tanto, para incrementar la sensibilidad se recomienda usar pequeñas velocidades de flujo.

DETECTOR DE IONIZACION DE FLAMA

Los flujos continuos del gas transportador en los dos electrodos del bloque del detector y la flama de Hidrógeno producen la ionización de las moléculas en la corriente del gas. Cualquier incremento en la concentración de iones aumenta la corriente a través de la abertura y por medio de un mecanismo de recepción de resistencia, el voltaje resultante desprendido en esta resistencia es amplificado y registrado.

Cuando el gas puro transportado está fluyendo dentro de la flama de Hidrógeno, la corriente del flujo es casi 10^{-4} Amperes. Cuando los vapores orgánicos acompañan al gas transportador, la flama quema la muestra formando CO_2 , agua y partículas cargadas. Los compuestos orgánicos en la flama pueden ser cuantificables a causa del resultado en la corriente del flujo.

DETECTOR DE IONIZACION DE FLAMA



En la figura anterior demostramos esquemáticamente un FID. La colección de electrodos es de 300 volts positivos o negativos con respecto a los otros electrodos. Hidrógeno y el gas transportador son mezclados y quemados juntos en la flama.

El paso continuo del aire será el soporte de la flama del detector. El Oxígeno puede ser usado también. Un ignidor espiral cerrado es colocado a la flama del mechero para permitir una fácil ignición externa.

Las partículas cargadas generadas en la flama emigran a los electrodos polarizados y causan una corriente de flujo muy pequeña - (10^{-8} a 10^{-12} amp). Como la corriente es muy pequeña, es importante mantener todos los electrodos limpios de componentes.

El detector de ionización de flama es un detector de masas con -

un sistema de respuesta por átomos de Carbono Orgánicos. Los va-- rios grupos funcionales en Compuestos Orgánicos también responden favorablemente sin considerar la naturaleza de la molécula. El nú-- mero de Carbonos efectivos que se muestran en la siguiente tabla son algunos de los utilizados. Ellos son usados para calcular la masa del compuesto relativo para el número de átomos de Carbono - contenidos en el FID.

NUMERO DE ATOMOS EFECTIVOS

GRUPO FUNCIONAL	ATOMOS	No DE CARBONOS EFECTIVOS
Alifáticos	C	1.0
Aromáticos	C	1.0
Olefinas	C	.95
Acetileno	C	1.30
Carbonil	C	0.0
Nitrilos	C	0.3
Ester	C	-1.0
Alcohol Primario	O	-0.6
Alcohol Secundario	O	-0.75

No responden a gases nobles, agua o aire.

RESUMEN DE CARACTERISTICAS DEL FID

Detección Mínima cuantitativa	1 a 10^{-12} g/s
Respuesta	Selectividad, sensible a compuestos orgánicos y - no a gases nobles o agua
Linealidad	10^6
Estabilidad	Excelente

Límites de temperatura 400° C.
 Gas transportador Nitrógeno o Helio
 Sumario: Puede resistir temperaturas extremas, cambios insensibles a gases nobles, agua o aire. Requiere de tres suministros de gases y un electrómetro.

INTERPRETACION DE UN CROMATOGRAMA

- a) Análisis cualitativo
- b) Análisis cuantitativo

a) Análisis cualitativo.- Es la identificación de los componentes de la muestra, representados por los picos en un Cromatograma. La identificación positiva de dichos picos es muy difícil debido a:

- 1.- La cantidad de cada componente graficado representa solamente 10^{-8} a 10^{-12} gr.
- 2.- Las propiedades cromatográficas no son únicas.

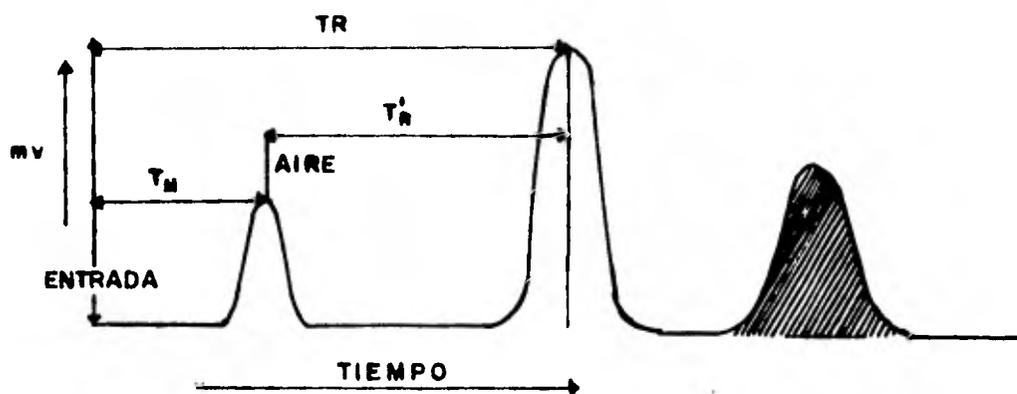
La identificación de los picos puede hacerse por métodos cromatográficos partiendo de los datos de retención de cada componente:

Tiempo de Retención Ajustado.- Es el tiempo empleado por un componente en la fase líquida (TR')

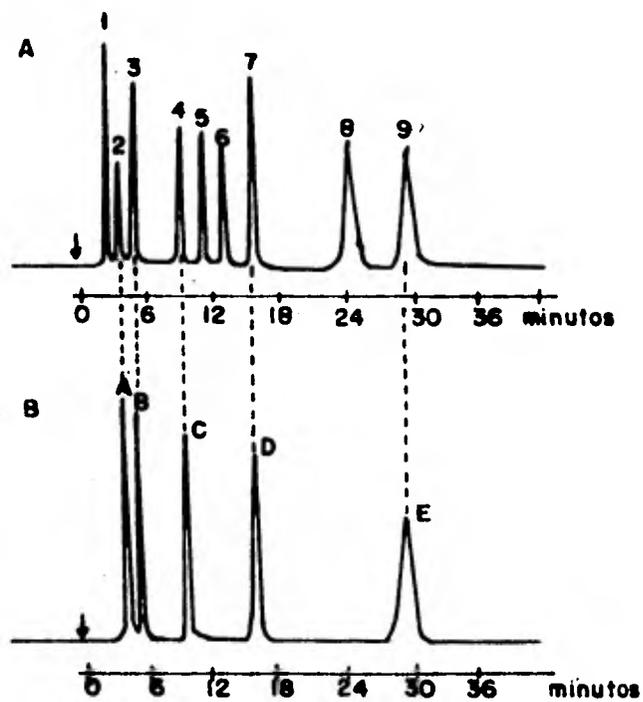
Volumen de Retención.- Es la distancia sobre la carta desde el punto de inyección al pico máximo.

Los parámetros que afectan los tiempos de retención son: dimensiones de la columna, tipo de fase líquida, temperatura de la columna, velocidad de flujo y caída de presión.

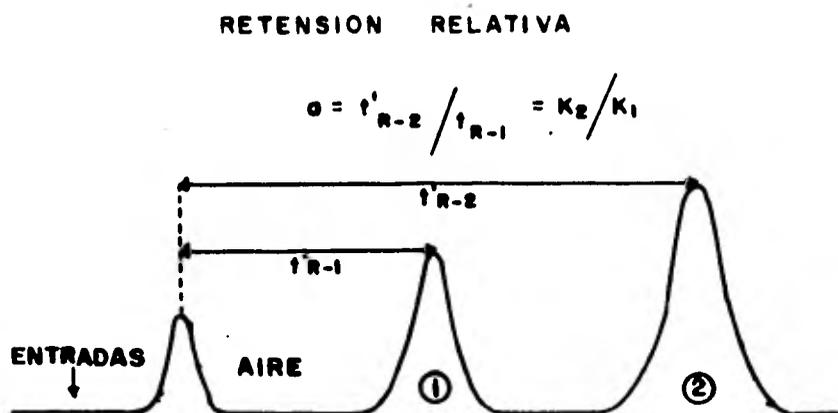
CRONATOGRAMA TIPICO



IDENTIFICACION DE COMPONENTES POR TIEMPO DE RETENCION

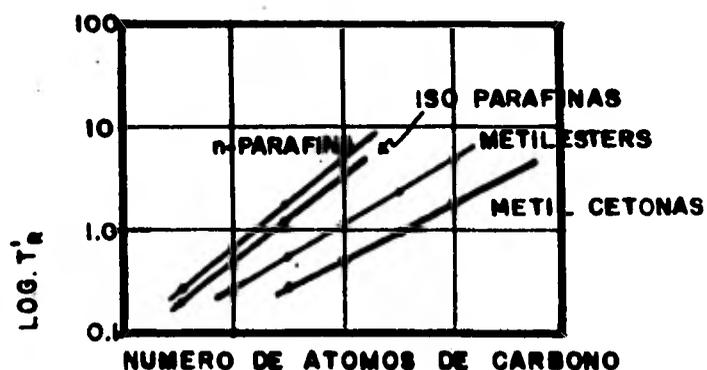


Partiendo de la retención relativa: es la relación de los tiempos de retención ajustados entre dos componentes.



El parámetro que afecta la retención relativa es la selectividad de la fase líquida.

Partiendo del logaritmo tiempo de retención ajustados del número de Carbonos.



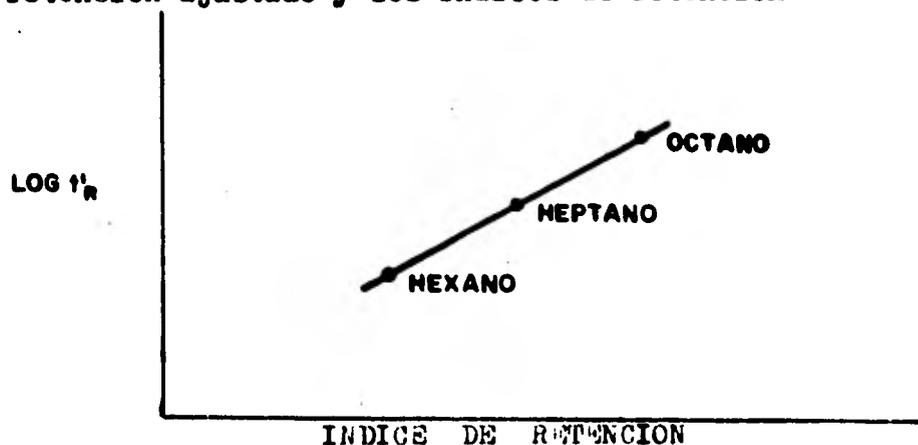
NUMERO DE ATOMOS DE CARBONO

Graficando la recta de series homólogas se asegura el hecho de que el logaritmo del tiempo de retención ajustado es proporcional a un incremento en las propiedades de las series homólogas.

Este método de identificación tiene la ventaja de que solo tres compuestos son necesarios para establecer la pendiente de la línea y puede ser utilizada para identificar otros compuestos de la misma serie homóloga. Algunos isómeros pueden no caer sobre los valores integrales del número de carbonos.

Indice de retención (RI).- Indica cuando un componente puede aparecer con respecto a parafinas normales y es igual a cien veces el número de átomos de Carbono (RI Heptano = 700, Octano = 800, etc.), independientemente de las columnas usadas.

Indices Kovats.- Es la relación entre el logaritmo del tiempo de retención ajustado y los índices de retención



El uso de los índices de retención nos ayuda a evaluar selectividad y polaridad de las fases líquidas. El Benceno tiene un RI* = 649, utilizando una fase líquida de Escualeno y Cromosorb W a -

* RI = Retencion Index

100 ° C por lo que el Benceno eluye a la mitad del Hexano y Heptano.

Con una fase líquida de DEGS a 100° C el Benceno tiene un índice de retención de 1142 y eluye entre el C-11 y el C-12. Esto significa que el DEGS es más selectivo que el Escualeno.

b) Análisis cuantitativo.- La cromatografía de gases es extensamente usada como un método de análisis cuantitativo. Con técnicas propias provee de una buena exactitud con un amplio rango de tamaño de muestra desde miligramos a picogramos (10^{-12} gr.).

Los pasos a seguir en el procedimiento para el análisis cuantitativo son:

Muestreo

Preparación de la muestra

Cromatografía

Integración

Cálculos

El objetivo del muestreo es obtener una muestra representativa e introducir esta muestra sin cambio en el cromatógrafo de gas.

Posibles errores en el muestreo serían las jeringas sucias, solventes improprios, muestras volátiles, muestras reactivas, técnicas improprias, mala inyección de la muestra.

Algunas técnicas de preparación de muestras requieren que ésta sea extraída, destilada, separada o concentrada antes de que pueda ser inyectada en el cromatógrafo. Posibles errores son extracciones -

no cuantitativas, solventes impuros, pérdidas de muestra en la concentración.

El tercer paso en el análisis cuantitativo es la cromatografía. Esto se involucra la inyección de la muestra, obtener la separación y el cromatograma. Esto se consuma con el cromatógrafo y el graficador.

Muchos errores pueden ser cometidos durante la cromatografía, cualquier agujero en las conexiones puede resultar en la pérdida de muestra y la posibilidad de ruido en el graficador.

Compuestos polares pueden absorber físicamente o sufrir reacciones químicas sobre el metal caliente de las superficies de inyección o directamente sobre el empaque de la columna. Esta absorción provoca cambios en la estructura de la muestra o en la pérdida de la misma.

Inyectores, detectores y jeringas sucias dan como resultado picos anómalos, los cuales pueden dar errores obvios en la interpretación y ruido en la respuesta del detector.

Defectos electrónicos, los cuales pueden incluir una potencia inestable, inexactas y lentas registraciones reduce la reproductividad de análisis cromatográficos.

Cada detector responde diferentemente a diferentes compuestos. Estos factores de respuesta deben ser conocidos, para prevenir problemas con el detector y producir datos exactos y reproducibles. La pureza del gas transportador, la velocidad del flujo de gas, la temperatura del detector, la corriente en el filamento, la re-

sistencia del filamento y la presión dentro del detector deben permanecer constantes.

Cualquier problema en el graficador puede afectar los resultados cuantitativos. La respuesta lineal, velocidad de la pluma, zona muerta y el cero eléctrico del graficador deben ser chequeados.

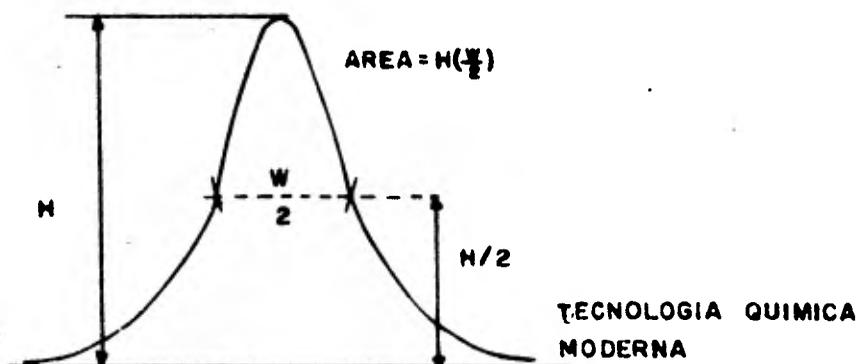
La integración relaciona el tamaño del pico con la concentración de la muestra.

MÉTODOS DE INTEGRACION

	Altura del pico
Manual	Area del pico
Mecánico	Disco integrador
Electrónico	Integrador digital computarizado.

La medida de la altura del pico es más rápida que el área del pico. La medida se da en milímetros, como la distancia desde la base de la línea al pico máximo. Si la línea a la base es una pendiente de otro pico, se extrapolan las bases del pico y se mide de ahí al pico máximo, dándonos la altura del mismo.

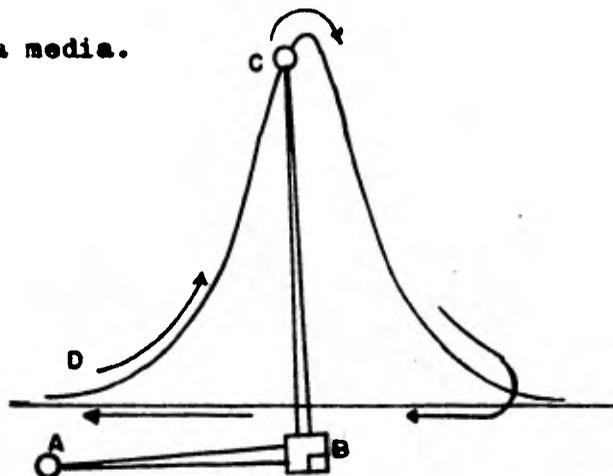
MEDIDA DE LA ALTURA DEL PICO



Los métodos manuales de la medida del área del pico incluyen un -
planímetro altura-ancho, altura media, corte y peso del papel.

En el planímetro el pico es trazado manualmente con éste dando la
medida del área por el trazo del perímetro del pico.

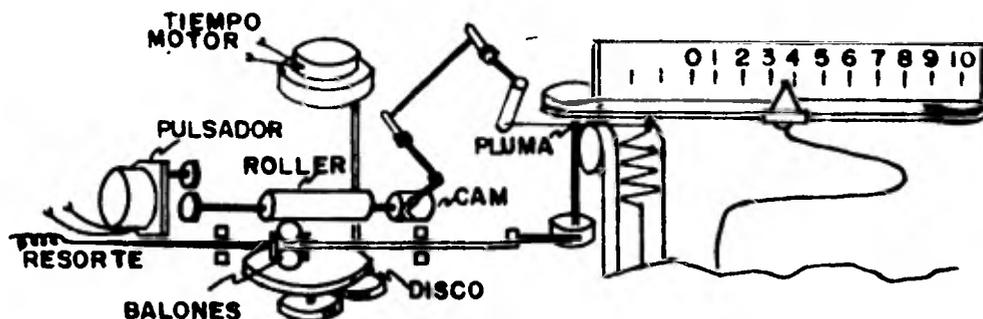
Dado que los picos normales son aproximadamente un triángulo, el
área puede ser obtenida multiplicando la altura del pico por el -
ancho a la altura media.



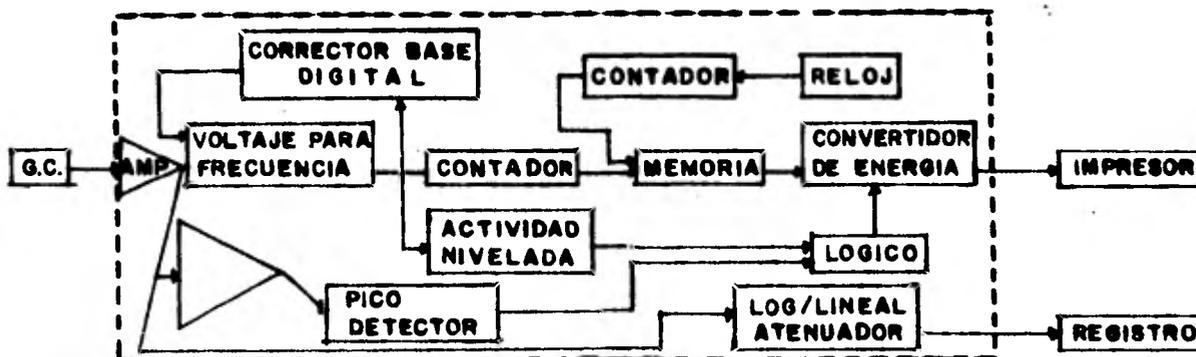
Las áreas de los picos pueden ser determinadas por corte fuera -
del pico cromatográfico y pesando el papel en una balanza analíti
ca, este método es tardado pero preciso para todo pico asimétrico.
El integrador simple de bola y disco es el más común empleado en
cromatografía de gases.

La pluma del integrador es enlazada mecánicamente a la bola, la -
cual queda sobre el disco rotatorio. Cuando la pluma del grafica
dor se desvia, la bola se mueve siempre del centro del disco y co
mienza a rodar. La rotación es transmitida mecánicamente a la -
pluma del integrador la cual traza las líneas que representan el
área del viaje de la pluma. Este método es el más preciso y rápi
do.

ESQUEMA INTEGRADOR DE DISCO.



Integrador digital electrónico.- La señal de salida del cromatógrafo es alimentada dentro de un convertidor de voltaje a una frecuencia, la cual genera una velocidad de flujo proporcional a la amplitud de la señal del cromatógrafo. Los impulsos acumulados son proporcionales al área del pico, cuando la pendiente del detector siente un pico, los impulsos del convertidor B-F son acumulados y almacenados en la memoria y después impresos como una medida del pico. La principal ventaja de este integrador es el bag to rango lineal, desde microvolts a volts que pueden ser maneja dos.



Para finalizar, la computadora es el sistema de procesamiento de - datos más sofisticados de automatización y cuantificación, de los análisis de cromatografía de gases. Analiza varias muestras simul - táneamente generando tiempos de retención y produciendo exactas in - tegraciones de las áreas de los picos, para cada análisis. Tam - bién puede automatizar el cromatógrafo de gases activando la in - yección de la muestra automáticamente, ajustar la temperatura de - la columna, modificar las condiciones de cromatografía y en algu - nos casos determinar las condiciones óptimas para la separación. En resumen puede hacer cálculos numéricos, comparar tiempo de re - tención para identificación de picos, usar factores de corrección y finalmente preparar un reporte de análisis.

COMPARACION ENTRE LAS DIFERENTES TECNICAS DE MEDICION DEL AREA DE LOS PICOS

Los métodos manuales incluyen altura del pico y medida del área - del pico. Estos son lentos, proveen solamente una moderada preci - sión y pueden ser tediosos. Por otro lado no requieren de inver - sión en equipo.

El disco integrador es un medio mecánico para medir el área de un pico. Es más rápido y más preciso que los anteriores, requiere - menos esfuerzo y es bajo en precio.

Los integradores electrónicos son rápidos y ofrecen una rápida - precisión. Los modelos sofisticados imprimen los tiempos de re - tención así como las áreas de los picos. Estos automatizan la -

operación pero son moderadamente más caros.

Los sistemas de cómputo ofrecen integraciones más rápidas con alta precisión y máxima flexibilidad. Los tiempos de retención, - las áreas de los picos, los cálculos y las comparaciones de valores son posibles. Un reporte final impreso es un buen completo para el análisis. Son generalmente muy caros.

OBSERVACIONES.- Sobre el cromatograma se deben de escribir los siguientes detalles que permitan rehacer el análisis en idénticas condiciones, dado que es el medio más sensible para estudiar una mezcla o probar la presencia de una impureza en un producto: Nombre del producto, fecha, visto bueno del operador.

Aparato utilizado (modelo), detalles sobre el atenuador y registrador.

Gas utilizado (Nitrógeno, Helio, Hidrógeno), suministro (ml/min.), presión.

Temperaturas de inyección (200 a 300° C), de la columna (50 a 250° C) del detector (200 a 300° C)

Columna: largo, diámetro, relleno.

2) ANALISIS QUIMICOS

Como regla general, el análisis químico está basado sobre las proporciones químicas de un producto. Se utilizan las reacciones químicas conocidas, que han probado que son completas o sea que el producto reacciona completamente.

Esta necesidad, sin la cual el análisis es falso, limita actual-

mente las reacciones usables. Los resultados de los análisis son dados, ya sea en porcentaje de mezcla analizada o en forma de índice.

En nuestra rama los principales índices son:

- 1.- Índice Acido (I. A.).- Es la cantidad de potasa caústica - (KOH) (peso molecular = 56) absorbida por una muestra de un gramo de mezcla por analizar.

Índice Acido teórico.-
$$\frac{56000}{\text{Peso molecular del Acido}}$$

- 2.- Índice Ester (I. E.).- Es la cantidad de potasa caústica absorbida por una muestra de un gramo de producto, después de la saponificación completa de Esteres.

Índice Ester teórico.-
$$\frac{56000}{\text{Peso molecular del Ester}}$$

- 3.- Índice Carbonilo (I. CO.).- Es la cantidad KOH en miligramos calculada después de la dosificación de Aldehidos o Cetonas que reaccionaron con una solución de Hidroxilamina en una muestra de un gramo.

- 4.- Índice Iodo (I. I.).- Es la cantidad de Iodo en gramos absorbidos por 100 gramos de una sustancia en donde la molécula contiene una o varias doble ligaduras.

Se emplea este índice para aceites y cuerpos grasos (con el mismo fin usamos el índice de Bromo (I. Br.)

ANALISIS DE DIFERENTES AGRUPAMIENTOS QUIMICOS

Hidrocarburos por C. V.- Estos productos no son reactivos. Se -
identifican las Olefinas por el I. Br.

Acidos I. A.- Si hay un sólo ácido de peso molecular conocido se
calcula el I. A. teóricamente. Ejemplo:

Acido Isobutírico pm = 88

I. A. Teórico = $56000/88 = 636$

Si se hace la relación del I. A. teórico, tendremos el porcentaje
de ácido. Precisión $\pm 0.5\%$

Alcoholes.- Se transforma el alcohol a Ester (generalmente aceta-
to o formiato). En seguida se analiza el I. E. del Ester formado
y se calcula el porcentaje de alcohol correspondiente. Se pueden
analizar los alcoholes terciarios separadamente en una mezcla de
otros alcoholes.

Esteres.- Se hace el I. E. y se calcula el porcentaje como para -
los ácidos. Precisión $\pm 0.5\%$

Eteres.- El mejor es el C. V. sus productos son poco reactivos.

Aldehidos.- Se emplean dos tipos de análisis diferentes:

- 1.- Se hace reaccionar el aldehído en una solución acuosa -
diluida de bisulfito de Sodio, el compuesto bisulfítico
se diluye en agua y se miden las impurezas insolubles.
Análisis poco preciso.
- 2.- Se hace reaccionar en una solución de Hidroxilamina y -
se calcula el I. CO. Este resultado con reporte del I.
CO. teórico dará el tanto por ciento. Análisis más -

exacto que el de bisulfito de Sodio. Precisión $\pm 1\%$

Cetonas.- Se hace el I. CO. y se calcula el tanto por ciento como para los aldehídos.

Lactonas.- Se saponifica la Lactona y se mide el I. E. como en un Ester.

Fenoles.- Se analiza como un alcohol por esterificación, también se pueden dosificar ciertos fenoles en los disolventes dentro de una solución diluida de sosa caústica y se mide la parte insoluble. Esta prueba es menos precisa.

PRODUCTOS CON VARIOS AGRUPAMIENTOS

El análisis está basado sobre la preparación de un derivado (el más reactivo), del agrupamiento. Ejemplo:

El hidroxicitronelal es analizado como aldehído. El grupo alcohol no reacciona en estas condiciones.

El salicilato de metilo es analizado como Ester, el grupo fenol permanece inactivo en las condiciones de análisis.

Naturalmente en nuestra rama, ningún análisis físico o químico es una referencia para el olor de un producto. Esta puede ser alterada por trazas de impurezas prácticamente imposibles de descubrir y sólo la nariz conocedora del perfumista permite juzgar una calidad olfativa. Así como el paladar de un catador de sabores juzga la calidad de sus productos.

3) ANALISIS FISICO-QUIMICOS

a) ESPECTROSCOPIA.- La espectroscopia es la región del infrarrojo, ocupa un lugar privilegiado entre las técnicas fisicoquímicas modernas, no solo en investigación fundamental, sino también en las operaciones científicas rutinarias de la industria.

El espectro en el infrarrojo de una sustancia se origina debido a las transiciones entre los diversos niveles discretos de energía vibracional y rotacional de la molécula. Una radiación infrarrojo con una frecuencia (energía) determinada, puede provocar una transición entre, por ejemplo, el estado basal y el primer nivel vibracional de la molécula. En este caso la energía de la radiación se absorbe, dando origen a una banda de absorción a la frecuencia apropiada.

Una molécula poliatómica puede tener muchos niveles vibracionales y rotacionales. Las frecuencias de estas vibraciones y rotaciones, están determinadas por diversos factores como son las constantes de fuerzas entre las uniones de los átomos y sus masas reducidas.

La intensidad de las absorciones que tiene la espectroscopia en el infrarrojo se basan en los siguientes postulados:

- 1.- Todas las sustancias orgánicas muestran grupos de frecuencia característica en la región del infrarrojo.
- 2.- El espectro de absorción de una sustancia dada, es específico y característico de esa sola sustancia.
- 3.- El espectro de absorción de una mezcla es la suma de los es--

pectros individuales de los componentes.

4.- La intensidad de una banda de absorción está relacionada con la concentración de la sustancia que absorbe la radiación. El espectro de infrarrojo de un compuesto es característico de él, y puede ser usado para su identificación, de igual manera que el punto de fusión. Índice de refracción, etc. En estudios comparativos, si dos espectros son idénticos, salvo rarísimas excepciones, puede afirmarse con seguridad que se trata de la misma sustancia.

Determinación de pureza, análisis cuantitativo y control de producción por infrarrojo.- Estos tres procedimientos se consideran juntos, ya que involucran fundamentalmente, la determinación de la concentración de diferentes componentes en una mezcla.

La técnica para determinar la pureza, es la misma que la de la identificación de la sustancia, cuando se tiene un espectro patrón. La presencia de impurezas modifica la forma y resolución general del espectro. Las bandas adicionales pueden observarse mejor aumentando la concentración de la muestra.

El espectro en el infrarrojo de la impureza se puede obtener restando el espectro de la sustancia pura al de la mezcla. Lo anterior puede lograrse poniendo el compuesto puro en el "rayo de referencia" y la muestra impura en el "rayo de muestra" en los aparatos de doble haz.

El procedimiento descrito, es la base del control de producción en la industria. Aquí las impurezas representan materia prima

que no reaccionó, productos secundarios de reacción indeseable, -
etc.

Una estimación de la concentración de estas impurezas puede lograrse por medio de la comparación de la intensidad de las bandas. Industrialmente a veces se busca el rendimiento óptimo de un producto y no el máximo; en este caso se puede seguir la marcha de la reacción por el aumento de la intensidad de alguna de las bandas características del producto deseado. Una gráfica de intensidad contra tiempo revelará cuando ya no hay incremento en la concentración del producto. Debe darse la reacción por terminada, - antes que aparezcan productos secundarias difíciles de separar, - que deterioren en el caso de una industria como la nuestra, sabor, olor o color de un producto determinado.

Las técnicas de espectroscopia al infrarrojo son útiles tanto para analizar materias primas, como para vigilar y controlar procesos en forma continua. Los procesos de purificación rutinarios - pueden verificarse, examinando el espectro al infrarrojo obtenido de cortes o fracciones de destilaciones, cristalizaciones, separaciones, cromatográficas, etc.

b) POTENCIAL HIDROGENO pH.- Es una medida de acidez o alcalinidad de una solución acuosa diluida de un ácido o de una base.

Producto iónico del agua.- El agua se comporta como ácido y como base, es decir, puede dar lugar a iones hidronio y a iones hidroxilo; en el agua pura existen ambos iones en cantidades extremadamente pequeñas. Sea (H_3O^+) la concentración de iones hidronio, o

lo que es lo mismo (H^+) la concentración de hidrogeniones o de protones, y (OH^-), la concentración de iones hidroxilo, se denomina producto iónico del agua al producto de la concentración de iones hidronio o sea de protones por la concentración de iones hidroxilo; este producto es siempre constante y vale 10^{-14} ; su expresión siendo K la constante, es: $K = (H_3O^+) \cdot (OH^-) = 10^{-14}$, o sea $K = (H^+)$ y $(OH^-) = 10^{-14}$. En el agua pura y en las disoluciones de sales neutras la concentración de iones hidronio (H_3O^+), ó, lo que es lo mismo, la concentración de hidrogeniones (H^+), es igual a 10^{-7} iones gramo/litro; por tanto, la concentración de iones hidroxilo (OH^-), también será igual a 10^{-7} iones gramo/litro, pues las concentraciones de ambos iones han de ser iguales.

Como el producto iónico del agua es constante, al añadir un ácido al agua aumenta la concentración de iones hidronio o de protones, disminuyendo la de OH^- , y al añadir una base aumenta la concentración de iones hidroxilo o sea de hidrogeniones.

Por definición el pH es el logaritmo base 10 de la inversa de la concentración de iones hidronio (H_3O^+); es decir en el agua pura, el pH será de 7.

Solubilidad.— Está referida siempre en nuestro caso a sistemas homogéneos líquidos en los cuales el disolvente es líquido y el sólido puede ser líquido, sólido o gas. Se expresa siempre como el o los volúmenes miscibles en uno o varios volúmenes de otro disolvente.

CONCLUSIONES

Tomando en cuenta el crecimiento de la industria cosmética y la importancia en ésta de las fragancias, tanto naturales como sintéticas, he querido hacer una breve introducción a los principios básicos de los productos en cuestión así como sus aplicaciones y métodos de control y prepararlos para un tipo de industria futurista de grandes alcances.

Al hombre no puede suponérsele como un ser tan solo pensante, es sensible a la belleza, al aroma de una flor, a las maravillas de la naturaleza, a sentirse limpio, a oler bien. El perfume significa que vivimos en un mundo cambiante, en una sociedad de consumo y la magnitud del área de consumo y la magnitud del área de consumo la confirman.

La industria cosmética tiene un índice de profesionistas del 50% de los cuales el 30% pertenecen a la rama química. Lo anterior nos conduce a que esta área es una de las de mayor aportación, y constantemente lanza nuevos productos.

El objetivo principal del presente trabajo no es familiarizar al lector con los métodos de análisis, sino he querido establecer las bases de la comprensión de los métodos en sí y no de la técnica para poder utilizar el método más apropiado a nuestros requerimientos de control de calidad, tanto desde el punto de vista técnico (precisión, fidelidad, etc.) como del punto de vista económico, ya que es indispensable el control en una industria tan sofisticada como la expuesta y es necesario conocer a fondo los parámetros que

nos interesa medir y cual es el método más económico y seguro para lograrlo y siendo esto posible solo si se considera el criterio anteriormente expuesto que nos permitirá decidir que estándares de calidad son los más adecuados operativamente hablando.

BIBLIOGRAFIA

- 1.- INDEX FOR E.O.A. SPECIFICATIONS AND STANDARDS
Scientific Section Essential Oil Association
of U. S. A. Inc. New York, 1967.
- 2.- THE PHARMACOPEIA OF U.S.A.
XVIII Edition
Mack Printing Co.
- 3.- THE NATIONAL FORMULARY XIII ED.
American Pharmaceutical Association
Washington, D. C., 1970.
- 4.- FEDERAL DRUG FOOD AND COSMETICS
1964.
- 5.- STAHL EGON. THIN LAYER CHROMATOGRAPHY
Academic Press Inc.
New York, 1965.
- 6.- Mc. NAIR H. M. & BONELLI E. J. BASIC GAS CHROMATOGRAPHY
Varian aerograph
California, 1963
- 7.- GUNTHER E. THE ESSENTIAL OILS
D. Van Nostrand Co. Inc.
New York, 1965
- 8.- BASIC PRINCIPLES OF SENSORY EVALUATION
American Society for Testing and Materials
Baltimore, 1968

- 9.- DIETZ W. A.
Journal of Gas Chromatography
4, 207 (1967)
- 10.- Givaudan Index
- 11.- KNOW-HOW PLUS IMAGINATION-FRAGRANCE SUCCESS
Perry Brothers
- 12.- PERSONAL EXPERIENCES IN PERFUME CREATION
Max Erni
- 13.- ASPECTOS PSICOLOGICOS EN LA FORMULACION DE PERFUMES
E. Jellinek
- 14.- THE PRINCIPLES AND PRACTICE OF MODERN COSMETIC
R. G. Harry. Vol I
- 15.- TECHNOLOGIE ET CHIMIE DER PARFUMS NATURELES
Y. R. Nave - P. Masson Cie
- 16.- PERFUMERY AND FLAVORING SYNTHETICS
Paul X. Bedoukian
- 17.- CATALOG & PERFUMERY
Cosmetic & Pharmaceutical
- 18.- PARFUMS COSMETICS & SOAPS
W. A. Poucher
- 19.- PERFUME AND FLAVOR CHEMICALS
Steffen Arctander - 1969 Vol I-II