

2 de Dic. 98



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO
FACULTAD DE QUIMICA

ANTEPROYECTO
PARA INSTALAR UN LABORATORIO
EN UNA FABRICA DE ACEITES SULFATADOS

T E S I S
QUE PARA OBTENER EL TITULO DE:
INGENIERO QUIMICO
P r e s e n t a :
GERARDO TRUEBA GRACIAN

MEXICO, D. F.

1984.



Universidad Nacional
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

Biblioteca Central



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.

I N D I C E

INTRODUCCION

- 1.- CONCEPTOS TEORICOS
- 2.- ACEITES SULFONADOS (SULFATADOS Y SULFITADOS)
- 3.- DESCRIPCION DE PRUEBAS Y METODOS DE ANALISIS
- 4.- MATERIAL Y EQUIPO
- 5.- ORGANIZACION Y UBICACION
- 6.- PRESUPUESTO DE INVERSION
- 7.- CONCLUSIONES

BIBLIOGRAFIA

INTRODUCCION

1.- CAPITULO. CONCEPTOS TEORICOS

1.1. Estructura y Composición de Aceites y Grasas.

1.1.1. Glicéridos

1.1.2. Acidos grasos

1.1.3. Componentes no glicéridos de grasas y aceites

- a) Fosfátidos
- b) Esteroles
- c) Alcoholes Superiores
- d) Carotenoides
- e) Tocoferoles

1.2. Principales reacciones de grasas y aceites.

1.2.1. Reacciones en los triglicéridos

- a) Hidrólisis
- b) Esterificación
- c) Interesterificación
- d) Saponificación

1.2.2. Reacciones en los ácidos grasos

- a) Hidrogenación
- b) Halogenación
- c) Adición de Tiocianógeno
- d) Sulfonación
- e) Oxidación Química
- f) Oxidación Atmosférica
- g) Polimerización

1.3. Propiedades Físicas de Aceites y Grasas

1.3.1. Viscosidad

1.3.2. Densidad

1.3.3. Punto de Fusión

1.3.4. Punto de Humo, Inflamación y de Combustión

1.3.5. Solubilidad y Miscibilidad

1.3.6. Índice de Refracción

1.4. Definición de algunos términos empleados. (Química Analítica).

CAPITULO 2. ACEITES SULFONADOS (SULFATADOS Y SULFITADOS)

2.1. Aceites Sulfatados

2.1.1. Proceso de Fabricación (proceso Batch)

a) Materias Primas

b) Equipo

c) Variables Críticas de Proceso

2.1.2. Descripción del Proceso y Diagrama de flujo

2.1.3. Parámetros de Control

2.2. Aceites Sulfitados (Sulfonatos)

2.2.1. Proceso de Fabricación

a) Materias Primas

b) Equipo

c) Variables Críticas de Proceso

2.2.2. Descripción del Proceso y Diagrama de flujo

2.2.3. Parámetros de Control.

CAPITULO 3. DESCRIPCION DE PRUEBAS Y METODOS DE ANALISIS

Prueba No. I. Humedad y Materia Volátil
(Método Plato-Caliente)

- Prueba No. II. Humedad (Destilación Azoetrópica)
- Prueba No. III: Cenizas (ash)
- Prueba No. IV. Alkali total
- Prueba No. V. Índice de Acidez
- Prueba No. VI. Acidos Grasos (Totales, combinados, libres)
- Prueba No. VII. Índice de Saponificación
- Prueba No. VIII. Materia Insaponificable (No saponificable)
- Prueba No. IX. Índice de iodo (Método de Hanus)
- Prueba No. X. Sulfatos totales en Aceites Sulfatados (% SO_3 Total) (Método hidrólisis-precipitación)
- Prueba No. XI. Sulfatos totales en aceites sulfatados (% SO_3 total) (Método de Ignición)
- Prueba No. XII. Sulfatos Neutros y Combinados en aceites sulfatados (% SO_3 Neutros y Combinados)
- Prueba No. XIII. Sulfatos totales en aceites sulfitados (% SO_3 Total)
- Prueba No. XIV. Sulfatos Neutros y Combinados en aceites sulfitados (% SO_3 Neutros y Combinados)
- Prueba No. XV. Determinación pureza del Bisulfito de Sodio
- Prueba No. XVI. Viscosidad
- Prueba No. XVII. Peso Especifico
- Prueba No. XVIII. Determinación de pH.

CAPITULO 4. MATERIAL Y EQUIPO

4.1. Material de Laboratorio

4.1.1. Material de Vidrio

4.1.2. Material de Porcelana

4.1.3. Material Metálico

4.1.4. Material de Plástico y otros

4.2. Reactivos y Solventes

4.2.1. Reactivos

4.2.2. Soluciones Valoradas

4.2.3. Solventes

4.2.4. Indicadores

4.2.5. Otros

4.3. Equipo

4.4. Mobiliario

4.5. Instalaciones y Servicios

CAPITULO 5. ORGANIZACION Y UBICACION

5.1. Organización

5.1.1. Solicitud de Análisis o Prueba y Muestreo

5.1.2. Registro en Control Maestro

5.1.3. Elaboración de Análisis o Prueba

5.1.4. Registro de Resultados

5.1.5. Elaboración del Informe de Resultados
y Envío del mismo.

5.2. Personal

5.3. Diseño

5.4. Ubicación

CAPITULO 6. PRESUPUESTO DE INVERSION

6.1. Costo Local

6.2. Costo de Servicios (Material y mano de obra)

6.3. Costo Equipo de Laboratorio

6.4. Costo Material Laboratorio y Reactivos

6.5. Costo Mobiliario.

6.6. Costo Equipo Seguridad

6.7. Inversión Total

CAPITULO 7. CONCLUSIONES

BIBLIOGRAFIA

I N T R O D U C C I O N

La instalación del LABORATORIO DE CONTROL DE CALIDAD en la empresa proporcionará ayuda técnica y científica para la vigilancia de ciertos parámetros con los cuales se asegura la calidad del producto final, de tal forma que al ser usado tenga la funcionalidad que de él sea requerida.

Para cumplir con las premisas arriba mencionadas el LABORATORIO DE CONTROL DE CALIDAD deberá encaminar sus tareas hacia el control de tres aspectos primordiales y que son:

- a) Materias Primas
- b) Variables y/o Parámetros de Proceso
- c) Producto terminado

Los aceites sulfatados y/o sulfonados son triglicéridos a los cuales se les ha introducido un grupo $-SO_3$ en su molécula, que actuará como grupo hidrofílico en un sistema acuoso, proporcionándoles propiedades emulsionables y detergentes.

Estos aceites tienen su principal aplicación dentro de la industria de la curtadura, durante la etapa denominada "ENGRASADO" de la piel. El aceite sulfatado y/o sulfonado

tiene como finalidad el penetrar entre las fibras de la piel para comunicarle una suavidad permanente, lubricando las fibras y permitiéndole tener movimiento, evitando así las aglomeraciones de las fibras entre sí que podría provocarse después de la rehumidificación y secado que sufre el cuero durante el uso y de esta forma se mejora la resistencia a la rotura.

C A P I T U L O 1

CONCEPTOS TEORICOS1.1. Estructura y Composición de Aceites y Grasas.

Desde un punto de vista químico los aceites y las grasas son sustancias de origen animal o vegetal, que consisten predominantemente en mezclas de ésteres de la glicerina con los ácidos grasos, es decir TRIGLICERIDOS.

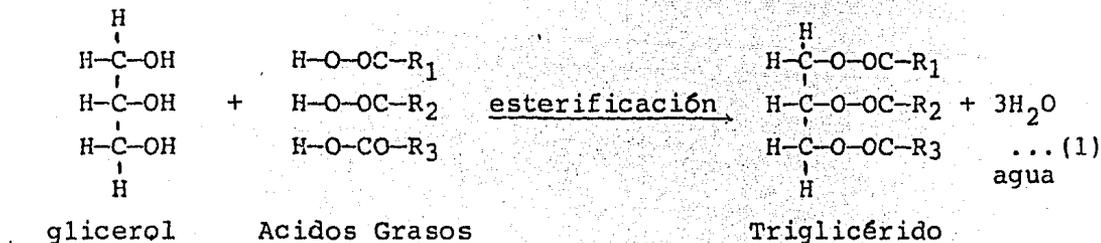
En general el término "GRASA" se utiliza para referirse a materiales sólidos a temperatura ordinaria, mientras que "ACEITE" se refiere a los que son líquidos a las mismas condiciones.

1.1.1. Glicéridos.

Se denomina así a los ésteres cuyo alcohol es la glicerina o glicerol. Pueden clasificarse como monoglicéridos, diglicéridos y triglicéridos, según los radicales ácidos grasos que contiene y, por consiguiente, los grupos de hidroxilos libres.

Así, un triglicérido puede considerarse por la conden

sación de una molécula de glicerol con tres de ácidos grasos, para dar tres moléculas de agua y una de triglicérido (grasa).



Si los tres ácidos grasos son idénticos ($\text{R}_1=\text{R}_2=\text{R}_3$), se obtiene un triglicérido simple y si son diferentes uno mixto. ($\text{R}_1\neq\text{R}_2$ ó $\text{R}_2\neq\text{R}_3$ ó $\text{R}_1\neq\text{R}_3$).

En general, las grasas son glicéridos mixtos. Los glicéridos simples aparecen solamente por excepción y se encuentran en escasos número de grasas.

Los monoglicéridos y diglicéridos se encuentran en cantidades apreciables en las grasas que han sido parcialmente hidrolizadas, aunque pueden sintetizarse y tienen apreciables aplicaciones industriales.

1.1.2. Acidos Grasos.

El peso de los átomos de la porción C_3H_5 de la molécula de un triglicérido es 41 y la suma de los pesos de los átomos de los radicales de ácidos grasos ($\text{R}-\text{CO}.0$), que compren-

den el resto de la molécula, varía entre 650 y 970 en los diferentes aceites, es decir, que los ácidos grasos constituyen el 94-96% del peso de la molécula.

Por esta causa y debido a que los ácidos grasos constituyen la parte activa de la molécula, éstos ejercen una marcada influencia en el carácter de la grasa.

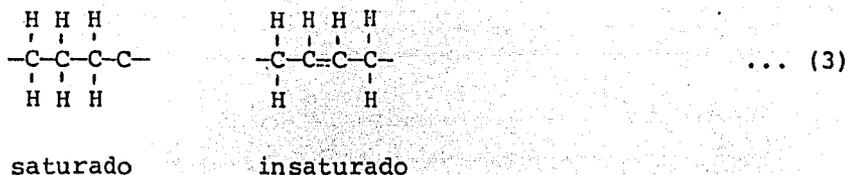


P.M. 41 P.M. 650 a 970

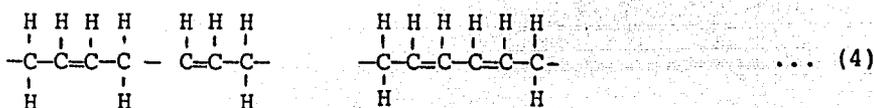
triglicérido

Los ácidos grasos que se encuentran en la naturaleza, en general, son compuestos alifáticos monobásicos, que contienen casi invariablemente un solo grupo carboxilo situado en el extremo de la cadena carbonada lineal, y con un número par de átomos de carbono a excepción del ácido isovaleriánico.

Los ácidos grasos en los que los átomos de carbono de la cadena están unidos a no menos de 2 átomos de hidrógeno se llaman SATURADOS. Los que contienen dobles enlaces entre carbono y carbono se denominan INSATURADOS.



Los ácidos grasos poli-insaturados pueden ser del tipo conjugado o no conjugado, según la posición del doble enlace dentro de la cadena carbonada.



Cadena Acido Graso
No Conjugado

Cadena Acido Graso
Conjugado

La reactividad y otras propiedades físicas son consecuencia de la posición y número de dobles enlaces.

El grado medio de insaturación de una grasa o de una mezcla de ácidos grasos se mide por: su INDICE DE IODO y el PESO MOLECULAR MEDIO, o por el INDICE DE SAPONIFICACIÓN o EQUIVALENTE DE SAPONIFICACION, o sus similares INDICE DE NEUTRALIZACION o EQUIVALENTE DE NEUTRALIZACION.

En la tabla No. 1 y 2 se muestran los ácidos grasos más comúnmente presentes en aceites y grasas, así como los pesos moleculares, índice de neutralización e índice de saponificación de su triglicérido correspondiente.

T A B L A 1

PESOS MOLECULARES E INDICES DE SAPONIFICACION DE LOS ACIDOS GRASOS SATURADOS Y SUS TRIGLICERIDOS

Nombre común	Nombre sistemático	Número de átomos de C	Peso molecular del ácido.	Peso molecular del triglicérido.	Índice de neutralización del ácido.	Índice de saponificación del triglicérido.
Butírico	Butanoico	4	88,10	302,4	636,8	556,6
Caprónico	Hexanoico	6	116,16	386,5	483,0	435,5
Caprílico	Octanoico	8	144,21	470,7	389,0	357,6
Caprínico	Decanoico	10	172,26	554,8	325,7	303,4
Láurico	Dodecanoico	12	200,31	639,0	280,1	263,4
Mirístico	Tetradecanoico	14	228,36	723,1	245,7	232,8
Palmítico	Hexadecanoico	16	256,42	807,3	218,8	208,5
Estearico	Octadecanoico	18	284,47	891,5	197,2	188,8
Aráquico	Eicosanoico	20	312,52	975,6	179,5	172,5
Behénico	Docosanoico	22	340,57	1 059,8	164,7	158,8
Lignocerínico	Tetracosanoico	24	368,62	1 143,9	152,2	147,1
Isovaleriánico	-	5	102,13	344,4	549,3	488,7

PESOS MOLECULARES E INDICES DE SAPONIFICACION DE ACIDOS GRASOS INSATURADOS Y SUS TRIGLICERIDOS

Acido graso	Núm. de átomos de C	Núm. de enlaces dobles.	Peso molecular del ácido.	Peso molecular del triglicérido.	Indice de neutralización del ácido	Indice de saponificación del triglicérido.
Decenoico	10	1	170,24	548,8	329,6	306,7
Dodecenoico (Lauroleico)	12	1	189,29	632,9	282,9	265,9
Tetradecenoico (miristoleico)	14	1	226,34	717,1	247,9	234,7
Hexadecenoico (Palmitoleico)	16	1	254,39	801,2	220,5	210,1
Octadecenoico (oleico, etc.)	18	1	282,44	885,4	198,6	190,1
Eicosenoico (gadoleico)	20	1	310,50	969,5	180,7	173,6
Docosenoico (erúxico, etc.)	22	1	338,55	1 053,7	165,7	159,7
Tetracosenoico (selacoleico)	24	1	366,60	1 137,9	153,0	147,9
Octadecadienoico (linólico)	18	2	280,43	879,3	200,0	191,4
Hexadecatrienoico	16	3	250,36	789,2	224,1	213,3
Octadecatrienoico (linoléxico)	18	3	278,41	873,3	201,5	192,7
Octadecatetraenoico	18	4	276,40	867,3	203,0	194,1
Eicosatetraenoico (arquidónico, etc.)	20	4	304,45	951,4	184,3	176,9
Eicosapentaenoico	20	5	302,43	945,3	185,5	178,1
Docosapentaenoico	22	5	330,49	1 029,5	169,8	163,5
Docosaheptaenoico	22	6	328,47	1 023,5	170,8	164,4
Tetracosapentaenoico	24	5	358,54	1 113,7	156,5	151,1
Tetracosahexaenoico	24	6	356,52	1 107,6	157,4	152,0
Hexacosapentaenoico	26	5	386,59	1,197,8	145,1	140,5
Hexacosahexaenoico	26	6	384,57	1,191,8	145,9	141,2
Ricinoleico	18	1	298,44	933,4	188,0	180,3
Licánico	18	3	292,39	915,2	191,9	183,9

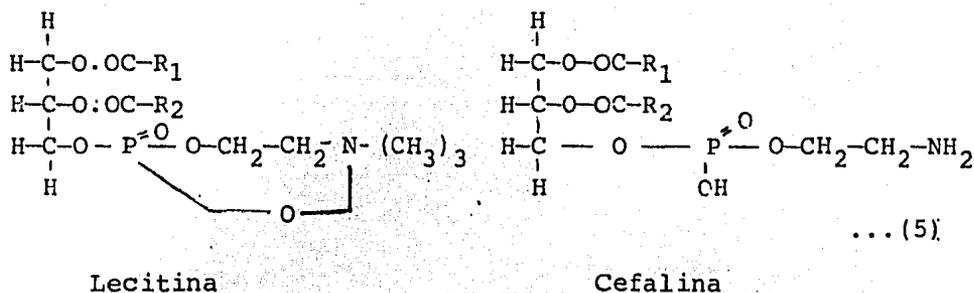
1.1.3. Componentes no glicéridos y de grasas y aceites.

Estos compuestos a los que nos referiremos aquí pueden ser total o parcialmente eliminados en los procesos de refinación, algunos de ellos son resistentes a estos procesos, y como no presentan color, sabor u olor y son inertes desde el punto de vista químico y no tienen mucha importancia. Sin embargo, existen algunos compuestos con propiedades antioxidantes o color o sabor, que pueden afectar las propiedades del aceite, aún presentes en mínimas cantidades.

Los productos comúnmente separados por refinación pueden considerarse que están constituidos por fosfátidos, hidratos de carbono y sus derivados, fragmentos proteínicos, y resinas diversas. Además, en la refinación alcalina, se separan ácidos grasos libres, resultado de la hidrólisis parcial del éster y, por otro lado, se separan esteroides; pigmentos - carotenoides, y otros.

a) FOSFATIDOS.- Constituidos por un polialcohol esterificado con un ácido graso y ácido fosfórico. El ácido fosfórico está a su vez combinado con un compuesto básico nitrogenado.

Los dos fosfátidos más comunes son: la LECITINA y la CEFALINA.



b) ESTEROLES.- Se encuentran en todas las grasas y aceites naturales y constituyen en su mayoría la materia insaponificable, son químicamente inertes y por lo general no toman parte en ninguna propiedad del aceite. Su recuperación tiene cierto interés pues son materia prima en la elaboración de hormonas sexuales y preparación artificial de vitamina D. Estos son removidos en las etapas de refinación y deodorización.

El principal esteroles de las grasas animales es el COLESTEROL, $\text{C}_{27}\text{H}_{46}\text{O}$; y los esteroleles de los aceites vegetales son en su mayoría una mezcla de estos comunmente llamados: fitosteroleles.

c) ALCOHOLES SUPERIORES.- Los alcoholeles grasos superiores, ya sea libres o combinados forman con los ácidos grasos ceras, y se encuentran en muchos aceites de animales marinos, pero en aceites vegetales o animales terrestres solo se encuentran en pequeñas cantidades.

d) CAROTENOIDES.- El color característico amarillo rojizo de la mayoría de aceites y grasas se debe a la presencia de estos pigmentos. . Estos son generalmente removidos en los procesos de refinación alcalina y blanqueo.

e) TOCOFEROLES.- Son compuestos antioxidantes, presentes en casi todos los aceites. Lo constituyen: vitamina A, vitamina E (aceites vegetales), y vitamina D (aceites de pescado).

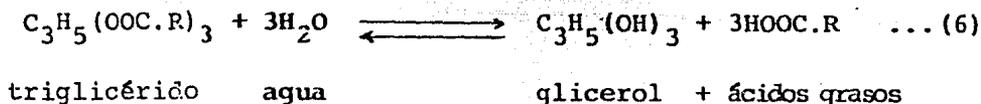
1.2. Principales Reacciones de Grasas y Aceites.

Las reacciones que aquí se presentarán en forma breve, tienen su importancia, ya sea por su aplicación en procesos industriales o por ser la base de métodos analíticos comunes.

Como se mencionó anteriormente los ácidos grasos constituyen la parte activa de la molécula del triglicérido, y las reacciones se producen en los ácidos grasos y se lleva a efecto con igual facilidad, en los glicéridos, ésteres o sales de los ácidos.

1.2.1. Reacciones en los triglicéridos.

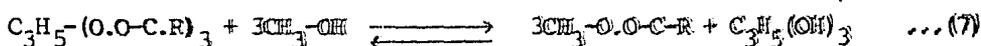
a) HIDROLISIS.- La hidrólisis de una grasa en condiciones adecuadas producen ácidos grasos y glicerol.



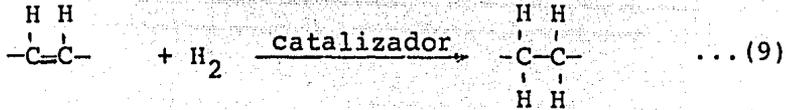
La reacción es reversible, de manera que si no se separan los reactivos y productos del medio, se lleva a cabo la reacción contraria. Un alto grado de hidrólisis se asegura por la adición de un exceso de agua y continuas extracciones de la fase acuosa rica en glicerol, reemplazandola con agua fresca. La reacción es catalizada por ácidos o por compuestos que forman jabones con ácidos grasos y enzimas lipolíticas.

b) ESTERIFICACION.- Es la reacción inversa a la hidrólisis, y se puede alcanzar con la eliminación total del agua del medio de reacción. En otros casos se puede llevar a cabo entre algún otro alcohol de tipo mono o polivalente, distinto al glicerol, y los ácidos grasos. El exceso de alcohol, durante la esterificación, puede producir formación de ésteres parciales como los mono y diglicéridos.

c) INTERESTERIFICACION (Transesterificación). Los ésteres de los alcoholes más sencillos (etílico y metílico) - se pueden preparar por reacción directa entre la grasa y el alcohol, de la que es desplazado el glicerol



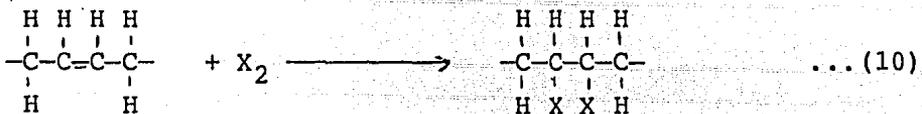
enlaces de los ácidos insaturados, para formar los correspondientes ácidos saturados o al menos reducir su grado de insaturación.



La hidrogenación es un procedimiento de transformación de los aceites líquidos en grasas semisólidas, adecuadas para la fabricación de margarina o grasas de cocina.

Teóricamente la fijación de hidrógeno es el mejor índice de insaturación de una grasa, puesto que éste se adiciona cuantitativamente, sin la posibilidad de que se incomplete o produzca reacciones secundarias; sin embargo la medición del INDICE DE HIDROGENO, rara vez se determina debido a la dificultad de su medición exacta.

b) HALOGENACION.- El cloro, bromo, iodo, pueden adicionarse al doble enlace de un ácido insaturado, tal como aquí se indica



X = halógeno

La adición cuantitativa del yodo es la base del INDICE DE IODO, el cual es un parámetro que indica el grado de insaturación de una grasa o un ácido graso. Este índice representará el verdadero grado de insaturación cuando los dobles-enlaces del ácido graso no sean conjugados; en caso contrario la absorción no es cuantitativa.

Otro parámetro de importancia que tiene su fundamento en esta reacción es el INDICE de HEXABROMURO.

c) ADICION DE TIOCIANOGENO.- La adición del radical tiocianógeno (SCN) al doble enlace, es similar al del yodo, esto es, la reacción es cuantitativa y es la base en la determinación del INDICE DE TIOCIANOGENO.

d) SULFONACION.- Los ácidos grasos no saturados reaccionan fácilmente con el ácido sulfúrico concentrado, produciéndose la introducción de un grupo sulfato ($-\text{OSO}_2-\text{OH}$) o sulfonato ($-\text{SO}_2-\text{OH}$).

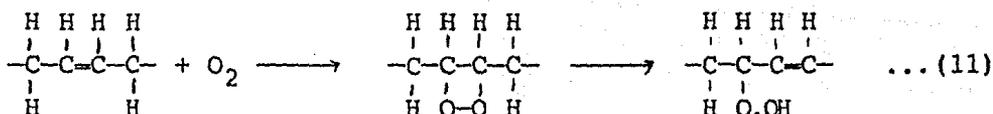
Esta reacción es la base de la preparación de los "ACEITES SULFONADOS", de gran uso en la industria de la curtidura, y textil. Esta reacción se tratará más ampliamente en el capítulo 2.

e) OXIDACION QUIMICA.- Los ácidos grasos y sus ésteres

res se oxidan fácilmente, por la acción de agentes oxidantes comunes, tales como ácido crómico y nítrico, ozono, permanganato potásico, el peróxido de hidrógeno y diferentes perácidos como: el perbenzoico, persulfúrico y peracético. Los ácidos saturados pueden oxidarse también por los mismos oxidantes, aunque más lentamente.

f) OXIDACION ATMOSFERICA.- Desde un punto de vista práctico, en la oxidación se pueden distinguir dos comportamientos, uno para las grasas altamente insaturadas, en las cuales suele producirse una polimerización, y otra para las menos insaturadas en las que conduce a un "ENRARECIMIENTO", que provoca algunos perjuicios en grasas comestibles.

La oxidación atmosférica se caracteriza por la formación de un peróxido según la reacción:



Los peróxidos formados pueden ser cuantificados por la medición del INDICE DE PEROXIDO.

g) POLIMERIZACION.- Se puede efectuar, prácticamente, a temperatura ambiente, aun sin presencia de oxígeno, simplemente por la elevación de la temperatura, produciéndose la po

limerización de los ésteres de los ácidos grasos altamente in saturados.

La polimerización de las grasas está influida por el alcohol que forma el triglicérido. Las moléculas del triglicérido se combinan fácilmente unas con otras, para formar sólidos sin punto de fusión, es decir "geles", propiedad que se aprovecha en la manufactura de pinturas y barnices.

1.3. Propiedades Físicas de Aceites y Grasas.

Las propiedades físicas de las grasas y aceites tienen gran importancia en la práctica, tanto en los procesos de fabricación y aplicación de los aceites como, en los métodos de análisis, ya que proporcionan información relevante del producto y resultan menos complicados que algunos ensayos químicos.

1.3.1. Viscosidad.

La viscosidad de los aceites es relativamente alta, debido a su estructura de largas cadenas en sus moléculas de glicéridos. En general, la viscosidad de los aceites disminuye con un aumento de su grado de insaturación, por otro lado, los que contienen ácidos grasos de bajo peso molecular son, menos vis

cosos que aquellos cuyo grado de saturación es equivalente, - pero continen solamente ácidos de peso molecular elevado.

La viscosidad de los aceites disminuye marcadamente - por la adición de un disolvente orgánico.

Los aceites sometidos a algún tratamiento como puede ser, hidrogenación, oxidación (soplado de aire) o polimerización, aumenta con relación al aceite sin tratar.

1.3.2. Densidad.

La densidad de los ácidos grasos y sus glicéridos, - aumenta al disminuir su peso molecular y al aumentar su grado de insaturación.

La densidad de los aceites no difiere mucho en la mayoría de los aceites y ésta es de 0.914-0.964 a 15°C.

1.3.3. Punto de Fusión.

Los puntos de fusión de las grasas están reflejados - por los puntos de fusión de los mono, di y triglicéridos que los componen. En general los puntos de fusión aumentan con - la longitud de la cadena y disminuyen con el aumento de la in saturación.

Los ácidos grasos y sus triglicéridos son polimórficos, es decir que solidifican en diferentes formas cristalinas, que son lo suficientemente estables para mostrar diferentes puntos de fusión, densidad, etc.

1.3.4. Punto de Humo, Inflamación y de Combustión.

Los puntos de humo, inflamación y combustión de una grasa son la medida de la estabilidad térmica, cuando se calientan en contacto con aire. El punto de humo, es la temperatura a la que los productos de la descomposición del aceite se desprenden en cantidad suficiente para hacerse visible; -- punto de inflamación, es la temperatura a la que estos productos se desprenden a un ritmo tal, que son capaces de inflamarse; y el punto de combustión es la temperatura a la que se sostiene la combustión.

Estos parámetros varían de acuerdo con el contenido de ácidos grasos libres, ya que los ácidos grasos son menos estables que los glicéridos. El grado de insaturación de un aceite tiene poco efecto sobre estas propiedades.

1.3.5. Solubilidad y Miscibilidad.

A temperaturas superiores a su punto de fusión, tanto las grasas como los ácidos grasos, son totalmente miscibles -

en una gran variedad de hidrocarburos, ésteres, éteres, cetonas, etc. La miscibilidad incompleta con disolventes orgánicos es excepcional.

Los compuestos grasos presentan, en general, una desviación positiva del valor ideal cuando se disuelven en compuestos orgánicos, esto indica que la solubilidad a una temperatura determinada es menor a la de la solución ideal.

1.3.8. Índice de Refracción.

El índice de refracción de las grasas es un dato de gran interés, por la estrecha relación que tiene con el peso molecular medio y el grado de insaturación. Es una característica muy útil para clasificar rápidamente aceites de identidad desconocida u observar el avance en una hidrogenación catalítica.

En la relación del índice de refracción, la estructura y composición de los ácidos grasos y sus glicéridos se puede generalizar que este aumentará con la longitud de la cadena hidrocarbonada y el número de dobles enlaces presentes en ella.

1.4. DEFINICION DE ALGUNOS TERMINOS EMPLEADOS (QUIMICA ANALITICA)

- Solución Titulada o Valorada. Son soluciones en -- las cuales las concentraciones están referidas, por regla general, al "peso equivalente" de la sustancia activa que tenga disuelta.

- Peso equivalente o gramo equivalente. También simplemente denominada "equivalente", es la cantidad en gramos - de la sustancia que corresponde a un átomo gramo de hidrógeno.

$$\text{Peso equivalente} = \frac{\text{Peso Molecular del soluto}}{\text{No. Hidrógenos equivalentes o sustituibles}}$$

- Miliequivalente (meq). Es el peso equivalente divi dido entre mil.

- Normalidad o solución normal. Se dá el nombre de - normalidad de una solución a la relación que existe entre el peso de la sustancia activa contenido en un litro de esa solu lu ción y el peso de la misma sustancia contenido en un litro de solución exactamente normal o a su peso equivalente.

- Tara. Peso del material en gramos o mg.

C A P I T U L O 2

ACEITES SULFONADOS (SULFATADOS Y SULFITADOS)

Los aceites sulfonados son agentes surfactantes o tensoactivos de tipo aniónico, empleados desde hace más de un siglo en la lubricación de fibras textiles, en la industria de la curtidura y en menor proporción en la metal-mecánica.

Los aceites sulfonados son clasificados como agentes-secantes o emulsionantes, más que como detergentes.

Estos aceites son triglicéridos a los cuales se les introduce un grupo $-SO_3-$ dentro de su molécula. Este grupo puede estar presente en dos distintas combinaciones, una en la cual se presenta una unión carbono-oxígeno-azufre - - - - ($-C-O-SO_2-$) y otra la unión es carbono-azufre-oxígeno ($-C-SO_3-$).

Comunmente a estos aceites se les denomina SULFONADOS, indistintamente, dada su estrecha relación pero es preciso -- distinguirlos puesto que sus propiedades y comportamiento varían completamente.

En el primer caso encontramos que el azufre se encuentra en estado de oxidación 6+ de acuerdo con la estructura - de la figura No. 1, los aceites en los cuales se presente este tipo de estructura se denominan "ACEITES SULFATADOS"

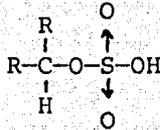


Fig. 1. Estructura de los aceites sulfatados.

En el segundo caso el átomo de azufre se encuentra en estado de oxidación 4+, de acuerdo con la estructura mostrada en la figura No. 2, a estos compuestos se les denomina "SULFONATOS" y a los aceites en los que se presenta esta unión se les denomina ACEITES SULFONADOS.

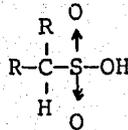


Fig. No. 2. Estructura de los aceites sulfonados.

Existe la posibilidad de la formación de una tercera estructura, en ésta se presentará un enlace carbono-oxígeno--azufre, con el azufre en estado de oxidación 4+, tal como se-

indica en la figura No. 3, aquí encontramos la presencia del grupo SULFITO (SO_3^-), por lo que a los aceites en que se presente esta estructura se denominan ACEITES SULFITADOS.

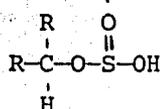


Fig. No. 3. Estructura de los aceites sulfitados.

Esta última especie es muy inestable, pues se oxida inmediatamente, lo que impide que se presenten estos tipos de compuestos.

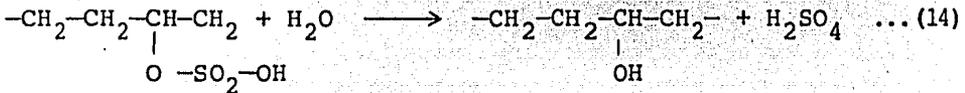
Cabe hacer mención que a los aceites SULFONADOS también se les conoce en el medio industrial y/o comercial como ACEITES SULFITADOS, ya que estos se producen por la acción -- del bisulfito o sulfito de sodio.

Para fines de este trabajo nos referiremos a ellos como aceites SULFATADOS y SULFITADOS, respectivamente.

2.1. Aceites Sulfatados.

En la mayoría de las grasas y aceites la sulfatación se efectúa con ácido sulfúrico, como principal agente sulfatante sobre la doble ligadura de la unión carbono-carbono, --

Así mismo se forman en pequeñas cantidades sulfonatos e hidrácidos, estos últimos como consecuencia de la hidrólisis de los sulfatos de los ácidos grasos durante el lavado y neutralización.



En aceites altamente insaturados, como los aceites de pescado, se produce la oxidación de los ácidos grasos no saturados, acompañados de la polimerización de los productos de oxidación.

En la sulfatación del aceite de ricino, para la producción de Aceite Rojo Turco, la sulfatación se efectúa más fácilmente en el grupo hidroxilo del ácido ricinoleico, que en los dobles enlaces de los ácidos grasos no saturados, por lo que se producen menos reacciones secundarias que en la sulfatación de otros aceites.

2.1.1. Descripción del Proceso de Fabricación. (Proceso Batch).

a) Materias Primas.

-Aceite de pescado.- Puede ser de cualquier tipo, anchoveta, sardina, esperma de ballena, bacalao, etc., este

aceite debe de tener un alto índice de yodo (mín. 110), exento de humedad, índice de acidez de 0-25 mg KOH y un índice de saponificación de 180 a 190.

- Acido Sulfúrico (H_2SO_4) concentración 98%
- Sosa cáustica (NaOH) concentración 50%
- Sulfato de Sodio (primera carga)
- Agua

b) Equipo

- Tanques de almacenamiento (aceite, pescado, NaOH, H_2SO_4).
- Reactor de sulfatación de fierro con camisa de plomo, provisto de serpentín de enfriamiento o chaqueta, agitador, tipo propela y/o turbina, termómetro, descarga inferior.
- Tanques de decantación, para lavado y neutralización de madera o fierro recubierto con resina epóxica o fibra de vidrio, de fondo cónico o bien inclinado, previsto de agitación y con descarga inferior y mirilla.
- Tanques de depósito de aguas de lavado (agua de sal o agua con Na_2SO_4)

c) Variables críticas de Proceso.

- c.1) Concentración.- El aceite de pescado deberá de -

tener preferentemente un alto índice de iodo, máximo si se -- desea producir un aceite de alta sulfatación ($\%SO_3 \geq 5$).

La proporción de ácido sulfúrico al 98% respecto al - aceite de pescado será de mucha importancia en la producción - de aceites de alta, media o baja sulfatación.

Por lo tanto debe considerarse tanto el índice de io- do como la cantidad de ácido sulfúrico para la producción del aceite sulfatado según sea requerido.

c.2) Temperatura y Tiempo de Reacción.- Existen dos - procesos comerciales según sea el tiempo y temperatura a la - cual se efectúe la sulfatación, uno a baja temperatura (máxi- mo 35°C) con un correspondiente período largo de reacción y - otro a alta temperatura (máximo 55°C) con un período corto de reacción comercialmente a estos métodos se les denomina, "al- to" y "rápido" respectivamente, el primero produciendo gran - cantidad de sulfatos y sulfonatos, y el segundo produce más - hidróxiácidos y otros productos secundarios.

c.3) Agitación.- Conforme transcurre la reacción de - sulfatación del aceite este aumenta su viscosidad, lo cual -- puede producir una ineficiencia en el intercambio de calor y traer como consecuencia un producto de baja calidad y/o redu- cir la productividad.

Los dos tipos de agitadores que comercialmente se emplean son el tipo turbina y/o el tipo propela.

2.1.2. Descripción del Proceso y Diagrama de Flujo (Fig. no. 4)

a) El aceite de pescado se carga en el reactor de sulfatación, se pone en marcha la agitación y se empieza a circular el agua de enfriamiento.

b) El ácido sulfúrico al 98% es bombeado, manteniendo la temperatura de reacción (aprox. 35°C), por medio de la circulación del agua de enfriamiento. Se mantiene bajo agitación después de haber terminado de adicionar el ácido sulfúrico y continuar hasta completar la sulfatación y luego,

c) Se vacía la masa de aceite sulfatada al tanque de decantación donde previamente se ha cargado el sulfato de sodio disuelto en agua (agua de sal), para el lavado del aceite.

d) La temperatura se elevará. Se mezclan el aceite sulfatado y la solución de sulfato de sodio por un tiempo y luego se dejan en reposo por un tiempo largo, produciéndose en este tiempo la decantación del agua ácida (agua y H_2SO_4 que no reacciona).

e) Se desaloja la capa de agua ácida por la válvula de descarga y se envía a los tanques de depósito de agua de lavado.

f) El sulfácido se neutraliza con solución de NaOH al 50%, y se decanta el Na_2SO_4 formado en la neutralización.

g) Se ajustan los parámetros de contenido de humedad, alcalinidad, pH, emulsión, etc.; según sea requerido en la -- etapa de acabado.

2.1.3. Parámetros de Control.

a) Materias Primas.

Aceite de Pescado.

Indice acidez (0-25 mg KOH)

Indice de saponificación (180-190)

Indice de iodo (mín. 110)

Acido Sulfúrico 98% pureza.

Titulación con NaOH 0.5 N ó 1 N

Sosa Cáustica 50%

Titulación con HCl 0.5 N.

b) Proceso

% SO_3 total, combinado, neutro.

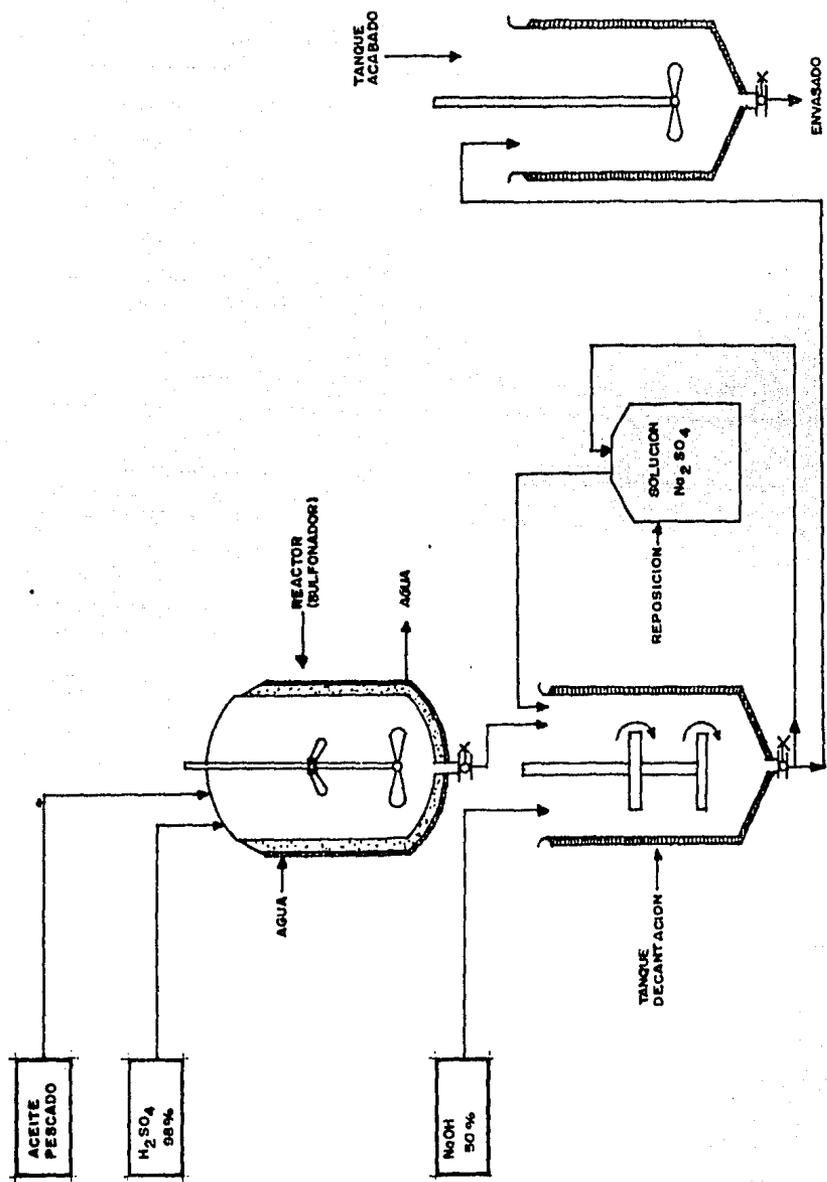
Viscosidad.

c) Producto Terminado.

Humedad

Cenizas

Alcali Total



GERARDO TRUEBA GRACIAN

FIGURA No. 4

DIAGRAMA DE FLUJO
 PRODUCCION DE ACEITES SULFATADOS

Emulsión en agua

%SO₃ total, neutro, combinado

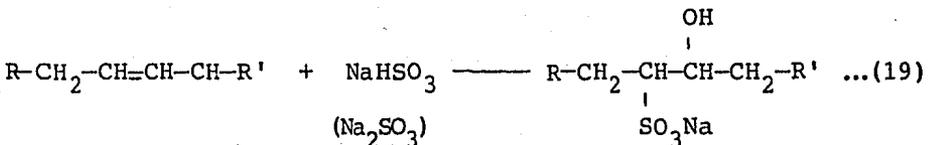
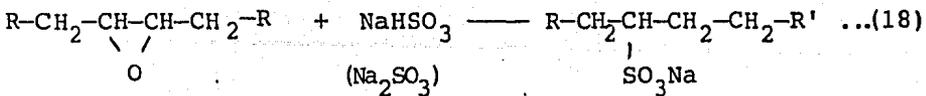
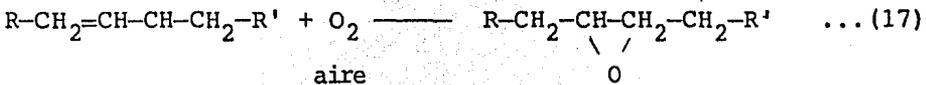
peso específico

pH.

2.2. Aceites sulfitados (sulfonatos)

La sulfonación de los ácidos grasos insaturados con sulfito o bisulfitos produce los sulfonatos metálicos correspondientes. Esta reacción son también conocidas como SULFITACION o BISULFITACION.

En la producción de aceites SULFITADOS, el aceite se oxida por el burbujeo de oxígeno, con lo cual se produce un óxido y posteriormente se tratan con el sulfito o bisulfito de sodio para producir el sulfonato correspondiente.



Los aceites sulfatados a diferencia de los sulfatados, muestran una remarcada estabilidad después de un calentamiento prolongado, y los aceites sulfatados son inestables en hidrólisis ácida. Esta diferencia es la base de los métodos analíticos en su identificación o en la cuantificación de $-\text{SO}_3$ combinado.

La caracterización completa de los productos resultantes tanto de la sulfatación como de la sulfitación de los aceites es una cuestión muy difícil, pero es posible hacer una separación burda de las muestras, en aceite neutro o que no ha reaccionado, ácidos grasos sin reaccionar y productos sulfonados.

Resulta obvio, que un solo aceite puede dar productos sulfatados o sulfitados, según sea el caso, de características ampliamente diferentes, de acuerdo con el grado de sulfatación o sulfitación ($\% \text{SO}_3$ combinado) que ha tenido lugar y con las reacciones secundarias que se hayan desarrollado. El proceso de sulfatación o sulfitación se varía frecuentemente, para fijar las condiciones del producto terminado. Así para algunos propósitos es deseable que los aceites sulfonados formen una solución totalmente límpida en agua; pero en otras aplicaciones, sólo se necesita que el aceite sulfonado forme una emulsión en agua.

Como agentes tensoactivos, los aceites sulfatados y

sulfitados tienen la ventaja sobre los jabones de ser eficaces en solución ácida. Son también menos sensibles a las aguas duras aunque todavía son capaces de formar sales insolubles de magnesio y calcio.

2.2.1. Descripción del Proceso de Fabricación de Aceites Sulfitados.

a) Materias Primas.

-Aceite de Pescado. Similar a los requeridos para la elaboración de aceites sulfatados, aunque pueden contener un menor índice de iodo.

-Bisulfito de sodio anhidro.- De alta pureza (97%)

-Agua

-Oxígeno. Aire comprimido 3 Kg/cm²

b) Equipo.

-Tanque almacenamiento para aceite pescado.

-Reactor de acero inoxidable tipo 316, con serpentín de aire comprimido, chaqueta para vapor y agua de enfriamiento, agitador tipo propela y/o turbina, termómetro, hasta 120°C, descarga inferior; aislado.

-Tanque de acabado, de acero inoxidable, con agitador tipo turbina, chaqueta para vapor y agua de enfriamiento, descarga inferior.

-Tanque para preparación y bombeo de solución del bisulfito de sodio.

c) Variables críticas de proceso.

c.1) Oxidación del Aceite. Los aceites sulfitados o sulfoxidados, previamente se oxidan por la adición del O_2 en las dobles ligaduras de los ácidos grasos insaturados, esto se podrá reflejar en una disminución del índice de iodo del aceite o por un aumento en su viscosidad.

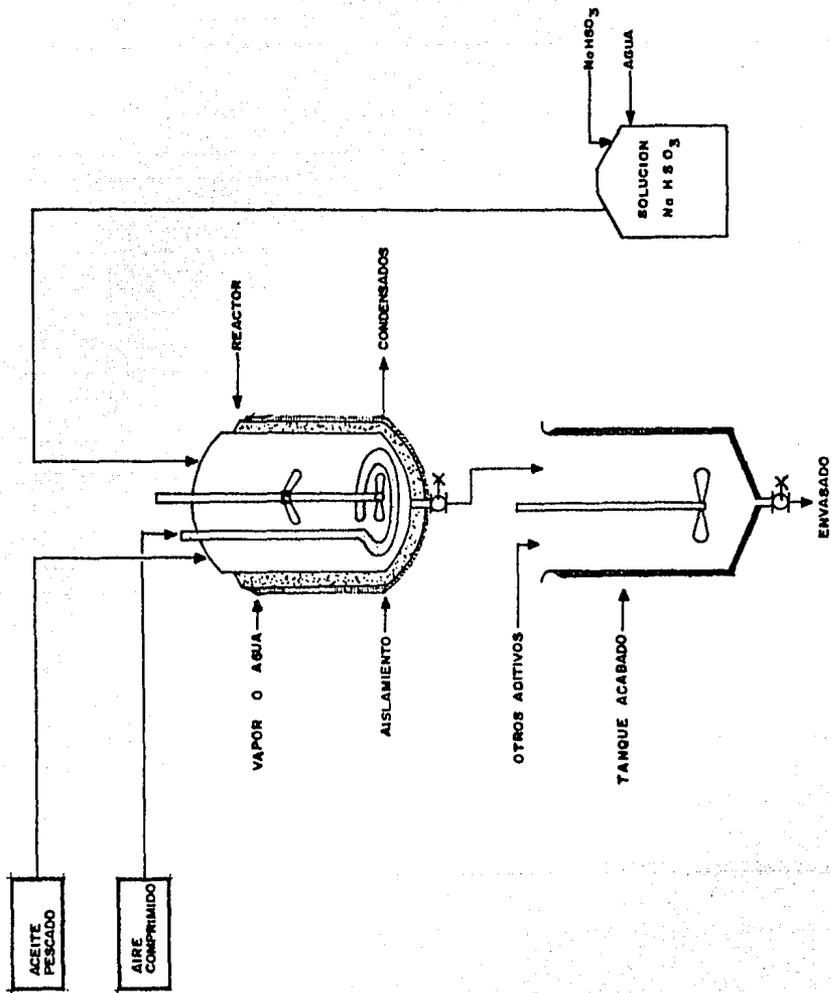
c.2) Temperatura. Tanto la oxidación como la sulfitación son favorecidos a temperaturas elevadas ($85^{\circ}C-92^{\circ}C$).

El aumento en la viscosidad puede provocar ineficiencia en el sistema de intercambio de calor y no completar la oxidación del aceite.

c.3) Tiempo. Tanto el tiempo de "soplado" del aceite como el de la adición de la solución de $NaHSO_3$ son largos, por lo que deberá de vigilarse que las condiciones sean las adecuadas para no prolongar en exceso el proceso.

2.2.2. Descripción del Proceso y Diagrama flujo (fig. no. 5).

a) Se carga el aceite de pescado en el reactor y se --



GERARDO

TRUEBA

GRACIAN

FIGURA No. **5**

DIAGRAMA DE FLUJO
PRODUCCION DE ACEITES SULFITADOS

inicia la agitación y el calentamiento con vapor por la chaqueta, hasta una temperatura entre 85-92°C. Se inicia la introducción de aire por el serpentín y se mantiene la temperatura. Se da por terminada la insuflación cuando el índice de iodo del aceite haya disminuido en aproximadamente 30-35 puntos.

b) En un tanque se prepara la solución de bisulfito de sodio (solución al 40%) y se bombea al reactor que contiene el "pescado oxidado". La temperatura se mantendrá bajo -- agitación constante.

El producto deberá tener, al final un %SO₃ de 2.8 a - 3.2. Es también importante en esta etapa controlar el contenido de humedad, manteniendo un 10% de agua cuando menos.

c) El aceite sulfitado se envía al tanque de acabado donde se ajustarán los parámetros adecuados como %Humedad, pH, emulsión, alcalinidad, etc. En caso de requerirse algún emulsionante se añade en esta etapa. (nonil-fenol-etoxilado).

2.2.3. Parámetros Control.

a) Materia Prima

- aceite de pescado

Índice acidez (0-25 mg KOH)

Índice saponificación (180-190)

Materia insaponificable

Indice iodo (110)

- Bisulfito de sodio 97%

b) Proceso

Viscosidad y/o indice de iodo.

% SO_3 total, neutro, combinado.

Humedad.

c) Producto terminado

Humedad

Cenizas

Alcali total

Emulsión en agua

% SO_3 total, neutro, combinado

Peso específico

pH.

C A P I T U L O 3

DESCRIPCION DE PRUEBAS Y METODOS DE ANALISIS

PRUEBA No. 1 HUMEDAD Y MATERIA VOLATIL (Método Plato Caliente)

OBJETIVO:

Determinar el contenido de agua y material volátil que esté presente en la muestra.

APARATOS:

- Crisol de platino o cápsula de porcelana tarada.
- Soporte universal o tripie y tela de alambre con asbesto.
- Mechero o (cualquier otro medio de calentamiento).
- Pinzas.
- Desecador con material desecante (CaSO_4 anhidro o $\text{Ba}(\text{ClO}_4)_2$ anhidro o $\text{Mg}(\text{ClO}_4)_2$ anhidro).
- Balanza.
- Vidrio de reloj.

MUESTRA:

- 5 gr. de aceite. (Anotar el peso exacto de la muestra).

REACTIVOS:PROCEDIMIENTO:

1. Tarar el crisol o cápsula.
2. Añadir al crisol o cápsula 5 gr. de muestra y volver a pesar.
3. Evaporar el agua; póngase a calentar a fuego lento sobre la tela de alambre con asbesto el crisol o cápsula con la muestra. Tener cuidado con el desparramamiento de la muestra por la formación de espuma, removiendo constantemente el crisol durante el calentamiento.
4. Cuando la espuma desaparezca, tape con un vidrio de reloj-

el crisol o la cápsula y si no se forma condensado, será -
indicativo de la eliminación de agua y materia volátil.

5. Suspenda el calentamiento y deje enfriar en el desecador.-
6. Vuelve a pesar el crisol o cápsula.
7. Conserve los residuos para la determinación de cenizas.
(Ver Prueba No. III).

CALCULOS:

$$\% \text{ Humedad} = \frac{\text{Pérdida en peso} * 100}{\text{Peso muestra}}$$

Peso crisol y muestra - tara del crisol = Peso muestra.

Peso crisol y muestra antes evaporar - peso crisol y muestra -
después de evaporar = Agua evaporada (pérdida en peso).

OBSERVACIONES:

- a) El formaldehído como conservador puede ser detectado por el olor característico de éste al calentar la muestra.
- b) El amoníaco, también puede ser detectado por el olor durante el calentamiento o con un papel tornasol rojo.
- c) El aceite de lana puede detectarse por su olor característico.

PRUEBA No. II HUMEDAD

(Destilación Azeotrópica)

OBJETIVO:

Determinar la humedad por medio de una destilación con un solvente inmiscible.

APARATOS:

- Matraz de 500 ml.
- Condensador de agua.
- Recibidor de destilados, tipo Deane-Starke.
- Soporte universal, anillo y tela de alambre con asbesto.
- Piedras de ebullición (pedacera de vidrio).

MUESTRA:

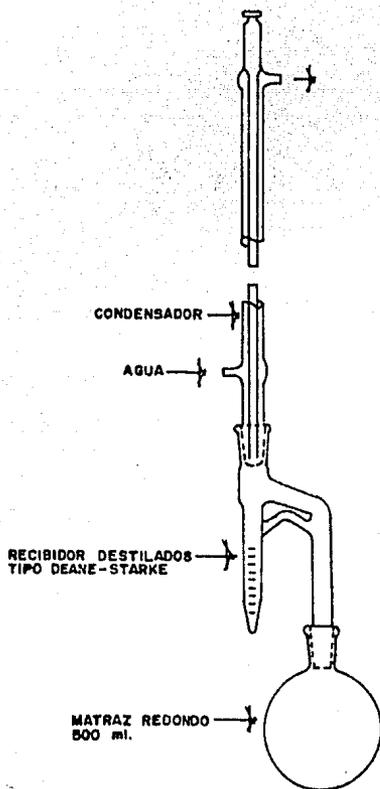
Pesar de cantidad suficiente para obtener de 3 a 4.5 ml. de - agua. (10 a 15 gr. de aceite)

REACTIVOS:

Xileno (Dimetil benceno).

PROCEDIMIENTO:

1. Pese la muestra y colóquela dentro del matraz redondo de 500 ml.
2. Adicionar al matraz xileno 70 ml, aproximadamente.
3. Añadir piedras de ebullición, en el matraz de destilación
4. Colocar el refrigerante y el recibidor al aparato como se indica en la figura No. 6 y selle las uniones con silicona.
5. Conecte las mangueras de agua al condensador y haga fluir el líquido dentro de él.



GERARDO

TRUEBA

GRACIAN

FIGURA No. **6**

APARATO PARA DETERMINAR
HUMEDAD POR DESTILACION.

CALCULOS:

$$\% \text{ Cenizas} = \frac{\text{Peso del residuo (ceniza)} * 100}{\text{Peso muestra para determinar humedad}}$$

Peso del residuo = Peso crisol con residuo - Tara del crisol.

OBSERVACIONES:

- a) El porcentaje de cenizas puede ser un indicador de:
La cantidad de sulfatación, la falta de un lavado adecuado para eliminar las sales neutras, o si es muy pequeña o ausente, la presencia de sales de amonio o sea, la neutralización con amoníaco o de un previo lavado con sales de amonio durante la preparación del aceite.

PRUEBA No. IV ALCALI TOTAL

OBJETIVO:

Determinar el alcali combinado con partes de ácido grasos libres expresado como % de KOH. En algunas ocasiones, se presenta como NaOH o amoníaco en la muestra.

APARATOS:

- Matraz Erlenmeyer de 250 ml.
- Bureta graduada de 50 ml.
- Balanza.

MUESTRA:

- Pesar de 5 a 7 gr., anotar el peso exacto.

REACTIVOS:

- Acido clorhídrico (HCl) 0.5N o ácido sulfúrico 0.5N. (H₂SO₄).
- Indicador anaranjado de metilo (0.1% en H₂O dest.).

PROCEDIMIENTO:

1. Tarar el matraz y añadir la muestra de 5 a 7 gr, y volver a pesar.
2. Disperse la muestra con agua destilada caliente y deje enfriar a temperatura ambiente.
3. Agregue unas gotas del indicador (anaranjado de metilo).
4. Titular con el ácido 0.5N., añadir gota a gota e ir agitando vigorosamente el matraz hasta el punto de viraje.
5. Tome la lectura de la bureta (ml. de ácido gastados).

CALCULOS:

$$\% \text{ KOH} = \frac{\text{ml. \u00e1cido usado} * N_{\text{\u00e1cido}} * M_{\text{eq}} \text{ KOH} * 100}{\text{Peso muestra}}$$

$$M_{\text{eq}} \text{ KOH} = 0.056$$

OBSERVACIONES:

- a) Algunos procedimientos recomiendan a\u00f1adir una soluci\u00f3n de 30gr. de NaCl en 25 ml. de \u00e9ter et\u00edlico antes de la titulaci\u00f3n. (M\u00e9todo oficial de la A.O.C.S.F. 7-44). Esto no es necesario para obtener resultados correctos.

PRUEBA No.V INDICE DE ACIDEZ

OBJETIVO:

Determinar los ácidos grasos libres (no combinados), los cuales son calculados en término del número de mg. de KOH necesarios para neutralizar los ácidos grasos en 1 gr. de muestra.

APARATOS:

- Matraz erlenmeyer de 250 ml
- Bureta graduada de 50 ml.
- Balanza.

MUESTRA:

- Pesar de 7 a 10 gr., anotar el peso exacto.

REACTIVOS:

- Solución de NaOH 0.5N o de KOH 0.5N.
- Indicador solución fenoftaleína al 5% (diluir 5 gr. de --- fenoftaleína en 100 ml. alcohol de 95%).

PROCEDIMIENTO:

1. Tarar el matraz y añadir la muestra de 7 a 10 gr. y volver a pesar.
2. Disperse la muestra en agua destilada caliente y deje enfriar a temperatura ambiente. (a)
3. Agregar unas gotas de indicador (fenoftaleína).
4. Titular con solución de alcali 0.5N, añadir gota a gota e ir agitando vigorosamente el matraz hasta el punto de viraje.
5. Tome la lectura de ml. de alcali gastados.

CALCULOS:

$$I_A = \frac{V_{\text{alcali}} \times N_{\text{alcali}} \times E_q \text{ alcali}}{\text{Peso muestra}}$$

Peso muestra = Peso matraz y muestra - Tara de matraz.

E_q KOH = 56.1

E_q NaOH = 40.

OBSERVACIONES:

- a) Algunos procedimientos proponen el dispersar la muestra-- en 50 ml. de alcohol 95% y 25 ml. de éter de petróleo. (Método oficial F 9a - 44 de A.O.C.S.)

PRUEBA No. VI ACIDOS GRASOS
(Totales, combinados, libres)

OBJETIVO:

Determinar los ácidos grasos libres en la muestra, así como los ácidos grasos combinados; esto expresado como % ácido oléico (en presencia de sales de amonio).

APARATOS:

- Vaso de precipitados de 600 ml.
- Bureta de 50 ml. graduada.
- Soporte universal y anillo o tripie, tela de alambre con asbesto.
- Mechero u otro medio de calentamiento.
- Agitador mecánico (no indispensable).
- Probeta de 100 ml. graduada.
- Matraz erlenmeyer 250 ml.
- Papel tornasol rojo.

MUESTRA:

- 10 gr. de muestra.

REACTIVOS:

- Indicadores, fenoftaleína y anaranjado de metilo.
- Alcohol etílico 95%.
- Acido clorhídrico 0.5N o ácido sulfúrico 0.5N (H_2SO_4)
- Solución Hidróxido de sodio 0.5N (NaOH) o Hidróxido de Potasio 0.5N (KOH)
- Agua destilada.

PROCEDIMIENTO:

1. Prepare aproximadamente 100 cm³. de alcohol y añada unas-

- gotas de fenoftaleína y agrega unas gotas de alcali para neutralizar, si es necesario.
2. Tare del vaso de precipitado y pese de 8 a 10 gr. de muestra.
 3. Añada al vaso que contiene la muestra 50 ml. de alcohol con indicador (fenoftaleína) y titule con la solución de alcali hasta el punto de viraje.
 4. Ponga a calentar a fuego lento el vaso y la mezcla, agitando (agitación mecánica de preferencia), hasta eliminar todo el amoníaco.
 5. Checar con papel tornasol rojo si se eliminó todo el amoníaco.
 6. Enfríe el vaso y su contenido y vuelve a titular nuevamente con solución de alcali y añada 2 ó 3 gotas de exceso de alcali.
 7. Vuelve a calentar hasta no detectar más amoníaco.
 8. Enfríe, titule nuevamente con solución de alcali y caliente nuevamente. Para este punto ya todo el amoníaco debe haber sido eliminado. Tome la lectura de los ml. totales de alcali utilizados.
 9. Durante el procedimiento puede ser utilizado más alcohol, en caso de ser requerido.
 10. Diluya los residuos de la mezcla con 150 cm³ de agua destilada y añada unas gotas de indicador de anaranjado de metilo.
 11. Titule con ácido 0.5N hasta punto de viraje y tome la lectura de los ml. usados.

CALCULOS:

$$A = \frac{\text{ml de ácido usados} \times 0.141 \times 100}{\text{Peso muestra}} = \text{Acido grasos libres y combinados (TOTALES)}.$$

$$B = \frac{\% \text{ alcali total} \times 0.141}{0.028} = \text{Acidos grasos combinados}$$

A - B = % Acidos grasos libres.

0.141 = ml. eq. de ácido oléico.

OBSERVACIONES:

- a) Por este método puede determinar el amoníaco, si es que se encuentra presente, sea combinado con compuestos orgánicos o como sales de amonio, tal como sulfato de amonio de los restos del proceso de lavado. Así:

$$\frac{\text{Cm}^3 \text{ ácido} - \text{Cm}^3 \text{ alcali}}{\text{muestra}} = C$$

Esto representa alcali menos amoniaco expresado como un-mq. de KOH y en presencia de sales de amonio puede ser - un valor negativo (consérvese el signo en caso de presentarse, así para los cálculos).

% alcali 10 = D = alcali expresado como mq. KOH.

$$\frac{(D - C) \times 1.7}{56.1} = \% \text{ NH}_3$$

Esto puede mostrar si el aceite ha sido meramente neutralizado con amoníaco después del lavado usual en la preparación o con de NaOH.

PRUEBA No. VII INDICE DE SAPONIFICACION**OBJETIVO:**

Determinar la cantidad de ácidos grasos contenidos en un gramo de muestra. Se define como los mg. de KOH gastados en la saponificación de los ácidos grasos contenidos en 1 gramo de muestra.

APARATOS:

- Bureta graduada de 50 ml.
- Probeta 100 ml. o 50 ml.
- Matraz erlenmeyer 250 ml.
- Balanza.
- Matraz redondo. 500 ml.
- Refrigerante.
- Vaso precipitados 10 ml.
- Mechero o medio calentamiento.
- Probeta de 50 o 100 ml.
- Pipeta serológica 10 ml.

MUESTRA:

- 3 a 5 gr. pesado exactamente.

REACTIVOS:

- Solución alcohólica de Hidróxido de potasio KOH 0.5N.

- Acido clorhídrico 0.5N. (HCl)
- Indicador fenoftaleína (sol 1% en alcohol).

PROCEDIMIENTO:

1. Pese la muestra (de 3 a 5 g. pesado exactamente) en un vaso de 10 ml. transferirse al matraz redondo con solución alcohólica de KOH.
Fundir la muestra en caso de que esta este sólida, con un ligero calentamiento.
2. Al matraz con la muestra, añádase 50 ml. de solución alcohólica de KOH 0.5N, medios con Probeta o pipeta serológica.
3. En otro matraz redondo o erlenmeyer, repita todos los pasos a partir del paso No. 2 (sin muestra) que será llamado "Blanco" o "Testigo".
4. Instale en ambos matraces un condensador a reflujo, haga-se pasar el agua de enfriamiento e inicie su calentamiento. Continúe con el calentamiento por 40 a 45 min. a --completar la saponificación.
5. Completada la saponificación, deje de calentar y deje enfriar a temperatura ambiente los dos matraces.
6. Enjuagar los refrigerantes con 10 a 15 ml. de agua destilada.
7. Añada a los matraces 1 a 2 ml. de indicador fenoftaleína y titule gota a gota con HCl 0.5N añadido con la bureta, hasta que desaparezca el color rojizo.
8. Anotar los volúmenes de HCl 0.5N gastados en ambos matra-

ces (muestra y testigo).

CALCULOS:

$$I_S = \frac{(V_B - V_M) \times N_{HCl} \times E_{KOH}}{\text{gr. muestra}}$$

V_B = ml. de ácido usados en el "Testigo".

V_M = ml. de ácido usados en la muestra.

N_{HCl} = normalidad del HCl = 0.5

E_{KOH} = 56 = 56.1.

PRUEBA No. VIII MATERIA INSAPONIFICABLES (NO-SAPONIFICABLES)**OBJETIVO:**

Determinar las sustancias que frecuentemente se encuentran -- disueltas en grasas y aceites, las cuales no pueden ser saponificadas por los alcali cáusticos, pero que son solubles en los solventes ordinarios. Se incluyen dentro de estos: esteroides, colesteroides, fitoesteroides, pigmentos, algunos tipos de alcoholes de constitución compleja y otros.

APARATOS:

- Matraz redondo de 250 ml. o 500 ml.
- Refrigerante.
- Embudo de separación de 500 ml.
- Vasos de precipitados.
- Matraz erlenmeyer de 250 ml.
- Balanza.
- Piedras de ebullición.

MUESTRA:

- Pesar de 8 a 10 gr. de muestra, tomar el peso exacto.

REACTIVOS:

- Eter de petróleo.

- Solución alcohólica de KOH 0.5N.
- Indicador de fenoftaleína.
- Alcohol 95%.

PROCEDIMIENTOS:

1. Pese de 8 a 10 gr. de muestra en el matraz redondo y añada unas piedras de ebullición.
2. Agregue de 50 a 75 ml. de solución alcohólica de KOH 0.5N
3. Conecte un refrigerante como condensador a reflujo y haga pasar agua de enfriamiento.
4. Caliente a fuego lento, en un principio e incrementemente poco a poco la temperatura para evitar un "escurrimiento" o -- "derramamiento violento", debido a materias extrañas. Con tinúe el calentamiento por 30 a 45 min. a completar la sa ponificación (algunos procedimientos recomiendan una hora de calentamiento) (a).
5. Suspenda el calentamiento, una vez completa la saponificaci ón, y deje enfriar a temperatura ambiente.
6. Transfiera la mezcla a un embudo de separación de 500 ml. lave el matraz con 20 ml. de agua destilada y un poco de éter de petróleo y vierta esa agua de lavado al embudo. - Complete con éter de petróleo hasta aproximadamente 50-60 ml.
7. Agite vigorosamente el embudo y luego deje reposar hasta la separación de capas. (b).
8. Decante la capa de fondos en un segundo embudo (capa de -

alcohol-agua-jabones) y guarde la capa superior (materia no saponificable).

9. Sobre el segundo embudo (agua-jabón-alcohol), vuelva a hacer una segunda extracción con 60 ml. de éter. Agite vigorosamente y deje separar las capas. Nuevamente decante la capa inferior en otro embudo y la capa superior júntela -- con la del primer embudo.

10. Realice una tercera extracción sobre la capa de alcohol---agua-éter con éter de petróleo. Agite vigorosamente y deje reposar a separar las capas. Decante la capa de fondos y junte la capa superior en el primer embudo con las dos - anteriores extracciones. (capa éter-insaponificables).

11. Dado que existen pequeñas porciones de jabón en la capa de éter y considerando que la capa alcohol-agua-jabón no es - completamente insoluble en la capa de éter, es necesario - lavar añadiendo 80 ml. de H_2O y unas gotas de indicador fe noftaleína. Agite y deje separar las capas y deseche la - capa de agua (capa inferior).

(Nota: Si se forma una capa intermedia, no la decante).

12. Lave la capa de éter varias veces con una mezcla de alco--hol agua (50/50) con indicador hasta que el extracto sea - neutro. Agite y decante la capa inferior.

13. Agite el contenido del embudo, capa de éter y no saponifi--cables, para secar cualquier gota restante del lavado, en --juague las paredes del embudo con un poco de éter y deje - reposar por unos minutos (20-30) y el extracto se mostrará

limpio. (c)-(d).

14. En un matraz tarado decante el extracto, teniendo cuidado de haber eliminado toda el agua de lavado.
15. Evapore el éter de petróleo, calentando el matraz y el extracto a fuego lento o en un baño maría hasta dejar de percibir el olor del éter de petróleo. La evaporación puede ser ayudada haciendo pasar una corriente de aire por el cuello del matraz. (e).
16. Completada la evaporación, enfríe el matraz y su contenido y péselo.

CALCULOS:

$$\% \text{ Insaponificables} = \frac{\text{Peso de residuos insaponificables} \times 100}{\text{Peso muestra}}$$

OBSERVACIONES:

- a) En caso de presencia de grasa de lana o ceras vegetales, puede realizarse el calentamiento con KOH en presencia de etilenglicol o algún solvente similar de más alto punto de ebullición para asegurar una saponificación completa.
- b) Algunos aceites, principalmente el aceite de esperma y la grasa de lana, tienden a formar una capa de espuma entre la solución de jabón y el éter. Esto es casi imposible de evitar.
- c) Si después del lavado persiste en el fondo del embudo --

una emulsión,, esta puede romperse por la adicción de una solución de una sal fuerte (solución NaCl al 10%).

d) Algunos procedimientos difieren del uso del éter de petróleo para la extracción, proponiendo en vez de éste - éter etílico, pero éste último forma emulsiones permanentes con la mezcla agua-jabón-alcohol y la extracción es más difícil de secar por lo que se hace necesario el uso de sulfato de sodio anhidro (Na_2SO_4) para secar, -- con la consiguiente dificultad de tener que filtrar el - extracto para separar la sal.

e) Algunos procedimientos recomiendan evaporar el éter poniendo a calentar en la estufa o horno de vacío el material a una temperatura de 100°C a 105°C hasta obtener - un peso constante.

PRUEBA No. IX INDICE DE IODO
(Método de Hanus)

OBJETIVO:

Medir la cantidad de dobles ligaduras que tiene una grasa. Es to es el grado de insaturación, mide los centigrancs de iodo - que reaccionan con 1 gr. de muestra.

APARATOS:

- Balanza.
- Bureta graduada de 50 ml.
- Probetas.
- Matraces erlenmeyer 250 ml.
- Vasos de precipitados.

MUESTRA:

- 1 a 2 gr. Pesar exactamente.

REACTIVOS:

- Solvente: cloroformo.
- Solución valorada de tiosulfato de sodio 0.1 N ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8$)
- Solución acuosa de Ioduro de potasio 10% (KI).
- Reactivo de Hanus. (*)
- Indicador: solución de almidón soluble (*).
- Metanol ($\text{CH}_3\text{-OH}$).
- Bromuro de sodio (NaBr).

- Bromo (Br_2).
- Iodo (I_2).
- Acido acético ($\text{CH}_3\text{-COOH}$).

(*) Ver procedimiento: indica forma de prepararlos.

PROCEDIMIENTOS:

- A. Preparación de reactivos

A.1 Reactivo de Hanus

Pese 13.2 gr. de iodo en un vaso de precipitados y --
disuélvalos con 1000 ml. de ácido acético calentando -
ligeramente. Disuelto el iodo deje enfriar y adicionar
3 ml. de Bromo.

A.2 Solución almidón soluble (indicador)

Prepare una pasta homogénea de 10 gr. de almidón en --
agua destilada fría. Añada a esta solución un litro -
de agua destilada hirviendo y agite rápidamente y en--
frie.

Puede añadirse ácido Salicilico (1.25 gr por litro)
como preservador del indicador. Si se requiere almace--
nar por período de tiempo largo puede hacerse en el re--
frigerador a una temperatura de 4 a 10 °C.

Una coloración amarilla indica que ésta ya no sir--
ve.

- B. Titulación

B.1 Pesar la muestra (1 a 2 gr.) en un matraz tarado.

B.2 Agregar 5 a 10 ml. de cloroformo.

NOTA: En un matraz repetir todos los los pasos pertiendo - del paso B.2 Este matraz funcionará como "Blanco" o "Testigo".

B.3 Añadir a los 2 matraces 30 ml del reactivo de Ha -- nus.

B.4 Añadir 10 ml. de solución de KI al 10% y 100 ml. de - agua, agítese cuidadosamente.

B.5 Enjuague las paredes del matraz con agua destilada -

B.6 Titule el exceso de iodo de la muestra con solución - 0.1N de tiosulfato de sodio hasta que desaparezca la coloración amarilla del iodo, cuando esto suceda adicione inmediatamente la solución de almidón y vuelva a titular hasta que desaparezca el color azul.

El color azul retornará después de unos minutos- pero el punto final de la titulación será el primero- que desaparecio.

B.7 Titulese el iodo del "testigo" o "Blanco" con solu--- ción de tiosulfato de sodio 0.1N

CALCULOS:

$$\text{Indice Iodo} = I_I = \frac{(V_B - V_M) \times N_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8} \times E_{I_2}}{\text{g (muestra)}} = \frac{\text{gr. (I}_2\text{)}}{\text{g. (muestra)}}$$

$N_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8}$ = Normalidad del tiosulfato = 0.1N.

E_{I_2} = Equivalente del iodo = 126.9

V_B = Volumen de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8$ gastado en el Blanco.

V_M = Volumen de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8$ gastado en la muestra.

PRUEBA No. X SULFATOS TOTALES EN ACEITES SULFATOS (% SO₃ TOTAL)

(Método Hidrólisis-Precipitación)

OBJETIVO:

Determinar la cantidad de SULFATOS en una muestra, sean combinados con materia orgánica o como sales neutras. (No aplica a aceites sulfitados).

APARATOS:

- Balanza.
- Matraz fondo redondo 250 ml. o 500 ml.
- Piedras de ebullición.
- Embudo de separación de 500 ml.
- Probeta de 100 ml.
- Vasos de precipitados de 250 ml.
- Embudo de filtración
- Papel filtro watman No. 40 (cenizas 0.01%) o crisol gooch y asbesto.
- Mechero u otro medio de calentamiento.
- Crisol de porcelana.
- Pinzas.

MUESTRA:

- Pesar 3 a 5 gr., anotar peso exacto.

REACTIVOS:

- Acido clorhídrico 10%. (HCl)
- Eter de petróleo.
- Agua destilada.
- Solución de cloruro de sodio al 25% (NaCl)
- Solución de cloruro de Bario al 10% (BaCl₂)

PROCEDIMIENTO:

1. Pesar de 3 a 5 gr. de muestra y colocarlos en un matraz - de fondo redondo.
2. Añadir 100 ml. de HCl 10% y unas piedras de ebullición.
3. Conecte el matraz, un refrigerante en forma de tener un - condensador a reflujo y hágale pasar agua de enfriamiento Ponga a calentar el matraz y su contenido a fuego lento - aproximadamente por 1 hr. a 1 1/2 hr.
4. Deje enfriar a temperatura ambiente y transfiera la mez-- cla a un embudo de separación de 500 ml. que contenga 100 ml. de éter de petróleo.
5. Enjuague el matraz con pequeñas cantidades de agua desti- lada. Para remover todo el sulfato, agréguese esto al em- budo.
6. Para remover todo el aceite, enjuáguese con pequeñas por- ciones de éter de petróleo.
7. Cierre el embudo y selle con un poco de agua y agite vigo- rosamente. Posteriormente, deje reposar hasta completa - separación de las capas.

8. Decante la capa de ácido (capa inferior) en un vaso de precipitados de 250 ml.
9. Lave la capa de aceite (capa superior) 3 veces con una solución de NaCl al 25%. Decante la capa de fondos - en el mismo vaso que la capa de ácido y consérvese, para determinar el % SO_3 .
10. Guarde la capa de éter y deje que escurra toda el agua. Transfiera a un matraz tarado, evapore el éter y pese - los residuos. (Esto representa la materia desulfatada y representa el total de grasa presente.)
11. Ponga el vaso que contiene los extractos y las agua de lavado (punto No. 9) a calentar en un baño maría o fuego lento.
12. Cuando la mezcla este caliente, precipite los sulfatos, agregando 30 a 35 ml de solución de BaCl_2 al 10%. Agítase con una varilla y remuévala pues el sulfato precipitado puede adherirse a la varilla y no es fácil de lavar. Deje reposar en el baño por unos minutos (30 ---- aprox.) y luego deje enfriar.
13. Filtre a través del embudo con papel filtro o bien, por el "gooch" con asbesto, previamente tarado con el asbesto, en caso de disponer de él.
14. Lave el filtrado con una mezcla alcohol-agua por 3 ocasiones.
15. Transfiera el papel filtro a un crisol de porcelana y - caliente hasta rojo vivo. Enfríe y obtenga el peso del BaSO_4 seco.

CALCULOS:

$$\text{Sulfatos totales} = \% \text{ SO}_3 = \frac{\text{Peso BaSO}_4 \times 0.343 \times 100}{\text{Peso muestra}}$$

$$\text{Factor} = \frac{\text{PM. SO}_3}{\text{PM. BaSO}_4} = 0.343$$

$$\% \text{ grasa total} = \frac{\text{Peso del residuo} \times 100}{\text{Peso muestra}} = (\text{Punto No. 10})$$

PRUEBA No. XI SULFATOS TOTALES EN ACEITES SULFATADOS

(%SO₃ TOTALES)
(Método de Ignición)

OBJETIVO:

Determinar la cantidad de SULFATOS en una muestra, sean combinados o como sales neutras.

APARATOS:

- Balanza.
- Crisol de platino o cápsula de porcelana.
- Mechero o medio de calentamiento (mufla o estufa).
- Espátula de inoxidable.
- Alambre de platino (o similar).
- Vaso de precipitados 250 ml.
- Vidrio de reloj.
- Embudo de filtración
- Pinzas.
- Papel filtro watman No. 40 o 41.

MUESTRA:

- 3 a 4 gr. pesado exactamente.

REACTIVOS:

- Carbonato de sodio (Na₂CO₃).

- Carbonato de potasio (K_2CO_3)
- Clorato de potasio ($KClO_3$)
- Bromo (Br_2)
- Acido clorhídrico (HCl) 6N
- Solución cloruro bario 10% ($BaCl_2$)

PROCEDIMIENTO:

1. Pese 3 a 4 gr. de muestra en el crisol o cápsula.
2. Añada a la muestra, carbonato de sodio en suficiente cantidad para espesarlo.
3. Caliente a evaporar el agua y remueva la mezcla con una espátula.
4. Cuando el agua sea eliminada, deje enfriar la masa. Raspe las paredes con la espátula y comprima la masa perfectamente en el fondo de la cápsula. Limpie la espátula contra la pared del crisol. No limpie la espátula con papel, pues éste disminuye la ignición, la cantidad de muestra pérdida es insignificativa.
5. Nuevamente cubra la mezcla con carbonato de sodio hasta aproximadamente 1/4 de pulgada de espesor. Añada también una pequeña cantidad de K_2CO_3 para reducir el punto de fusión.
6. Comience a calentar lentamente, pues puede haber tendencia a formar espuma. Esto generalmente en presencia de aceite mineral. Incremente, gradualmente, el calentamiento hasta ignición de las grasas. Continúe hasta que

- la mezcla fundida dé una coloración brillante. Suspenda el calentamiento y deje enfriar.
7. Añada a la mezcla 1 gr. de KClO_3 , caliente otra vez ligeramente para que el clorato oxide cualquier SULFITO o SULFURO formado por el carbono como agente reductor.
 8. Continúe el calentamiento hasta que la mezcla fundida esté nuevamente de tono brillante (a).
 9. Suspenda el calentamiento, incline el crisol e inserte un alambre de platino o espátula de inoxidable de espesor adecuado hasta que la masa se solidifique y el alambre esté firmemente sostenido.
 10. Cuando la mezcla fundida esté fría, un ligero jalón sobre el alambre bastará para aflojar la mezcla y transferirla a un vaso de precipitados. En caso de no desprenderse la mezcla, puede ser calentada por encima a fuego directo.
 11. Lave el crisol con agua destilada caliente y transfiera el vaso.
 12. Una vez la mezcla en el vaso, añada suficiente agua destilada hasta cubrirla y caliente en un baño de vapor hasta disolver la mezcla.
 13. Si sospecha la presencia de petróleo sulfonado, es conveniente en este punto añadir 10 ml. de Bromo hasta oxidación completa.
 14. Disuelva la mezcla, tape con un vidrio de reloj y --

añada HCl 6N. Lentamente hasta neutralizar el carbonato y dejar en exceso de ácido. Deje reposar por 5-min.

15. Caliente ligeramente para evaporar el Bromo libre en la solución. (Solo en caso de haberlo añadido)
16. Precipite los sulfatos, añadiendo 30 ml. de solución de BaCl_2 al 10%, agite y luego deje reposar.
17. Filtre el BaSO_4 formado en un embudo con papel filtro, el sulfato obtenido por este medio es más fino y más denso que el obtenido por la hidrólisis y se filtra más lentamente; el "gooch" no es muy recomendado.
18. Lave el precipitado con una mezcla alcohol-agua 3 veces.
19. Transfiera el papel filtro a un crisol o cápsula y caliente hasta ignición. Enfríe y obtenga el peso de BaSO_4 seco.

CALCULOS:

$$\text{Sulfatos totales} = \% \text{SO}_3 = \frac{\text{Peso BaSO}_4 \times 0.343 \times 100}{\text{Peso muestra}}$$

OBSERVACIONES:

- a) El carbonato fundido sin clorato puede ser disuelto y añadir Bromo como oxidante.

PRUEBA No. XII SULFATOS NEUTROS Y COMBINADOS EN ACEITES. SULFATA-
DOS (% SO₂ NEUTROS Y COMBINADOS)

OBJETIVO:

Determinar las sales neutras como sulfato de sodio, potasio o amonio que pueden estar presentes en un aceite y que son producto del lavado del aceite o neutralización del ácido libre durante el blanqueo o acabado del mismo.

APARATOS:

- Embudo de separación 500 ml.
- Vasos de precipitados de 250 ml.
- Embudo y papel filtro. Watman No. 40 ó 41
- Balanza.
- Mechero o medio calentamiento, pinzas y espátulas.

MUESTRA:

- 5 gr. aproximadamente, pesar exactamente.

REACTIVOS:

- Eter. de petróleo.
- Solución de Cloruro de sodio al 25% (NaCl)
- Agua destilada.
- Acido clorhídrico 6N. (HCl).
- Solución de cloruro de Bario al 10%. (BaCl₂)

PROCEDIMIENTO:

1. Ponga 100 ml. de éter de petróleo en un embudo de separación.
2. Pese 5 gr. de muestra y transfíeralos al embudo con la ayuda de un poco de éter.
3. Lave la solución de éter con 25 ml. de una solución de NaCl al 25%. Agite y deje separar la capa de solución de sal y decante en un vaso de precipitación.
4. Repita este lavado 4 veces más, 5 en total, decantando la solución de sal sobre el mismo vaso siempre, añada unas gotas de naranja de metilo.
5. Acidifique con 3 o 4 ml. de HCl 6N y diluir hasta 250 ml. Para reducir la concentración de cloruro con agua destilada.
6. Calienta ligeramente y precipite los sulfatos con solución de BaCl₂ al 10% (30 ml.).
7. Enfríe a temperatura ambiente, filtre sobre el papel filtro.
8. Caliente a ignición para secar el BaSO₄ y deje enfriar y pese el precipitado.

CALCULOS:

$$\text{Sulfatos neutros como SO}_3 = \frac{\text{Peso de BaSO}_4 \times 0.343 \times 100}{\text{Peso muestra}}$$

$$\text{SO}_3 \text{ combinado} = \text{SO}_3 \text{ total} - \text{SO}_3 \text{ neutros.}$$

PRUEBA No. XIII "SULFATOS TOTALES EN ACEITES SULFITADOS"

(% SO₃ TOTAL)

OBJETIVO:

Determinar la cantidad total de sulfatos en una muestra. Este procedimiento tiende a evitar la formación de material resinoso y favorecer la separación de capas.

APARATOS:

- Crisol de platino o cápsula de porcelana.
- Balanza.
- Mechero o medio calentamiento.
- Vaso precipitado 250 ml.
- Pinza.
- Embudo de filtración
- Espátula de acero inoxidable.
- Papel filtro watman No. 40 o 41

MUESTRA:

- 3 a 4 gr. de muestra pesado exactamente.

REACTIVOS:

- Carbonato de sodio anhidro (Na₂CO₃).
- Carbonato de potasio (K₂CO₃).

- Bromo (agua de Bromo). (Br_2)
- Acido clorhídrico 6N.
- Solución cloruro de bario 10% (BaCl_2).

PROCEDIMIENTO:

1. Pese en un crisol o cápsula tarada 3 a 4 gr. de muestra.
2. Añada 3 o 4 gr. de carbonato de sodio anhidro sobre la mezcla y haga una mezcla con la muestra, ayudándose con una espátula de acero inoxidable.
3. Ponga a calentar a fuego lento hasta eliminar la mayor parte del agua, no evaporar toda. Tome precaución de evitar de desparrame por formación de espuma.
4. Suspnda el calentamiento y raspe las paredes del crisol con la espátula y en caso de que la mezcla fundida esté muy líquida, añada un poco más de Na_2CO_3 .
5. Cuando la mezcla esté firme, añadir el K_2CO_3 a cubrir hasta aproximadamente 1/4 de pulgada la muestra.
6. Vuelva a calentar el crisol y la muestra hasta que desaparezca la espuma (cuidado de evitar el desparramiento) y todo se haya carbonizado; cuando esto haya sucedido, suspenda el calentamiento y enfríe (no deje solidificar).
7. Transfiera la mezcla fundida a un vaso de precipitación, lave el crisol con agua destilada.
8. Añadir a la mezcla suficiente agua de Bromo para oxidar los sulfuros y sulfitos a sulfatos.
9. Cuando la mezcla se haya disuelto, cubra el vaso y acidifi

- que con HCl y deje reposar en un baño maría.
10. Añadir la solución de BaCl₂ para precipitar los sulfatos, agite vigorosamente y deje luego reposar.
 11. Filtre el sulfato de bario por el embudo sobre el papel-filtro.
 12. Transfiera el papel y el precipitado a un crisol tarado y ponga a calentar hasta incinerar el papel y sacar el sulfato.
 13. Deje enfriar y pese el residuo.

CALCULOS:

$$\% \text{ sulfatos totales} = \% \text{ SO}_3 = \frac{\text{Peso BaSO}_4 \times 0.343 \times 100}{\text{Peso muestra}}$$

PRUEBA No. XIV "SULFATOS NEUTROS Y COMBINADOS EN ACEITES SULFITADOS" (% SO₂ NEUTROS Y COMBINADOS)

OBJETIVO:

Determinar los sulfatos formados en la oxidación de sulfitos, así como los sulfitos que no reaccionan y trazos de SO₂ libre en la muestra.

APARATOS:

- Embudo de separación 500 ml.
- Probeta.
- Balanza.
- Vasos de precipitados 250 ml.
- Mechero o medio calentamiento.
- Embudo y papel filtro. Watman No. 40 o 41

MUESTRA:

- 6 a 8 gr., pesar exactamente.

REACTIVOS:

- Eter de petróleo.
- Solución de cloruro de sodio al 25% (NaCl)
- Acido clorhídrico 0.5N y 6N. (HCl)
- Peróxido de hidrógeno (H₂O₂).
- Hidróxido de sodio (NaOH)

- Solución cloruro de Bario 10%. (BaCl_2)
- Alcohol etílico (45%).

PROCEDIMIENTO :

1. Pese de 6 a 8 gr. de muestra, tome el peso exacto y transfiera a un embudo de separación de 500 ml., el cual contenga 150 ml. de éter de petróleo.
2. Prepare una solución de cloruro de sodio al 25% y añada 10 ml. de HCl 0.5N, añada la solución al embudo y agite vigorosamente.
3. Deje reposar y espere a que se separen las capas. En caso de que esta separación sea muy lenta, añádase de 1 a 2 mililitros de alcohol.
4. Prepare en un vaso de precipitados de 250 ml. una solución de peróxido de hidrógeno y NaOH (ponga suficiente H_2O_2 para oxidar todo el sulfito).
5. Decante la capa de fondo, sobre el vaso de precipitados que contiene la solución antes preparada.
6. Vuelve a lavar 2 veces más con solución de NaCl al 25%, recolectando la capa de fondos en el mismo vaso.
7. Caliente el vaso de precipitación y la solución alcalina o mezcla a fuego lento (baño maría o vapor) hasta que deje de burbujear el peróxido de hidrógeno.
8. Añada a la mezcla HCl para acidificar y solución de BaCl_2 al 10% para precipitar el BaSO_4 .
9. Filtre en un embudo con papel filtro.
10. Transfiera el papel a una cápsula e incinere para secar -

el BaSO_4 . Deje enfriar a temperatura ambiente y pese el residuo.

CALCULOS:

$$\text{Sulfatos neutros} = \% \text{SO}_3 = \frac{\text{Peso BaSO}_4 \times 0.343 \times 100}{\text{Peso muestra}}$$

$$\% \text{ sulfatos combinados} = \% \text{SO}_3 \text{ total} - \% \text{ sulfatos neutros.}$$

PRUEBA No. XV DETERMINACION DE PUREZA DEL BISULFITO DE SODIO
(Método volumétrico)

OBJETIVO:

Determinar la pureza del bisulfito de sodio en solución como NaHSO_3 y sólido anhidro como $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$

APARATOS:

Matraz 500 ml

Bureta 100 ml

Balanza

Vaso de precipitados.

Pipeta volumétrica (50 a 100 ml.)

REACTIVOS:

Solución de iodo 0.1N

Solución de almidón (indicador)

Acido clorhídrico HCl.

MUESTRA: 5 gr.

PROCEDIMIENTO:

1. Pese 5 gr. de muestra y disuélvalos en un poco de agua--
2. Transfiéralo a un matraz de 500 ml y llevado a este volumen con agua. (Cada ml. de esta solución contiene --- 0.01 gr. de muestra).

3. En un vaso de precipitados ponga 100 ml de solución de iodo 0.1N, medidos con pipeta volumétrica y añada unas gotas de ácido clorhídrico.
4. Llene la bureta con 150 ml de la solución que contiene la muestra.
5. Titule la solución de iodo con la muestra, agreguese la solución de la muestra sobre la solución de iodo gota a gota con constante agitación.
6. Cuando haya desaparecido el color del iodo libre, agreguese la solución de almidón como indicador y continúe titulando hasta que desaparezca el color azul.

CALCULOS:

100 ml I_2 0.1N Equivalen a 0.5203 gr. $NaHSO_3$ = a = 0.5203

100 ml I_2 0.1N Equivalen a 0.4753 gr. $Na_2S_2O_5$ = b = 0.4753

$$\frac{a \times 10\ 000}{\text{ml. de solución de muestra gastados}} = \% \text{ pureza como } NaHSO_3$$

$$\frac{b \times 10\ 000}{\text{ml. de solución de muestra gastados}} = \% \text{ pureza como } Na_2S_2O_5.$$

PRUEBA No. XVI VISCOSIDADOBJETIVO:

Determinar la viscosidad del aceite, medida con un viscosímetro de tipo rotatorio.

APARATOS:

Viscosímetro tipo Brookfield Sychro lectric; Modelo RUF.
Vaso de precipitados 800 ml.
Trípode o soporte.

MUESTRA:

600 ml de aceite.

REACTIVOS:PROCEDIMIENTO:

1. Ponga la muestra de 600 ml de aceite en un vaso de precipitados de 800 ml y ajuste la temperatura de la muestra a $24 \pm 0.1^\circ\text{C}$.
2. Ensamble el viscosímetro y asegúrelo, sin el vástago, en un trípode o soporte.
3. Agite la muestra ligeramente para tener una temperatura uniforme, estimando una variación de 0.1°C , inmediatamente inserte el vástago a la muestra.

NOTA: el vástago que se seleccione deberá ser el adecuado se

gún la viscosidad del aceite, para aceite de alta viscosidad use el vástago No. 2 y para el de baja viscosidad el No. 1.

4. Conecte el vástago al cople del éste asegúrese de que no queden burbujas de aire atrapadas cerca del vástago.
5. Mide la viscosidad a 20 rpm, de acuerdo a las instrucciones del manual del aparato.

CALCULOS:

Convertir la viscosidad leída a centipoise multiplicando la -- lectura por un factor, provisto por el fabricante del viscosímetro, de acuerdo con el vástago en particular que se uso, la velocidad, y escala.

PRUEBA No. XVII PESO ESPECIFICOOBJETIVO:

Determinar la relación masa-volumen que tiene el aceite.

APARATO:

- Picnómetro.
- Balanza.

MUESTRA:

- De acuerdo con la capacidad del picnómetro.

PROCEDIMIENTO:

1. Limpiar el picnómetro perfectamente y enjuagar con agua o alcohol o acetona o cualquier solvente fácil de eliminar y secar perfectamente y llevar a peso constante.
2. Pesarse el picnómetro vacío y su tapa. Anotar el peso como dato A.
3. Llenar el picnómetro con agua destilada hasta derramar, - tapar y tener cuidado de no formar burbuja. Fijar la temperatura de medición.
4. Determinar el peso del picnómetro con el agua. Previo secado de las partes exteriores con papel absorbente. Anotar como dato B.

5. Vaciar el picnómetro y secarlo completamente.
6. Llenar el picnómetro con la muestra, la cual debe estar a la temperatura fijada, tapar cuidadosamente con la precaución de evitar la formación de burbujas de aire. Limpiar las partes externas con un papel absorbente.
7. Pesarse el picnómetro y la muestra. Anote este peso como dato C.

CALCULO:

$$P_e @_{0.1} = \frac{C - A}{B - A}$$

$$\rho_{@_{0.1}} = P_e @_{0.1} \times \rho_{H_2O @_{0.1}} = g/ml.$$

PRUEBA No. XVIII DETERMINACION DE pHOBJETIVO:

Medir la concentración de iones H^+ en una emulsión agua-aceite

APARATOS:

- Balanza
- Tubo ensaye.
- Potenciómetro (Electrúdo Calomel)

MUESTRA:

- Preparar una emulsión al 10% en agua (ver procedimiento).

REACTIVOS:

- Agua destilada, solución Buffer pH 7.0.

PROCEDIMIENTO:

1. Calibre el potenciómetro con solución Buffer.
2. Prepare una emulsión al 10% en peso: pese 1 gr. de muestra de aceite y añada 9 gr. de agua destilada (9 ml), o 10 gr. de aceite y 90 gr. (90 ml), de agua destilada.
3. Determine el pH con el potenciómetro.

CAPÍTULO 4

MATERIAL Y EQUIPO

Considerando el material y equipo que se requiere para ejecutar cada prueba y método de análisis, especificados en el capítulo 3, podemos elaborar una lista de los materiales de laboratorio, reactivos, equipo, mobiliario, instalaciones y servicios que se requieren para la adecuada instalación del laboratorio.

4.1. Material de Laboratorio

Aquí se incluye el material tanto de vidrio y metálico que comúnmente se usarán durante el desarrollo de las pruebas.

Algunos de los artículos aquí mencionados pueden ser sustituidos por otros, por ejemplo, un vaso de precipitado de 250 ml. por uno de 500 ml. o bien por un matraz de similar capacidad, esto siempre y cuando no afecte en lo absoluto el resultado o eficiencia de las pruebas.

4.1.1. Material Vidrio

(cantidad recomendada)

Matraz Erlenmeyer 250 ml.	15
Matraz de aforo 200 ml.	1
Matraz de aforo 250 ml.	1
Matraz de bola c/boca esmerilada 500 ml	3
Matraz redondo fondo plano 500 ml	2
Matraz redondo fondo plano 1000 ml	1
Matraz kitasato	1 (opcional)
Bureta graduada 50 ml	6
Refrigerantes (30 a 50 cm)	3
Vidrios de reloj (diámetro 4 a 10 cm)	5
Pipeta volumétrica 25 ml.	2
Pipeta volumétrica 5 ml.	2
Pipetas serológicas (1/10) 10 ml.	4
Embudo filtración, tallo largo (diámetro 5 a 10 cm)	4
Desecador	1
Probetas graduadas 250 ml	2
Probetas graduadas 100 ml	5
Vasos precipitado 250 ml	25
Vasos precipitado 100 ml	5
Vasos precipitado 50 ml	3
Vasos precipitado 400 ml	2
Vasos precipitado 500 ml	2
Vasos precipitado 1000 ml	2
Embudo de separación 500 ml	5
Embudo de separación 1000 ml	2

Tubos. de ensaye	50
Agitadores de vidrio	10
Recolector de destilados (tipo Dean Stark) 25 ml	2
Picnómetros 25 ml.	3

4.1.2. Material Porcelana.

Cápsulas de porcelana	6
Filtros tipo "Gooch"	4 (opcional)
Triángulo porcelana	2

4.1.3. Material Metálico.

Tripie	2
Anillo de fierro o metálico	3
Tela de alambre con asbesto	5
Pinzas para bureta	4
Soporte universal	3
Espátula con mango de madera (7.5 cm)	1
Espátula con mango de madera (12.5 cm)	1
Pinzas de tres dedos y asegurador cromado.	8

4.1.4. Material plástico y otros.

Gradilla para tubo ensaye	2
Tubo hule latex	10 mt.
Escobillones (para matraz, tubo, probeta)	2 c/u
Papel filtro Watman No. 40 y 41.	1 caja c/u

4.2. REACTIVOS Y SOLVENTES.

Los reactivos y solventes aquí mencionados deberán ser grado reactivo analítico.

4.2.1. Reactivos.

Cloruro de Bario (BaCl_2)
Carbonato de Sodio anhidro (Na_2CO_3)
Carbonato de potasio anhidro (K_2CO_3)
Bromo (Br_2)
Yodo (I_2)
Yoduro de potasio (KI)
Acido acético ($\text{CH}_3\text{-COOH}$)
Cloruro de sodio (NaCl)
Acido clorhídrico concentrado (HCl)
Clorato de potasio (KClO_3)
Peróxido de hidrógeno (H_2O_2)

4.2.2. Soluciones Valoradas.

Acido clorhídrico 0.5 N (HCl)
Hidróxido de sodio 0.5 N (NaOH)
Solución alcohólica de hidróxido de potasio 0.5N (KOH)
Solución de tiosulfato de sodio 0.5 N ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8$)
Acido sulfúrico 0.5 N (H_2SO_4)

4.2.3. Solventes.

Eter de petróleo

Cloroformo

Alcohol etílico absoluto

Xileno

Eter etílico

4.2.4. Indicadores.

Fenofaleína

Anaranjado de metilo

Almidón soluble

4.2.5. O t r o s .

Solución Buffer pH 7.0

Papel tornasol rojo

Silicona alto vacío

Agua destilada

4.3. E Q U I P O

Se entenderá por equipo los aparatos y equipos de laboratorio que las pruebas requieran para su elaboración.

Existen algunos equipos que se indicarán como "INDISPENSABLES" y otros como "OPCIONALES" estos últimos son equipos que proporcionarán mayor facilidad en la elaboración de las pruebas.

<u>NOMBRE</u>	<u>INDISPENSABLE</u>	<u>OPCIONAL</u>
Balanza analítica	X	
Agitador magnético		X
Baño María		X
Bomba de Vacío		X
Mechero bunsen o equivalente	X	
Termómetro vidrio -10 a 100°C	X	
Calentador eléctrico para matraz de destilación		X
Calculadora		X
Viscosímetro tipo Brookfield Sychro-Letric. Velocidad Variable modelo RUF	X	

4.4. MOBILIARIO

- Mesa trabajo de laboratorio:
tomas de agua, corriente eléctrica, gas, con tarjea y --
desague, gavetas y cajones.
- Mesa para titulaciones
- Lavadero c/plancha para escurrir
- Vitrina o anaquel para material y reactivos
- Mesa para cálculos.
- Bancos, sillas
- Escritorios
- Mesa para balanza (plancha granito)
- Librero

- Archivero
- Máquina escribir y calculadora

4.5. INSTALACIONES Y SERVICIOS

	<u>INDISPENSABLE</u>	<u>OPCIONAL</u>
- Corriente eléctrica 110 v.	X	
- Gas butano-propano (uso doméstico)	X	
- Agua fría	X	
- Agua caliente		X
- Iluminación (luz blanca o de día)	X	
- Vacío		X
- Aire comprimido		X
 Equipo de Seguridad		
- Extinguidores	X	
- Manta	X	
- Ducha	X	

C A P I T U L O 5

ORGANIZACION Y UBICACION

El trabajo del laboratorio es de vital importancia para el buen funcionamiento y resultado de la empresa, por esta razón se debe contar con adecuada organización, personal diestro, buena ubicación física dentro de la empresa y un buen diseño y distribución de equipo y mobiliario, de tal forma de mantener la debida funcionalidad de esta área.

Este trabajo está enfocado básicamente a los aspectos de CONTROL, excluyéndose la parte de Laboratorio de DESARROLLO o INVESTIGACION, que aunque pueden considerarse de desarrollo paralelo, debieran funcionar en forma separada, esto es cada área con su propio personal, equipo, instalaciones, organización, etc., sin querer decir por esto que el laboratorio de CONTROL no pueda proporcionar apoyo en la elaboración de alguna prueba que pueda solicitarle el área de DESARROLLO.

5.1. ORGANIZACION

Para que el laboratorio de CONTROL cumpla con sus ob-

jetivos deberá efectuar los muestreos, pruebas, y enviar los resultados de éstas, en la forma y oportunidad debida.

Para este fin se puede establecer tres áreas básicas de control que serían: MATERIAS PRIMAS y AUXILIARES, PROCESO y PRODUCTO TERMINADO, en cada una de éstas se deberán de proseguir de acuerdo a estos cinco pasos básicos:

- a) Solicitud de análisis o prueba y muestreo.
- b) Registro en CONTROL MAESTRO.
- c) Elaboración de análisis o prueba en cuestión.
- d) Registro de Resultados de Análisis.
- e) Elaboración del INFORME DE RESULTADOS y ENVIO del MISMO.

5.1.1. Solicitud de Análisis o Prueba y Muestreo.

- MATERIAS PRIMAS Y AUXILIARES: Lo solicitará el Jefe de almacén de materias primas o similar y deberá informar de: nombre de la materia prima, proveedor, fecha de entrada, cantidad y no. lote del proveedor. El laboratorio asignará a -- una persona para el muestreo del producto.

- PROCESO: Lo solicitará el Ingeniero de Proceso o -- similar, (Jefe de turno) y deberá informar: nombre del producto, fecha, número de lote de producción, etapa del proceso, -- análisis o prueba que requiere, y hora del día en que se soli

cita. El muestreo puede hacerse por parte del área de proceso o bien con la colaboración de una persona del laboratorio.

- PRODUCTO TERMINADO. Será solicitado por el Ingeniero de proceso o similar antes de pasar al envasado, se informará al laboratorio de: nombre del producto, fecha de elaboración No. de lote y hora. La muestra deberá ser enviada por el área de proceso o solicitar que se envíe a una persona del laboratorio a tomarla.

5.1.2. Registro en CONTROL MAESTRO

Este será una carpeta o libreta en la cual se anotarán todas las solicitudes de análisis que se envían al laboratorio. Podrá llevarse un solo libro o uno para cada área de las mencionadas anteriormente.

En este libro se anotarán los datos que identifiquen al producto en cuestión, análisis o pruebas que se realizarán, fecha, hora, etc.

5.1.3. Elaboración de análisis o prueba

Recibada la muestra y anotada en el control maestro se le asignará una analista para que efectúe las pruebas correspondientes y el mismo entregará los resultados para que sean pasados al Registro de Resultados.

5.1.4. Registro de Resultados.

Será un libro o carpeta similar al control maestro, - aunque aquí sí es recomendable el tener uno por cada área (materias primas, proceso y producto terminado).

En este registro se anotará la fecha, nombre de pruebas y análisis realizado, resultados y nombre de la persona - que efectuó dicha prueba.

5.1.5. Elaboración del Informe de Resultados y Envío del mismo.

El laboratorio lo elaborará (secretaria) y será firmado por el Jefe o Gerente del laboratorio de control, para ser enviado a la persona o departamento que lo solicitó. Este documento será la pauta para decidir si se acepta o rechaza un lote de materia prima; en el caso del área de proceso el informe servirá para saber si se continúa o no con la siguiente -- etapa, o si hace falta ajustar algún parámetro (Ej. concentración, pH, humedad, etc.), o si se necesita reprocesar, etc. y por último el producto terminado dirá si se APRUEBA, RECHAZA- o queda pendiente algún lote y pueda ser envasado y enviado - al almacén de producto terminado. Es conveniente que el informe de CONTROL de PRODUCTO TERMINADO sea enviado tanto a la Jefatura y Gerencia de las áreas de fabricación, y al almacén de producto terminado.

5.2. PERSONAL

Como se mencionó anteriormente el laboratorio es de vital importancia para el buen funcionamiento y resultado de la empresa, por lo que deberá contar con personal capacitado y de un nivel académico adecuado a su responsabilidad que tendrá dentro de él.

Para integrar el grupo de personas que laborarán en el laboratorio se propone el esquema mostrado en la Fig. 7, con las asignaciones aquí descritas.

- Analistas A.- Son las personas que llevarán a efecto las pruebas o análisis en general y tomas de muestras. Estas personas deberán tener un nivel académico de técnico laboratorista o estar estudiando alguna carrera del ramo Químico y haber cursado las materias de análisis cualitativo y cuantitativo.

- Analistas B.- Podrán ser personas de menor nivel académico; bachillerato en área Químico Biológicas, ya que estas personas realizarán pruebas más sencillas.

- Secretaria.- Tendrá entre sus responsabilidades el recibir las muestras, anotarlas en el CONTROL MAESTRO, elaborar en forma clara y ordenada el registro de resultados, el -

informe de los mismos y distribuirlos a las personas que correspondan, así como las funciones propias de una secretaria.

- Ayudantes de limpieza y mensajería.- Deberán mantener tanto el material como instalaciones en buenas condiciones de limpieza y serán el medio de envío de resultados a las áreas correspondientes internamente en la empresa.

- Gerente o Jefe de laboratorio.- Será una persona -- con mayor grado académico y experiencia en el laboratorio. Sobre la cual recaerá la responsabilidad de toda labor del mismo.

Esta persona e n t r e otras responsabilidades tendrá las de implementación de técnicas o método de análisis, capacitación técnica de analistas, vigilancia y calibración de -- equipo y aparatos, almacén de reactivos y solvente; y en general todo el desempeño de las personas que laboran para el laboratorio.

Esta persona deberá tener licenciatura en Ing. Química o Química, además de conocimiento en los procesos de fabricación, que han de controlarse y materias primas que se usan y con ello la capacidad para tomar decisiones vitales en la - operación de la planta.

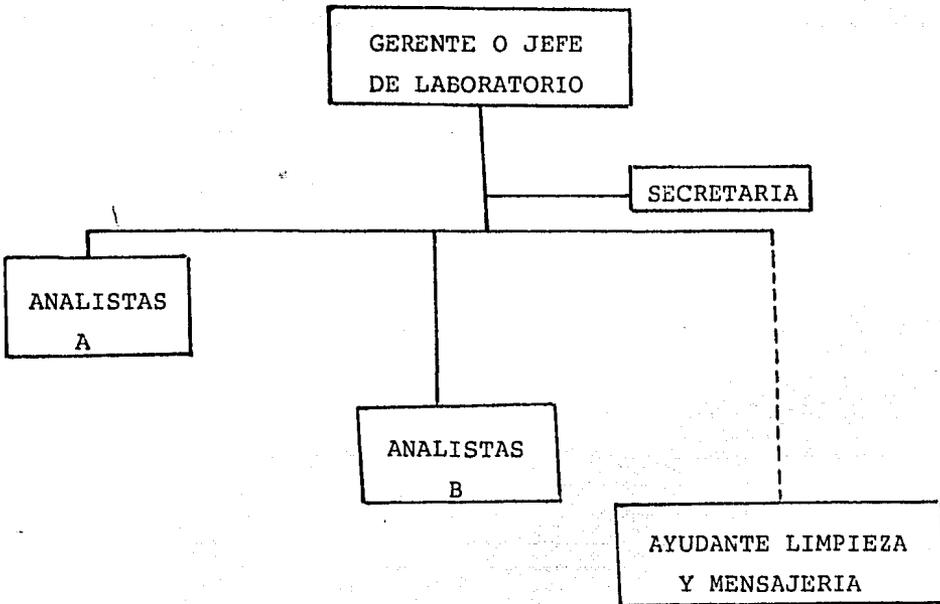


FIG. 7. ORGANIGRAMA DEL LABORATORIO

5.3. DISEÑO

El diseño arquitectónico y decoración del laboratorio podrá ser tan sofisticado o rústico según se quiera, aquí se propondrá un diseño funcional de acuerdo a las necesidades y disponibilidad de espacio, así como el equipo y mobiliario - que se ha mencionado en el capítulo 4.

En la figura No. 8 se muestra a escala la propuesta de distribución y dimensiones del laboratorio.

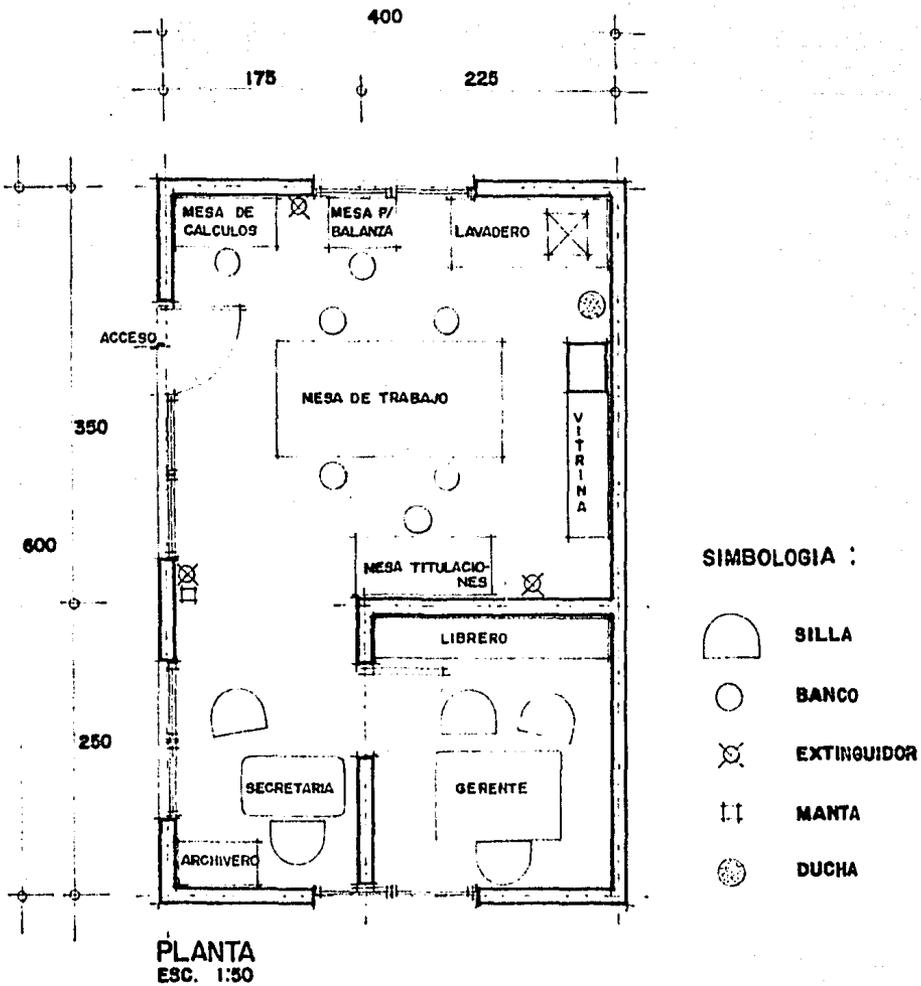
En la figura No. 9 se presenta la perspectiva de la caseta en la que se instalará el laboratorio.

5.4. U B I C A C I O N

Es conveniente que el laboratorio esté ubicado en la planta y con acceso directo a ella, sin embargo es indispensable que esté físicamente separado de los equipos, áreas de carga y descarga, así como áreas de operación.

Por otra parte dada su relación con otras áreas como compras, gerencia de producción, ventas y gerencia general es recomendable la cercanía y el acceso del laboratorio a las oficinas administrativas.

Considerando estas premisas y conforme a la disponibilidad de espacio (terreno) en las instalaciones de la compañía, se recomienda que el laboratorio sea instalado en el área que se muestra en la figura No. 10.



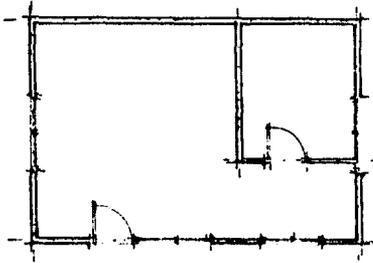
GERARDO

TRUEBA

GRACIAN

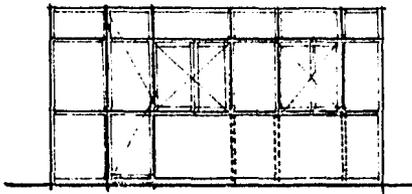
FIGURA No. **8**

PROPUESTA DE DISTRIBUCION DE MOBILIARIO
EN EL LABORATORIO.

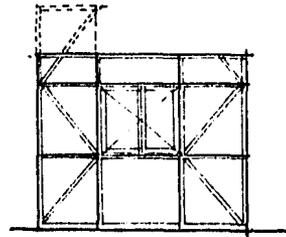


PLANTA

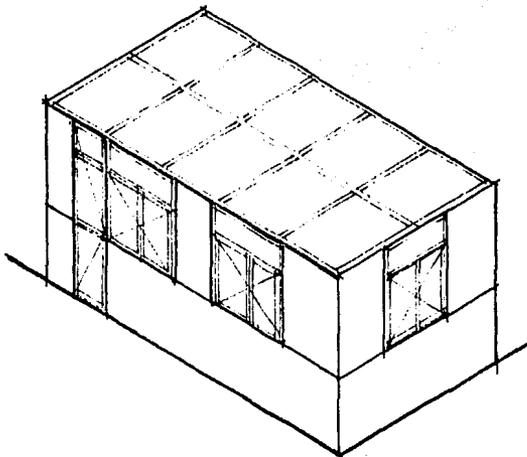
ESCALA 1 : 100



FACHADA PRINCIPAL



FACHADA LATERAL



PROYECCION ISOMETRICA

GERARDO

TRUEBA

GRACIAN

FIGURA No. 9

PERSPECTIVA DEL LOCAL PARA INSTALAR
EL LABORATORIO .

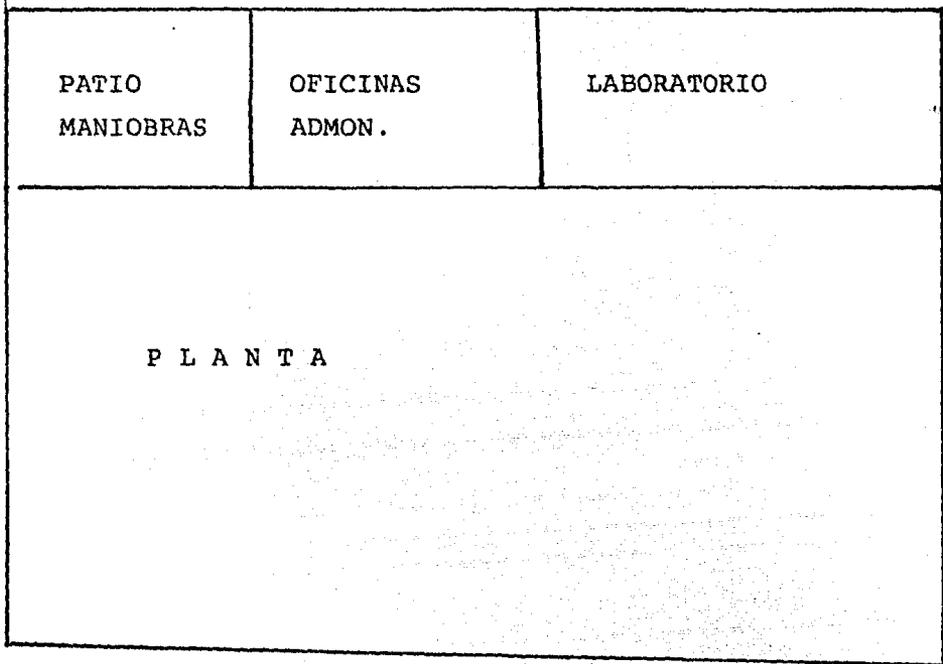


Fig. No. 10. Ubicación Física del Laboratorio dentro de las instalaciones de la fábrica.

C A P I T U L O 6

PRESUPUESTO DE INVERSION

6.1. COSTOS DEL LOCAL

- a) Estructura metálica con las dimensiones \$ 90,000.00
de 600 cm de frete y 400 cm de fondo ,
por 240 cm de altura. Armada totalmen-
te en perfil tubular, incluye:
- Fachada de 600 cm x 240 cm altura con
puerta entrada y 3 ventanas de (14.4 cm²)
 - Pared lateral de 300 cm x 240 cm con -
ventanas.
 - División al rededor de la estructura a -
120 cm del piso.
 - Puerta de 90 cm x 2000 cm.
 - Chapa
 - Baguetas de aluminio en los espacios
 - Pijas.
 - Acabados: Redondeado en las esquinas,
soldadura esmerilada, pintura anticorrosiva
desengradado con solvente.

- Incluye Material y mano de obra.

b) Vidrio o lámina de acrílica y láminas de Fibracel para forrar la estructura.
(Material e instalación)

\$ 18,000.00

\$ 108,000.00

6.2. COSTO DE SERVICIOS (INCLUYE MATERIAL DE MANO DE OBRA)

a) Instalación eléctrica incluye: \$ 30,000.00

- Instalación de línea de 110 volt
- Lámparas de luz blanca, 40-watts.

b) Instalación de agua incluye: \$ 18,000.00

- Línea de agua con tubo de cobre de 1/2", que alimentará a lavadero, mesas de trabajo; ducha de presión.
- Drenajes de servicios - arriba citados

\$ 5,000.00

c) Instalación de Gas Butano-Propano \$ 10,000.00

- Tanque de gas, regulador, tubo de cobre 3/8"

d) Aire comprimido \$ 4,000.00

Línea, tubería galvanizada de 1/2", (a 7 kg/cm² de presión (tomada del compresor

de la planta)

- Otros. (apagadores, contactos, llaves para gas y agua)	\$ 10,000.00
	<hr/>
	\$ 82,000.00

6.5. COSTO DEL MOBILIARIO

- Mesa de trabajo de 200 cm de de longitud por 100 cm ancho, y 110 cm de altura, provista de canal de desague de lámina galvanizada, cajones y gavetas. - cubierto material resistente al alkali o ácidos.	\$ 90,000.00
- Mesa titulaciones, de 170 cm por 60 cm de ancho y 100 altura, cajones y cubierta acero inoxidable.	\$ 30,000.00
- Lavadero con llaves, escurridas de acero inoxidable.	\$ 15,000.00
- Anaquel o closet para almacén de material y reactivos de 50 cm por 180 cm y 200 cm de altura con divisiones.	\$ 25,000.00
- Masa de cálculos	\$ 3,000.00
- Bancos	\$ 5,000.00
- Escritorio y sillas para jefe de o Gte. del laboratorio	\$ 25,000.00
- Escritorio y sillas para Secretaria	\$ 12,000.00
- Archivero.	\$ 8,000.00
- Librero	\$ 15,000.00
- Calcularse y máquina Escribir	\$ 60,000.00
	<hr/>
	\$ 288,000.00

6.3. COSTO EQUIPO DE LABORATORIO

Balanza analítica Marca Sartorius modelo 2462 capacidad 200 g. (de- uso)	\$ 200,000.00
Viscosímetro tipo Brookfield	\$ 100,000.00
Mecheros Bunsen doble cilindro	\$ 2,000.00
Termómetro -10 °C a 110 °° (3)	\$ 3,000.00
Potenciómetro modelo 20; Digi-- tal, PH 0-14; con electrodo, 127 50/60 Hz. <u>Conductronic</u>	\$ 150,000.00
	<hr/>
	\$ 455,000.00

6.4. COSTO MATERIAL LABORATORIO Y REACTIVOS \$ 150,000.00

Se incluye el material y reactivos men-
cionados en los puntos 4.1 y 4.3

6.6. COSTO EQUIPO Y MATERIAL DE SEGURIDAD

- Extinguidores de polvo químico tipo ABC de 7Kg (3)	\$ 25,000.00
- Ducha de presión	\$ 2,000.00
- Manta contra incendios	\$ 4,000.00
- Botiquin primeros auxilios (ven- das gasas mascarilla de oxígeno- tela adhesiva, alcohol, agua oxi- genada, limpia ojos, tijeras ect)	\$ 13,000.00
	<hr/>
	\$ 44,000.00

6.7. INVERSION TOTAL

Costo del local	\$ 108,000.00
Costo Servicios	\$ 82,000.00
Costo Equipo Laboratorio	\$ 155,000.00
Costo Material y Reactivos	\$ 150,000.00
Costo Mobiliario	\$ 288,000.00
Costo Material y Equipo Seguridad	\$ 44,000.00
	<hr/>
	\$1'127,000.00

CAPÍTULO 7
CONCLUSIONES

1. La institución del laboratorio de control de calidad en la empresa será de vital importancia, como anteriormente se ha señalado, para el buen desempeño de ésta, por lo que en su oportunidad deberá de realizarse siguiendo los lineamientos que se han señalado en este trabajo.

2. Los conceptos teóricos que aquí se presentan en los dos primeros capítulos son los mínimos necesarios para el mejor entendimiento de las técnicas de análisis, así como el porqué de la realización de los mismos.

3. Las distintas técnicas aquí sugeridas para el desarrollo de los análisis han sido cuidadosamente seleccionadas, de tal forma que estas resulten de fácil manipulación en lo que respecta a material, equipo y reactivos, los cálculos de los resultados sean simples y con un alto nivel de precisión y además procurando que los equipos, material y reactivos sean de fácil acceso y bajo costo.

4. Las técnicas en general son similares a las sugere

ridas por la American Oil Chemist's Society (A.O.C.S.) en su capítulo 7, sugiriéndose en algunos casos variaciones que durante la práctica se han observado resulten ser de mayor uso práctico, no queriendo decir con esto que estos procedimientos son los únicos o más adecuados y dejando siempre a elección de la persona que realizará la prueba la selección de la técnica a seguir en cualquier determinación.

5. La adecuada ubicación, y diseño del laboratorio serán claves en el funcionamiento del mismo, así como el desarrollo del personal en sus funciones.

El laboratorio se ubicará en un área independiente a la de proceso y de fácil acceso tanto a ésta como a la zona de oficinas, por las razones que se han expuesto en este trabajo.

La instalación de mobiliario, Equipo y servicios deberá seguir los lineamientos señalados en el capítulo quinto, aunque podrán ser modificados por razones ulteriores, pero vigilando que estos cambios no resulten contraproducentes y no afecten el buen funcionamiento del laboratorio.

6. La selección del personal que laborará en el laboratorio será fundamental, por lo que éstos deberán ser sometidos a un cuidadoso proceso de selección y capacitación plena de acuerdo al trabajo que desempeñaran.

Los conocimientos y personalidad de la persona que ocupe el sitio de Gerente o Jefe de Laboratorio, deberán ser sólidos de tal forma que el cumpla su función adecuadamente y el Laboratorio de control de calidad desempeñe sus funciones satisfactoriamente.

7. El monto total de la inversión que se estima para la instalación del laboratorio es de \$ 1,127,000.00. distribuida conforme a lo señalado en el sexto capítulo.

8. La labor del laboratorio de control de calidad no será una labor que reditue beneficios económicos que pueden verse reflejadas en un renglón de utilidades directamente en un balance, en un principio aparecerá como una inversión y una vez en funciones pasará a formar parte de los "GASTOS", pero deberán entenderse que este gasto es indispensable, como aquí se ha señalado, para el mejor funcionamiento de la empresa y esto será siempre repercutido en las ventas y por consecuencia en las utilidades de la empresa.

BIBLIOGRAFIA

- Groggins P.H.
Unit Processes in Organic Synthesis.
Pag. 303 a 387. Fifth Edition. Mc Graw-Hill Kogakusha. LTD.
(NEW YORK 1958)
- Bailey E. Alton.
Aceites y Grasas Industriales P. 4 a 86 y 305 a 312.
Editorial Reverté S.A. 1961.
- Kirk-Othmer.
Encyclopedia of Chemical Technology,
3a. Ed. Vol. 9 P. 785 a 818 y V. 22 P. 1 a 45
Editorial John Wiley and Sons. 1978 New York .
- Oficial and tentative Methods of the
American oil Chemist's Society.
2a. Edition. USA.
- Orozco Fernando
Análisis Químico Cuantitativo.
Décima Edición. Editorial Porrúa S.A. México 1978.
- Swern Daniel, Karl F. Matill; Frank A. Morris, Alexander J.
Stirton
Bailey's Industrial Oil and Fat Products.
P. 3a 143 y 447 a 462.
3th. Edition Interscience Publishers. (a División of John
Wiley and Sons.) USA 1964.
- Schwartz-Perry
Surface Active Agents Their Chemistry and technology.
Volumen I. Interscience Publishers, Inc. New York
3a. Ed. 1957 P. 44 a 52.
- Villegas Anaya Gerardo.
Diseño y Organización del laboratorio de una fábrica de Ja
bones. Tesis UNAM. 1983.

- J. H. Karchmer.
The Analytical Chemistry of Sulfur and its compounds
Part. I. P. 223 a 232.
Wiley-Interscience (1970 USA) "
- Wilfred W. Scott. (N.H. Furman-Editor).
Scott's Standard Methods of Chemical Analysis
Volume One. P. 922 a 929. Volume two. P. 1701-1767-1768-
1800. 5th. Edition D.V. Nostrand Company Inc. (1939).
- Groggins P.H.
Unit Processes in Organic Synthesis.
P. 260 a 367.
3th. Edition. MC. Graw.Hill Book Company Inc. (New York
1947)
- O' Flaherty, Roddy, Lollard.
The Chemistry and technology of Leather.
Vol. III P. 73 a 107.
Reinhold Publishing Corporation, New York 1962.
- Clifford L. Hilton and Foster Dee Snell.
Encyclopedia of Industrial Chemical Analysis.
Vol. 11. P. 73 a 107.
Interscience Publishers. of Division of Nueva
York 1968. (13).