



UNIVERSIDAD AUTONOMA DE SAN LUIS POTOSI

ESCUELA DE CIENCIAS QUIMICAS

EX-LIBRIS



SISTEMA DE
BIBLIOTECAS
U. A. S. L. P.

IMPORTANCIA DEL ANALISIS QUIMICO

EN UNA FABRICA DE JABON

TRABAJO RECEPCIONAL
QUE PARA OBTENER EL TITULO DE

QUIMICO

PRESENTA

Daniel Plascencia Narváez

CON GRATITUD Y CARIÑO

A mis padres:

Sr. Crescenciano Plascencia Cruz.

Sra. Ma. Antonia Narváez de Plascencia.

A MI HERMANO:

Crescenciano Plascencia N.

A MIS HERMANAS

Agradesco al Dr. Alfonso Martínez G.
Gerente de "Jabonera Potosina", las
facilidades dispensadas en la elabo-
ración del presente trabajo.

A MI MAESTRO

Sr. Ing. José L. Narváez R.
por sus atenciones

INTRODUCCION

Una industria con sistemas de funcionamiento práctico presenta el problema de acoplamiento de las tecnologías o investigaciones basadas en los métodos clásicos, ya sea en el control del proceso o de calidad del producto fabricado.

Tal caso se presenta en la "Jabonera Potosina", por lo cual se ha realizado el presente trabajo, con el fin de reunir los métodos de análisis más urgentes y en consecuencia principiar con la formación del laboratorio; se presenta también dentro del trabajo, una síntesis del proceso de fabricación, esperando que sirva el mismo como consulta o guía para las personas que sobre el tema se interesen.

CONTENIDO

INTRODUCCION

I.- HISTORIA.

II.- MATERIAS PRIMAS EN LA FABRICACION DE JABON.

A).- DESCRIPCION.

- 1.- Cuerpos Grasos.
- 2.- Resinas.

B).- INVESTIGACION DE LAS GRASAS

- 1.- Olor.
- 2.- Color
- 3.- Características externas.
- 4.- Prueba de empastado.
- 5.- Examen químico.
 - a).- Indice de Acido.
 - b).- Indice de saponificación.
 - c).- Indice de neutralización.
 - d).- Indice de Iodo.

C).- ANALISIS DE UNA GRASA DE ORIGEN ANIMAL

D).- MUESTREO Y ANALISIS DE SOAP-STOCK.

III.- DESCRIPCION del PROCESO de ELABORACION de JABON

IV.- ANALISIS DE JABON.

- 1.- Toma de Muestra.
- 2.- Humedad.
- 3.- Alcalinidad libre.
- 4.- Grasa libre.
- 5.- Alkali y ácidos grasos combinados del jabón.
- 6.- Investigación de un jabón con carga.

V.- ANALISIS DE GLICERINA.

VI.- CONCLUSION.

VII.- BIBLIOGRAFIA.

I.- HISTORIA.

Los orígenes de la fabricación del jabón se confunden todavía en los principios de la era cristiana.

Ya que no hay una separación precisa del uso de los productos o agentes de limpieza, aunque sí se tienen datos aislados de procesos que se asemejan a fábricas de jabón.

De la antigüedad se sabe que la ropa se restregaba, golpeaba ó pisaba y que también se usaba la orina corrompida, pensándose actualmente que el principal agente tensoactivo son las sales de amonio. Se usaron también mucho en el lavado de la ropa los jugos o zumos jabonosos provenientes de ciertas plantas vegetales y que actualmente son aún susceptibles de utilizarse.

Del siglo I de nuestra era se tienen noticias del uso de las cenizas de madera y que se aumentaba su causticidad por medio de la cal.

Plinio el viejo narra en su Historia Natural que el jabón había sido inventado por los galos, que se utilizaba como pomada unguento para el cabello y que se usaba con más frecuencia en la mujer; en fin hay discusión actualmente sobre quien ó quienes fueron los verdaderos creadores del jabón, puesto que los escritores antiguos mencionan a los fenicios, a los germanos y galos como los verdaderos inventores.

De ninguna manera debe suponerse a los primeros jabones parecidos a los actuales, posiblemente hayan sido mezclas de lejías procedentes de cenizas vegetales y grasas animales y más tarde una mezcla más activa - añadiéndole cal, teniendo primero usos medicinales y luego doméstico, - sobre todo en el lavado de tejidos de fibra como: La lana.

El jabón propiamente dicho aparece en Europa en el siglo II después de Cristo, pero su desarrollo poco se conoce aunque se supone que Marsella ya comerciaba con él en el siglo IX.

Por los siglos XV a XVII Francia, Inglaterra e Italia desarrollaron la fabricación de jabón a escala industrial: en esa época existieron -- los monopolios, se pagaban grandes impuestos y multas, empezaron a surgir las sofisticaciones y por lo tanto el ensayo del jabón.

Durante más de 300 años quedó estático el proceso, los fabricantes -- empleaban la práctica de obtener las lejías de carbonato de potasio provenientes de las cenizas de madera y luego por adición del hidróxido de calcio se desplazaba la potasa necesaria para la saponificación: si se deseaba obtener un jabón duro se hacía usual el salar el primer jabón -- blando. No fué sino hasta las primeras décadas del siglo XIX en que los estudios de Chevreul sobre las grasas que iban a la par que los procedimientos de Leblanc de obtener sosa caustica artificial, en que la fabricación de los jabones constituye uno de los miembros importantes en la -- historia de la industria química, con su desarrollo.

Inglaterra y Francia, con motivo de estos adelantos aumentaron su producción y exportación, además extendieron la aplicación de los jabones no ya de sebos blancos y aceites de oliva sino que también gracias a sus colonias incluyeron los aceites vegetales de coco, palma y palmiste.

Alemania que solo se sustentó de la fabricación casi doméstica, introdujo el entonces nuevo método de los jabones de empaste y los fabricados en frío; se patentó el blanqueo del aceite de palma por el método al bicromato en medio ácido. El primer jabón separado sobre graso se debe a un experto jabonero alemán de nombre J.B. Grodhaus, preparado a base de aceite de coco y sebo blanco, método por el cual los jabones hechos a partir de grasas y aceites impuros se llega a un producto libre de mal olor y buen acabado.

De 1850 en adelante la jabonería se desarrolló con rapidez; se introdujeron aceites nuevos, como aceite de semillas de algodón, cacahuate, ajonjolí, etc., la resina entró en nuevas composiciones, surgió la refinación de aceites y grasas de deshecho.

Para fines del siglo pasado se modificó casi por completo la jabonería, se empleó el vapor en la cocción del jabón por medio de serpentines ó Chaquetas y uso de grandes calderas, aunque todavía persistía el cocimiento a fuego directo; la glicerina fue tomando importancia a tal grado que muchos fabricantes de jabón desdoblaban las grasas y se continuaba el proceso del jabón. Entró también la saponificación carbónica.

Desde principios de siglo la industria química con sus estudios y descubrimientos ha hecho avanzar la jabonería y la industria de los aceites admitiendo procesos continuos de rápida terminación de productos y más aún los métodos de síntesis completa del jabón a partir de agua, hidrógeno y carbón.

II.- MATERIAS PRIMAS EN LA FABRICACION DE JABON.

A).- DESCRIPCION.

En la fabricación de jabón se consideran por un lado los aceites y las grasas tanto de origen animal como vegetal y por otro lado las materias inorgánicas, como son los álcalis, la sal común y el agua.

1.- CUERPOS GRASOS.

Los aceites y las grasas usados en la manufactura del jabón son por lo general productos de calidad más baja que los usados en la alimentación y en la industria de las pinturas y se venden a precios más bajos que estos últimos.

Actualmente se usan en estas factorías: el material que se encuentra en las cavidades internas de la res y alrededor de los riñones que es el denominado sebo, la grasa propiamente dicha que se le encuentra en el tejido subcutáneo que se consume en un porcentaje alto además las grasas de puerco, asno, caballo, etc., agrupadas dentro de las grasas animales.

De las grasas de origen vegetal, se consumen de coco, coyol ó palmito, algodón, maíz, nabo, ajonjolí, etc., extraídas de semillas ó frutos carnosos producidos por plantas ó árboles.

Se utilizan también los productos de refinación de los aceites comestibles, cuyos aceites originales proceden de semillas tales como el cartamo, algodón, ajonjolí, nabo, etc.,

Otro producto usado con cierta amplitud es la brea ó colofonia única materia saponificable después de las grasas.

Así las grasas y aceites anteriormente citados completan las categorías de sólidas, semisólidas y líquidas.

En la manufactura del jabón para lavandería; en donde se interesa más por las grasas que deben mantener una calidad casi invariable en el producto terminado, se recurre a aquellas cuya constancia en el mercado es regular; ya que de no tenerlas a la mano, los jabones sufrirán cambios generales, como lo son: su aspecto, dureza, color, y lo que es más importante sus propiedades espumantes y detergentes. Entonces haremos una clasificación de las grasas atendiendo no a su estado físico ni a su índice de yodo, más bien lo haremos desde su punto de vista industrial. Dividiremos las grasas en varios grupos que comprenden a todas las grasas existentes aunque no todas ellas tengan en este caso usos en jabonería.

- a) Grupo de las grasas de leche.
- b) " del ácido láurico.
- c) " de las mantecas vegetales.
- d) " de las grasas animales.
- e) " del ácido oleico-linólico.
- f) " del ácido erúcico.
- g) " del ácido linolónico.
- h) " de los aceites marinos.
- i) " de los ácidos-hidroxiácidos.
- j) " de los ácidos conjugados.

a).- Grupo grasas de leche.

Dado su nombre este grupo es especial, se caracteriza por tener ácidos grasos de bajo peso molecular en mayor proporción que el resto de las grasas existentes, llegando a tener cantidades apreciables de ácido butírico, estas grasas sólo tienen usos alimenticios y no entraremos en cuestión.

b).- Grupo del ácido láurico.

Este grupo se distingue por su cantidad de ácidos láuricos que según información, tiene entre 40-50 % del ácido, con escasa proporción de ácidos no saturados como el oleico y linólico. En general estas grasas son altamente saturadas y de bajo punto de fusión, que son sus propiedades típicas; Se utilizan con algunos fines alimenticios, en jabonería se usan en gran escala; sus fuentes son las semillas y nueces de las palmeras tropicales, sus jabones son bastantes duros y debido a la escasa cantidad de ácidos insaturados en sus glicéridos, son escasamente oxidables, espumean rápido y son bastante solubles por lo que se aprecian en esta rama. De los más conocidos se encuentran los aceites de coco y palmiste.

c).- Grupo de las mantecas vegetales.

Estos glicéridos son semejantes al grupo anterior por sus propiedades, como de fundir dentro de un margen pequeño de temperaturas, su consistencia no se debe a que estén formados por ácidos de peso molecular elevado; sino a su especial configuración en el espacio; tienen de 50 %

6 más de ácidos saturados desde 14 a 18 carbonos en su molécula. Las grasas de este grupo tienen un alto precio por lo que se usan principalmente en productos farmacéuticos, su representante típico es la manteca de cacao.

d).- Grupo de las grasas animales.

Son grasas procedentes del cuerpo de los animales. Tienen un elevado porcentaje de ácidos grasos saturados (C_{16} y C_{18}) y pequeño el de ácidos insaturados; de los cuales los principales son el oleico y el linólico, son diferentes a las grasas vegetales no en cuanto a ácidos sino a su configuración; de su producción ya sea proveniente de animales ó partes del cuerpo inutilizables en grado alimenticio sólo una fracción se destina a la jabonería.

e).- Grupo de los ácidos oleico-linólico.

Los ácidos grasos en este caso en su mayoría son insaturados en un 70-80 % siendo los predominantes los ácidos oleico y linólico, un 20% de los ácidos totales es completamente saturado; los aceites que provienen de estos glicéridos son de semillas cuyas plantas crecen en climas templados, por lo regular estas plantas son anuales y otras son de árboles, estos aceites son de los más aprovechables y útiles; no son suficientemente insaturados para utilizarse en pinturas, por lo general son comestibles; sus jabones son blandos; sólo hidrogenando a los aceites producen jabones con más dureza. La mayoría de estos aceites son líquidos a la temperatura ambiente excepto a bajas temperaturas.

Comprende este grupo los aceites más variados en su composición y características, todos son de origen vegetal y son los más usados, extendidos y abundantes; todos ellos provienen de algodón, cacahuate, maíz, plama, cartamo, nabo etc., Se adquieren en jabonería los aceites de este tipo ya sea en su estado natural ó como soapstock.

f).- Grupo del ácido erúico.

Se distinguen por su alto contenido del ácido cuya fuente es la mostaza y colza; se consiguen en América sólo importados del Oriente y de Europa, se usan como comestibles y preparación de lubricantes.

g).- Grupo del ácido linoléico.

Contienen el ácido que les da el nombre además del oleico y linólico; tiene propiedades secantes por lo que se utilizan en pinturas y no en alimentación; pues su sabor cambia debido a las oxidaciones y provienen de plantas anuales y son con frecuencia de climas fríos; los más importantes son los aceites de linaza, cañamones, soja etc.,

h).- Grupo de los aceites marinos.

Comprende los aceites de pescado y mamíferos marinos, sus ácidos --- grasos son muy diversos y en su mayoría insaturados, las cadenas de átomos de carbón van desde 15, 18, 20 y 22 átomos y algunas tienen hasta 3 enlaces dobles; no se consideran como materia industrial y alimenticia deseable; en cambio los aceites de hígado de peces, tienen valía --- por contener vitaminas como la A y D.

i).- Grupo de los ácidos hidroxiácidos.

El único miembro de este grupo es el aceite de ricino, que contiene el ácido ricinoleico en gran cantidad, es distinto de los demás aceites en muchos aspectos, no es comestible ni se utiliza en jabonería.

El ácido ricinoleico tiene la propiedad de que al deshidratarse, se transforma en un ácido conjugado, sirviendo así como lubricante ó en sistemas hidráulicos.

j).- Grupo de los ácidos conjugados.

Estos aceites tienen la característica de contener ácidos conjugados, no sirviendo en alimentación ni en la fabricación de jabones pues debido a su fácil polimerización son fuertemente secantes, aún más que los ordinarios, por lo tanto se utilizan en la fabricación de barnices recubrimientos, protectores, etc. Su lugar de origen es China.

2.- RESINAS.

Además de las grasas y ácidos grasos tiene interés la breca o colofonia en la fabricación de jabón; estas resinas escurren de las cortezas de pinos y abetos y de maderas jóvenes; por efecto de destilación de la resina bruta se separa un líquido que por clarificación y filtración resulta una masa vítrea y frágil al enfriar. Sus componentes químicos son en gran parte ácidos abietínicos y pimarícos como ácidos libres, forman jabones solubles en el agua, a pesar de tener una constitución diferente a los ácidos grasos provenientes de glicéridos.

Dentro de la jabonería se utilizan otros materiales de relleno que tienen poder de retener la humedad y otras de bajar ó reducir la dureza del agua, de los más conocidas se encuentran los silicatos solubles, --- los aluminio-silicatos y los carbonatos además de sustancias colorantes y aceites esenciales.

B).- INVESTIGACION DE LAS GRASAS.

En el manejo de los materiales grasos debe tenerse una idea mínima de su naturaleza, y algunas propiedades físicas y químicas de los glicéridos, para el control de adquisición y proceso de dichos materiales.

En la actualidad los métodos de control de aceites y grasas son en su mayoría físicos, pero en una industria jabonera es necesario el ensayo químico, que aunque laborioso permite el conocimiento y aporta datos no sólo sobre las sustancias grasas en sí, sino sobre todo el trayecto de la elaboración del jabón, además de otras sustancias que intervienen en el proceso total.

Las grasas, que provienen de animales y vegetales, poseen untuosidad ó capacidad de lubricar superficies, alta viscosidad relativa, son solubles en la mayoría de los solventes orgánicos, tienen un peso específico menor que el agua, a temperatura ambiente ó al calentarlas son líquidos oleaginosos, reaccionan con los álcalis produciendo jabones.

A continuación se exponen algunos conocimientos practicados.

1.- OLOR.

Es una forma particular de distinguir una grasa ó aceite con frecuencia presenta cierta ayuda, pues se puede saber su frescura, ranciedad, etc., Y aún se reconoce por medio de esta característica su procedencia y así se habla de sebo, aceite de coco, pescado, cacahuete y otras más. El olor resulta más penetrante al frotar un poco de la muestra en la palma de la mano.

2.- COLOR.

También es significativo el color de las grasas; puesto que se puede predecir la tonalidad del jabón que produce, con respecto a esto se hacen pruebas de empaste en frío para ver realmente el color del futuro jabón.

3.- CARACTERISTICA EXTERNA.

Otro punto a favor del reconocimiento, es el aspecto de las grasas; con cierta práctica se puede conocer el origen de una grasa sólida al ambiente; pero si ésta es líquida el exámen es dudoso. Esta observación interesa dentro del tema de la jabonería, ya que si una grasa es sólida de antemano se sabe que contiene ácidos grasos en su mayoría saturados y que estos producen jabones con cierta dureza comparativa, la espuma puede ser de formación rápida o tardía, débil ó resistente; los aceites delgados, sabones están constituidos en gran proporción de ácidos insaturados, que dan jabones blandos aun siendo estos de sodio; esta anomalía da lugar al desgaste rápido del mismo, al friccionarle sobre los objetos sometidos a limpieza, tarda más tiempo en producir espuma, pero -

es resistente, estas y otras conjeturas se plantean con las apreciaciones anteriores.

4.- PRUEBA DE EMPASTADO.

Al aceite se le somete a un exámen, pero de gran trascendencia, pues por medio de este se conoce la dureza, el color, clase de espuma, etc., y aún con estos datos se procede a calcular la carga de un determinado jabón; por ejemplo: Se requiere un jabón de espuma abundante y resistente, y la prueba de empastado de un jabón blando, espuma tardía pero resistente, entonces el aceite se mezclará con otros cuyas características se conocen, en determinada proporción, para así poder obtener el producto de color, aspecto, dureza y espuma deseados.

MODO DE PROCEDER.- En un vaso de 600 ml. se coloca hasta la mitad ó poco menos de las $\frac{3}{4}$ partes del volumen total del vaso el aceite en cuestión, se pesa y calienta a una temperatura de 40°C , se vacía lentamente una solución de sosa cáustica de 35 a 36 BÉ con el propósito de saponificar un 90 a 92 % del aceite, para esto debe conocerse el índice de saponificación, mientras que la sosa cae sobre el aceite debe mezclarse, la duración de caída y mezclado debe ser menor de un minuto, cuando la mezcla ha sido homogénea, se prueba empapando en la masa la hoja de la espátula que actuó como agitador de la misma y dejando resbalar la pasta sobre el vaso, debe mostrar una emulsión perfecta y una consistencia viscosa, que con la práctica es sencillo conocer; después del mezclado se vacía todo el contenido en una caja de madera desarmable y se guarda en la estufa la cual debe mantenerse a 40°C con el fin de que la saponificación de la mezcla sea pareja, al cabo de 4 horas se saca la caja de la estufa, se enfría, desarma y se procede a observar el color, dureza, aspecto y espuma del jabón producido.

5.- EXAMEN QUIMICO.

Sabemos que los aceites y grasas empleados en jabonería no llevan las especificaciones de los usados en la alimentación y los análisis interesantes desde el punto de vista industrial y no comestible, además los resultados intervienen en la fabricación del jabón.

a).- Índice ó número de ácido.-

Se define como el número de miligramos de KOH necesarios para neutralizar los ácidos grasos libres en un gramo de grasa; mide por tanto el grado de hidrólisis.

APARATOS REACTIVOS.

Matraz erlenmeyer de 125 ml. de boca ancha.

Solución alcohólica de KOH 0.1 N libre de carbonatos.

" " de fenoftaleína al 1%

Procedimiento:

Se pesan de 4 a 5 gramos de grasa en el matraz ya tarado y se le añaden de 30 a 50 ml. de alcohol neutro a la fenolftaleína con preferencia etílico de 95°, se lleva a baño de vapor, agitando hasta que empieza a hervir el alcohol, se le añaden 3 gotas del indicador y se titula con la potasa, hasta la aparición de un color rosa pálido con duración de unos dos segundos.

Este resultado se puede reportar en mg. de KOH ó en % de acidez.

$$\text{mg} = \frac{\text{ml.} \times N \times 56.1}{\text{grs.}} \quad \text{o bien} \quad \% = \frac{\text{ml.} \times \text{me} \times N \times 100}{\text{grs.}}$$

De donde;

N= Normalidad de la solución potásica.

ml= gasto de la misma.

me= miliequivalente del ácido graso en el que se reporta, que generalmente es el oleico, siendo el ácido láurico si los aceites son de coco ó palmiste.

b).- Indice de saponificación.

Es el número de miligramos de KOH necesarios para saponificar un grano de grasa; por lo tanto se convierten a sales la grasa neutra y la acidez libre.

APARATOS Y REACTIVOS.

Matraz erlenmeyer de 125 ml. de boca ancha.

Refrigerante de reflujo, accionado por aire ó agua y que en uno de sus extremos tenga un tapón horadado que sirva para ajustar el refrigerante al matraz.

Solución alcohólica de KOH 0.5 N libre de carbonatos.

Solución acuosa de HCl 0.5 N

Solución de fenolftaleína al 1%

Procedimiento:

Se pesan de 1 a 2.5 grs. de grasa en matraz tarado, recién lavado y enjuagado con agua destilada hervida y un poco de alcohol neutro, se le añade con una pipeta especial para la potasa alcohólica una cantidad medida en exceso de la solución anterior, el número de mililitros estará de acuerdo al tipo de aceite, a continuación se le coloca firmemente el refrigerante al matraz y se lleva a baño de vapor por un tiempo mínimo de 30 minutos agitando ocasionalmente para acelerar la reacción, - debe observarse que no queden trazas de aceite y que la solución este opaca debido al jabón que se forma, tomadas estas precauciones, se añaden 3 gotas de indicador y se titula el exceso de álcali con la solución de ácido.

$$\text{No. de Sap.} = \frac{(\text{ml. de KOH} \times N - \text{ml. de HCl} \times N) \times 56.1}{\text{grs.}}$$

c).- Indice de neutralización.

Es el número de miligramos de KOH necesarios para neutralizar un -- gramo de ácidos grasos: Este número se relaciona con mol de KOH para ob tener el peso molecular medio de los ácidos grasos de un aceite y puede dar un bosquejo del origen de un soap-stock y de una grasa ó aceite no identificado.

MATERIALES NECESARIOS:

Matraz de 125 ml. boca ancha.

Solución alcohólica de KOH 0.5 N libre de carbonatos.

" " de fenolftaleína.

Procedimiento:

Se pesan en el matraz de 1.5 a 2 grs. de los ácidos, se disuelven en el alcohol neutro, calentando a baño de vapor, empezando a hervir el alcohol se le añaden 3 gotas del indicador y se titula con la potasa, -- antes de llegar al punto final se calienta unos momentos la solución co n el fin de asegurar una buena saponificación, continuándose la adición de potasa hasta tener una solución rosa permanente.

$$\text{Ind. de N} = \frac{\text{ml. de KOH} \times \text{N} \times 56.1}{\text{grs.}}$$

d).- Indice de Iodo.

Se entiende por tal indice los gramos de iodo que son absorbidos -- por cien gramos de grasa. Representa el grado de insaturación de las -- grasas y ácidos grasos.

REACTIVOS:

Solución de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$: Se disuelven 24.8 grs. de la sal en agua -- destilada recién hervida, se enfría y se filtra, se afora a un litro y titula.

Indicador de almidón: Se mezcla un gramo de almidón soluble en 5 -- ml. de agua, y luego vacía en 100 ml. de agua hirviendo, se filtra y se envasa.

Solución de KI: Se disuelven 15 grs. del reactivo en 100 ml. de -- agua destilada.

Solución de Hanus: Se disuelven 13.815 grs. de Iodo en 825 ml. a-- proximados de ácido acético glacial; calentando un poco a baño de vapor para disolver completamente; ya en frío se toman 25 ml. con pipeta, se vacían en un matraz de 250, se añaden 10 ml. de la solución de KI y 50 ml. de agua titulándose con la solución de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$. En un matraz conte-

niendo 200 ml. de $\text{HC}_2\text{H}_3\text{O}_2$ glacial se añaden 3 ml. de bromo, se mezclan bien y se toman de aquí 5 ml. con pipeta y se vacían en otro matraz -- conteniendo 10 ml. de solución de KI y 50 ml. de agua los cuales se titulan con la solución de tiosulfato; con este resultado se calcula la cantidad de solución de bromo equivalente a los 800 ml. restantes de la solución de iodo de acuerdo a:

$$A = 800 \frac{B}{C} \text{ donde:}$$

A = ml. de la solución de bromo necesarios.

B = " " " " " $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ gastados por ml. de solución de iodo.

C = " " " " " " bromo

Se mezclan las dos soluciones en un matraz aferado de un litro, y se enrasa con $\text{H}_2\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2$; se guarda la solución resultante en un frasco -- obscuro con tapón estérilizado y en lugar aislado de luz.

Procedimiento:

En un frasco especial para la determinación, se pesan de 0.1 a 0.9 grs. de aceite según su origen, que buscado en tablas especiales dará -- la insaturación aproximada correspondiente a tal ó cual grasa o aceite ó el tipo de adulterante que se cree que contiene. Se añaden para disolver 15 ml. de cloroformo ó tetracloruro de carbono y 25 ml. de la solución de Hanus, se agita un poco, se tapa y reposa por 30 minutos agitando de vez en cuando, llegado el tiempo se añaden 10 ml. de la solución de KI y también 50 ml. de agua lavando también el tapón del frasco; empezándose a titular con la solución de tiosulfato, cuando se haya decolorado bastante la solución en ensayo, entonces se añade un ml. de solución de almidón, terminándose de titular hasta el cambio de color azul -- de la prueba.

Debe ensayarse también una prueba en blanco y de igual forma para evitar errores y la estandarización de la solución de iodo.

CÁLCULOS.

$$\text{Ind. de Iodo} = \frac{(A-B) \times N \times me. \times 100}{C}$$

A = ml. de tiosulfato usados en el testigo.

B = " " " " " la prueba.

C = Peso de la muestra en gramos.

N = Normalidad del tiosulfato.

me. = miliequivalente del Iodo.

C) ANALISIS DE UNA GRASA DE ORIGEN ANIMAL.

MUESTREO:

Reglamentamente las grasas provenientes de animales como el caballo, asno, cerdo y res tienen un procedimiento de extracción diferente: en algunas se someten los restos de tenería a la acción del vapor vivo en autoclaves; algunas otras por medio de calor directo, habiéndolas también como productos secundarios de la manufactura de carnes frías como embutidos, jamones, etc.

Al obtener estas grasas es necesario conocer la cantidad de grasa útil o saponificable y lo mismo sus impurezas totales, la humedad, restos de los tejidos del cual provienen, sales inorgánicas que se usaron en la preparación del material grasoso, etc.

Estos productos se reciben en tambores de 200 lts. ó recipientes de hojalata de 19 a 20 lts.

La consistencia de éstas grasas varía desde un grado semisólido — hasta el líquido; por lo que el muestreo se efectúa por medio de un calador que consiste de un tubo cuya longitud sobrepasa en 30 cm. a la altura de los tambores, en su interior una varilla acorada y de mayor longitud que el mismo tubo, lleva una goma bastante firme que sirve para sellar la salida o boca de uno de los extremos del tubo y que está en posición perpendicular al eje de la varilla y también del tubo.

Se introduce el calador en las grasas, entrando primeramente la varilla seguida del tubo en una distancia de 15 cm. por lo que tocará primero el fondo del tambor, la goma de la varilla y en seguida el tubo, encerrando al producto graso; de ésta manera se obtiene una buena muestra que contiene la homogeneidad a todo lo largo del tambor.

En el caso de venir en latería y el material sea sebo o grasa dura, se utiliza un calador cilíndrico media caña.

Procedimiento:

Análisis sencillo que consiste en separar la substancia grasa total la cual comprenderá ácidos grasos libres y grasa neutra. Teniendo la muestra representativa en el laboratorio se procede de la siguiente manera.

Agitación con varillas de vidrio o espátulas de acero inoxidable o cualquier material que no sea susceptible de alterar los componentes de la grasa; el tiempo requerido es aquel en que al sentir al tacto los gránulos, estos sean lo más pequeños posible y de grosor uniforme.

Debido a que las grasas y acitillos de animales llevan siempre en

emulsión las impurezas antes descritas, la mejor manera de separarlas es por centrifugación; así la humedad, arena, sales inorgánicas y proteínas tienen un peso específico mayor que las grasas y aún se mostrará mejor esta diferencia en la disolución con solventes orgánicos y la separación es inmediata.

El método en sí es bastante sencillo y se comete error muy pequeño en la exactitud. En el caso dado que a simple vista se dude de la grasa por la existencia de parafinas o petrolatos se somete la grasa a otro tipo de análisis.

GRASA TOTAL.

a.- En un tubo de centrifuga de 10-12 cm. de longitud, se pesan según convenga de 1 a 3 gr. de la grasa.

b.- Se añaden de 6 a 8 ml. de éter de petróleo de punto de ebullición 60-70 °C.

c.- Se tapa el tubo con tapón de hule y se agita durante 5 a 6 min.

d.- Se centrifuga por un tiempo igual o aproximado.

e.- Se vacía la disolución grasa-éter en matríz de 125 ml. tarado de antemano.

Se procede tantas veces en disolver y agitar; como centrifugar hasta que la coloración del éter en el tubo sea completamente igual a su color natural; en la práctica es fácil apreciarlo, por lo regular de 3 a 5 separaciones es suficiente.

f.- En seguida se lleva el matríz a baño maría cuya temperatura no pase de 70 °C; pues puede ocurrir que expulse la solución si no se tiene la debida precaución. Para tener la certeza de que el éter se ha evaporado, se agita el matríz y la presencia se denuncia por el olor o el burbujeo de la solución. Debe tenerse cuidado que no quede algo de éter pues ya en la estufa; los ácidos grasos pueden destilarse o aún quemarse.

g.- Se lleva el matríz a la estufa durante 1/2 a 3/4 de hora agitando de vez en vez con el fin de remover cualquier traza de agua.

h.- Por último se pasa el matríz al desecador; enfría y pesa.

EJEMPLO.

Peso del tubo vacío = 14.990	Peso matríz vacío = 76.022
Peso del tubo con grasa = 17.295	Peso matríz con grasa = 78.05
% Grasa total = $\frac{(78.05 - 76.022)}{17.295 - 14.990} \times 100 = 87.9826$	

D) MUESTREO Y ANALISIS DE SOAP-STOCK.

DEFINICION:

Soap-stock es el residuo jabonoso de la refinación de un aceite comestible que contiene mucílago, cascarilla e impurezas de las semillas originales.

MUESTREO:

En el supuesto caso de no llegar una muestra representativa junto con la carga total, se procede de la manera siguiente:

A medida que se va descargando el material, que generalmente viene en bloques rectangulares; se efectúa un pequeño corte sobre la superficie con el fin de quitar la costra que de ninguna manera representa una muestra media, a continuación se cortan trozos en forma cónica cuya base estaría en la superficie descortezada y su vértice hacia el centro del bloque.

De aproximadamente 10-12 toneladas se habrá recogido de 2 a 3 kgs. en seguida a manera de cuarteo se toman de 3/4 a 1 kg. representando así la muestra que irá al laboratorio.

ANALISIS:

Este análisis es semejante al de un jabón ordinario solamente con ligeras variantes; en el caso de la adquisición de SOAP-STOCK como refuerzo en jabonería interesa en sobre manera la cantidad de ácidos grasos totales.

El método que a continuación se expone, determina los ácidos grasos totales presentes en la muestra, estando estos en estado de aceite neutro, aceite saponificado y aún, ácidos libres.

El SOAP-STOCK, por lo general proviene de aceites de semillas tales como maíz, cártamo, nabo, cacahuato etc., cuyos glicéridos son parecidos.

APARATOS USADOS:

Vasos de 250 ml.

Matraces erlenmeyer de 250 ml.

Embudos de separación de 250 ml.

Papel filtro de paso rápido; tipos Reeve Angel No. 230, Eaton and - Dikeman No. 617 ó equivalente.

Mortero de tamaño regular.

REACTIVOS:

Solución alcohólica de NaOH ó de preferencia KOH al 8 %
HCl ó H₂SO₄ 7N. en agua destilada.
Éter de petróleo grado reactivo.

Procedimiento:

Se pesan alrededor de 5 a 8 grs. de la muestra bien mezclada en mortero en un vaso de 250 ml., disolviendo con 10 ml. de alcohol etílico y 30 a 40 ml. de agua destilada, llevándose a baño de vapor hasta la disolución completa y transvasándose a un embudo de separación inmediatamente, lavándose el vaso con agua caliente y 2 ml. de KOH alcohólica.

Ya en el embudo de separación, a la disolución jabonosa aún caliente se le añaden de 3 a 4 gotas de anaranjado de metilo lo cual será suficiente para poder observar el grado de acidez que tomará la muestra; se acidifica con el ácido citado anteriormente, agitando suavemente el embudo, se deja reposar y al mismo tiempo enfriar, liverándose así los ácidos grasos, apartándose de la solución ácida hacia la superficie.

A continuación se añaden aproximadamente 25 ml. de éter de petróleo se deja reposar después de un minuto de agitación, separándose las capas acuo-alcohólicas ácidas y la etero-grasa, después se drena la primer capa, recibiendo en otro embudo de separación; al cual se le añaden otros 25 ml. de éter, extrayendo los ácidos grasos que hayan sido arrastrados en la separación, se continúa por 3 ó 4 veces la misma operación hasta que la coloración del éter en un nuevo intento de separación de grasa sea completamente clara.

Se reúnen todas las porciones etereas en el primer embudo, se lava éste con agua destilada hasta que la prueba con fenolftaleína sea neutra, se filtra el extracto a través de papel filtro con lo cual se separa el mucílago, se lava 2 ó 3 veces con éter, enpleno 15 a 20 ml cada ocasión, raspando el filtro suavemente con una varilla de vidrio al mismo tiempo que con el éter vamos lavando, quedando la solución bastante cristalina en el matraz previamente tarado; llévase a baño de vapor, no debiendo pasar la temperatura de 55°C pues de otro modo habrá peligro de tirarse la solución, ya que los extractos suman de 60 a 70 ml. y el matraz es pequeño; habiéndose evaporado un 80 % del éter se sube la temperatura entre 65 y 70 °C con lo cual termina la evaporación.

Lleve el matraz a la estufa (100-110)C por 3/4 de hora; enfríe en desecador y pese, repítase esta misma operación hasta peso invariable, de esta manera se obtiene el peso de los ácidos grasos totales.

CÁLCULOS: % de Ac. grasos = $\frac{\text{Peso de los ácidos} \times 100}{\text{Peso de la muestra.}}$

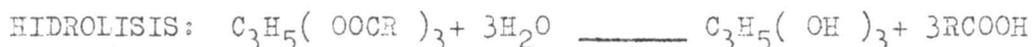
La diferencia del método para ácidos grasos entre jabones y Soap-stock se encuentra en la filtración de los ácidos del soap-stock, ya que los del jabón sólo necesitan lavarse.

III.- DESCRIPCION DEL PROCESO DE ELABORACION DE JABON.

Un jabón es la sal alcalina que resulta de la reacción entre un ácido graso de P. M. elevado y una base inorgánica en condiciones especiales.

Saponificación e hidrólisis: La saponificación es el proceso que -- conduce a la formación de jabones. Hidrólisis, es el desdoblamiento de las grasas a presión con intervención del agua ó bien con presión y catalizadores, ácidos minerales, pequeñas porciones de álcalis, etc., produciendo ácidos grasos y glicerina.

Reacciones:



Un jabón comercial es una sal con pureza y cantidades de agua va--- riables según el método de fabricación.

CLASIFICACION Y CARACTERISTICAS GENERALES:

Hay dos métodos de fabricación de los jabones comerciales; los saponificados por ebullición, dentro de los cuales el más importante es el jabón decantado sobre lejía; este método permite la recuperación de la glicerina, además las impurezas son eliminadas controlando adecuadamente el proceso y pudiendo obtener productos totalmente saponificados y -- con un contenido de álcali libre de 0.1 % ó inferior.

Estos productos constan de un 63- 68 % de jabón, cantidades míni--- mas de glicerina, trazas de sal e impurezas.

El otro procedimiento importante es el de semi-ebullición; en el que deben mezclarse las grasas y álcalis en cantidades equivalentes, ó bien la combinación debe hacerse dejando margen a una cantidad de grasa li--- bre para dar un jabón de buen aspecto y libre de causticidad, estos ja--- bones retienen toda la glicerina original así como las impurezas de las grasas. Otro método que puede decirse que deriva del anterior es el de empaste en frío, el procedimiento es idéntico al anterior sólo que des--- pués del mezclado y sin intervención de calor, se le da un punto de mez--- cla e empaste y a continuación se vacía en los moldes en donde se termi--- na la reacción.

Tanto los jabones de semi-ebullición como los de empaste en frío son susceptibles de enranciarse y más aún si las grasas no son de buena cali--- dad, mientras que los jabones decantados sobre lejía pueden originarse de grasas impuras llegándose a productos puros y difícil ranciedad.

Jabón decantado sobre lejía.

Proceso intermitente.

La caldera o paila es el principal implemento ó reactor a presión ordinaria, en donde se efectúa la saponificación de las grasas y demás operaciones secundarias que dan lugar a la mejor terminación del jabón; en su mayoría son cilindros cuya base termina en cono, que están alineadas por medio de tuberías con vapor directo e indirecto, con grasas, lejías, agua, salmueras, y productos jabonosos; la parte interior de la caldera es de acero y la exterior de ladrillo y otros materiales que ayudan a guardar el calor durante su funcionamiento; en su parte interna tienen un tubo móvil o decantador que permite extraer el jabón a un nivel deseado.

En su extremo inferior, en la terminal del cono exteriormente se encuentra otro tubo unido a una válvula que purga a la caldera de las aguas glicerinosas, las aguas del lavado con impurezas etc.

Fundamento:

Como lo indica el nombre del método, después de haberse formado el jabón en la caldera por reacción de las grasas con los álcalis, éste se separa de las soluciones salinas o caústicas en ciertas condiciones de concentración.

Lejía límite:

Para explicar la decantación de jabón se hace uso de la definición de la lejía límite: Cada sustancia grasa tiene una determinada concentración de lejía, en la cual deja de ser soluble el jabón que aquella sustancia grasa forma con los álcalis. O bien, es la concentración de electrolitos en la cual el jabón precipitado por la ebullición, comienza a disolverse en la lejía. Por lo tanto debe hacerse un uso racional de la misma para tener un rendimiento deseado. Todas las grasas tienen su lejía límite y en el laboratorio se prueba de la manera siguiente.

Se toma una porción de 50 a 75 grs. del jabón en proceso, se le disuelve en agua caliente con la menor cantidad posible de la misma y se le va añadiendo una lejía similar a la usada en la fabricación, llega un instante en que ya no retiene la lejía y trata de desprenderse de ella, entonces se calienta un poco para asegurarse si la separación es completa, debe observarse que no hay jabón disuelto y luego se filtra la solución para conocer su concentración.

De lo anteriormente escrito se concluye que las lejías usadas durante toda la saponificación deben tener una densidad menor que la lejía límite, con el fin de que el jabón formado se disuelva y haga una emulsión óptima con las grasas no saponificadas y ofrecer mayor superficie

de contacto entre lejía y grasa. Si esto no sucediera se entorpecería - la saponificación debido a que sobre la lejía flota una capa de jabón - que evitaría el contacto con las siguientes capas de grasa.

Empastado:

Generalmente se empieza el trabajo con $1/4$ ó $1/5$ del total de la - carga grasa y lo mismo sucede con la lejía, que nunca se añade en su -- cantidad estequiométrica y menos aún con una graduación alta, si así se hiciera se procurará añadir algo de agua a la paila y el caldeo será en gran parte con vapor húmedo con la finalidad de rebajar la concentració de la sosa y la mezcla grasa-jabón tenga más oportunidades de mantenerse en contacto con la lejía del fondo de la caldera.

El empastado en sí es la formación de la emulsión del jabón forma-- do con las grasas, o sea que esta fase durará mientras existan grasas - sin saponificar ó grasas libres, en todo este trayecto se tendrá el cui dado de que la emulsión nunca se rompa, si esto sucede es debido a que la adición de sosa ha sido demasiada ó que la concentración de la misma es alta, en tal caso se añade agua a la paila y así se diluye para que el grano del jabón sea pequeño y nunca grueso, por que las partículas - de grasa quedarían cerradas en su interior, explicándose esto de la si guiente manera: La concentración alta de las lejías rompe la emulsión - entre las sustancias componentes del jabón en este momento, como son: - las grasas, los álcalis y el jabón ya formado, separándose entre sí es- tas fases, además la grasa tiene afinidad por la cadena hidrocarbonada del jabón y el grupo COONa del jabón, por las soluciones acuosas de ele ctrolitos; y por lo tanto se orientará hacia fuera incluyendo así el ja bón en su interior las grasas libres.

Cuando hay grasa libre ó que la saponificación no ha sido completa para cada fracción de la carga, se notarán en la superficie de la masa manchas de un color más débil que el resto de la misma, también la es-- puma en la periferia que nace entre los grumos hace notar la existencia de la grasa libre, cuando esto pasa es que la lejía del fondo de la pai la esta pasada del límite ó que la masa requiere más sosa.

Cada tipo de grasa ó aceite tiene su lejía línte, de acuerdo a que la naturaleza de los ácidos grasos es distinta en todas; por ejemplo a 20 C la lejía para el jabón de sebo es de 5 B \acute{C} y en cambio el aceite -- de coco es de 19 B \acute{C} ; con las soluciones de sal común las lejías de an- bas grasas son respectivamente 5.4 y 24 B \acute{C} . Cuando se tiene una mezcla de grasas debe ensayarse en el laboratorio, con la composición que hay en la caldera, ó de una mezcla prefabricada.

La saponificación rápida comienza cuando la masa no presenta aspec- to lechoso, volviéndose clara y al final se dará ocasión de añadirle un ligero exceso de álcali, mismo que se puede probar con fenolftaleína to mando una cantidad de jabón y poniéndola sobre un vidrio, también se -

observará el tipo de grano, para más seguridad se ensayará la alcalinidad volumétricamente.

La adición de lejía tiene que ser cuidadosa hasta el final del empaste, ya que la cantidad de agua aumenta a medida que avanza la fase de empastado y más aún si se ha hecho uso en gran escala del vapor directo, con respecto a la temperatura cuando ésta sube la lejía límite - tiende a subir de concentración o sea que para un jabón determinado esta lejía es más débil a temperaturas menores.

Decantación ó separación:

Habiéndose terminado la saponificación, la paila contendrá, jabón con exceso de agua y las sustancias extrañas de las grasas, entonces para decantar el jabón, se adicionan soluciones concentradas de NaCl, NaOH ó una combinación de ambas, vertiéndose lentamente en la paila mantenida en ebullición. Parte del agua retenida en el jabón se evapora y la mayor parte diluirá a las soluciones concentradas usadas para el corte de las lejías, hasta alcanzar un límite, a medida que se siguen introduciendo las lejías separadoras, el jabón va dejando sus soluciones para separarse en gránulos, continuándose la ebullición lenta hasta lo grar separar los granos y así despedir hacia el fondo de la paila los excesos de agua, glicerina, electrolitos e impurezas.

Terminada la operación del corte ó decantado se cierran las tuberías de vapor y se deja descansar la paila por unas horas o sino hasta el día siguiente para que se efectúe mejor la purga. Cuando las grasas tienen gran ranciedad e impurezas es conveniente lavar a ebullición con sus respectivos cortes de jabón.

Después de la decantación se continúa con la cochura que es el acabado del jabón, manipulándose según sea su aspecto ya sea con vapor húmedo o con vapor indirecto, siendo este último el más empleado, ya que es necesario para llegar a la justa cantidad de agua propia de esta fase.

Así también debe ensayarse la alcalinidad para evitar la hidrólisis del jabón y separar con la cocción las últimas impurezas y las burbujas de aire que hayan quedado ocluidas; según transcurre el tiempo va presentándose una masa espesa que dificulta el escape del vapor, se forman fumarolas y se dice que el jabón pipa y la masa entera cada vez admite menos vapor hasta que por completo este se cierra dejándose descansar la paila durante 2 ó 3 días lográndose una última separación de las lejías que arrastran los pigmentos, sales etc., y hacia la parte superior se formará una costra espumosa con los materiales más livianos.

Debido a que no siempre resulta un jabón homogéneo, se corrige su terminación, acelerando su solidificación, enfriamiento y exceso de álcali libre vaciándolo en batidores, recipientes provistos de agitador y

agregando una cantidad de aceite de coco que este de acuerdo al álcali, procediendo luego a vaciar el jabón a los moldes o enfriaderas.

Desecado:

Cuando el jabón se encuentra en los moldes pierde algo de humedad, pero el mayor porcentaje lo pierde después de 3 días como mínimo que es cuando se le quitan las tapas a los moldes, quedando expuestas las barras a perder aún más humedad por un tiempo conveniente alcanzando a perder hasta 5 a 6 % del agua antes del troquelado.

Cortado y troquelado:

El jabón en barras es cortado en trozos o lonjas y estas a su vez en marquetas o panes. Aquí se ajustan las medidas de las piezas de jabón según su peso específico; terminando el corte se conducen los panes al troquelado o estampeado de la marca, acomodándose por último en cajas para su expedición.

IV.- ANALISIS DE JABON.

En la fabricación de jabón y esencialmente en la fase final de terminación del mismo es necesario conocer las cantidades de materia prima sin reaccionar así como el jabón formado, y en general su acabado, haciendo esencial algunas ocasiones analizar un jabón que está en proceso de formación.

1.- Toma de muestra

Si el análisis es sobre un jabón de paila o decantado sobre lejía - las muestras se toman de la manera siguiente:

Dos porciones de jabón, una proveniente de la parte inferior de la caldera o paila, se mezcla con otra tomada de su parte superior, resultando una muestra media, la cual se dejará enfriar al ambiente.

Si el análisis es sobre un jabón en marqueta, se procurará que la muestra sea un promedio del prisma rectangular, debido a que la humedad desde cualquier punto del exterior a su centro es desigual.

2.- Humedad.

Se toman de 3 a 4 grs. de la muestra en una cápsula de porcelana trada junto con una pequeña varilla de vidrio que en uno de sus extremos este redondeada y se lleva a la estufa mantenida de 100 a 110°C, al cabo de una hora y media el jabón se mostrará duro y quebradizo; la varilla servirá para remover a intervalos de tiempo el jabón y así exponer nuevas superficies del mismo a la acción del aire caliente, evitando así contratiempos. Cuando el jabón presenta bastante dureza y fragilidad, entonces se pulveriza con la mano de un mortero, evitando cualquier contacto entre la cápsula y cualquier material que pudiera alterar su peso, se remuele el jabón aumentando así más la superficie del jabón a secar, se procede luego a quitar el jabón ya casi completamente seco que haya quedado en la mano del mortero con una brocha especial libre de polvo, se continúa la desecación; se enfría en desecador y pesa, por diferencia se saca el porciento en peso de su humedad.

Ejemplo:

Peso de la cápsula vacía = 51.661 grs.

" " " " + jabón = 57.435 grs.

" " " " + jabón anhidro = 55.5588 grs.

% de humedad = $\frac{(57.435 - 55.5588) 100}{57.435 - 51.661}$

" " " " = 32.507

3.- Alcalinidad libre.

Debido a los colores de los distintos jabones, se toman cantidades distintas para su análisis; ya que si la coloración es bastante oscura dificulta el punto final de la titulación.

Se toman de 3 a 6 grs. del jabón en un vaso de 250 ml., se le agregan de 40 a 50 ml. de alcohol etílico a la prueba de la fenolftaleína y se le lleva a baño de vapor para disolver completamente el jabón; hecho esto se titula con HCl 0.1 N.

Para cierta comedidad se reporta en terminos de NaOH.

Ejemplo:

Peso del jabón = 4.251 grs.

Gasto de HCl 0.1 N = 2 ml.

$$\% \text{ de NaOH} = \frac{N \times \text{ml.} \times \text{cc.} \times 100}{\text{grs.}}$$

$$\% = \frac{0.1 \times 0.040 \times 2 \times 100}{4.215}$$

$$\% = 0.188$$

4.- Grasa libre.

Al jabón neutro del paso anterior se le agregan 20 a 30 ml. de éter de petróleo y se lleva a un embudo de separación el contenido del vaso, enjuagándose éste con pequeñas porciones de éter para tener la seguridad de que no hayan quedado trazas de grasa; ya en el embudo se agita la solución de manera y forma tal que evite una emulsión que retardaría la separación, se descansa la solución separándose la fase líquida jabón-alcohol-agua hacia la parte inferior y la fase grasa-éter hacia la parte superior, se procede luego a pasar la solución jabonosa a otro -- segundo embudo a la cual se le agregará más éter con el fin de extraerle cualquier traza de grasa. Se reunen las soluciones etereas en un matraz previamente tarado, se lleva éste a sequedad evaporando antes el éter. A las soluciones etereas en el caso de traer bastante mucílago se les filtrará a travéz de un filtro tarado E & D 617 ó equivalente, quedando el mucílago en él; llevándose éste también a sequedad y ambos filtro y matraz después de desecados se enfrían y pesan; las aguas jabonoso-alcoholicas se guardan para otras determinaciones.

Ejemplo:

Peso del matraz vacío = 74.310 grs.

" " " grasa = 74.3419 "

$$\text{Grasa libre} = \frac{0.03190 \times 100}{4.251}$$

$$\text{" " } = 0.751 \%$$

$$\text{Peso del filtro} = 1.162 \text{ grs.}$$

$$\text{" " " + residuo} = 1.1697 \text{ grs.}$$

$$\text{Mucílago} = \frac{0.0077 \times 100}{4.251}$$

$$\text{" } = 0.180 \%$$

5.- Alkali y ácidos grasos combinados del jabón.

A la solución jabonosa desde quedarón lavados y separaciones se -- lleva a baño de vapor para expulsar la mayor cantidad posible de alcohol y a continuación aún en caliente se vacía a un embudo de separación añã diéndole 4 ó 5 gotas de anaranjado de metilo y una cantidad medida de -- H₂SO₄ con el fin de desdoblar el jabón neutro, agitando a continuación como en los casos anteriores por un lapso de minuto y medio, se deja en friar, así los ácidos grasos dejan el seno de la solución apartándose -- hacia la superficie.

Ya frío el embudo se prosigue a extraer los ácidos con 20 ml. de -- éter se agita y reposa, separándose la solución acuosa a otro embudo añã diéndole más éter para separar bien el ácido que pudiera llevar en e- mulsión; se drenan las aguas residuales, recibíndose en un matraz afo- rado de 250 ml. o bien en uno mayor según el caso, después a las solu- ciones de ácido graso-éter de los dos embudos se les lava con agua des- tilada y a las aguas se les recoge en el matraz destinado a ella, ya li- bre de ácidos, el ácido graso de ambos se vacía a un matraz tarado de -- 125 ml., se lavan con un poco de éter que se reúne en el matraz de 125 ml., se lleva a baño de vapor con temperatura máxima de 65 °C, luego a la estufa por 1/2 ó 3/4 de hora, se enfría y pesa siendo el resultado -- en porciento en peso de los ácidos grasos anhidros.

Con rescto al álcali combinado; al matraz aforado de la capacidad -- que haya sido se le enrasa hasta su marca con agua destilada; se toma -- una alícuota y se titula con sosa ó potasa estandarizada, dándose el -- resultado en terminos de NaOH.

Ejemplo: Acidos grasos:

$$\text{Matraz vacío} = 76.029 \text{ grs.}$$

$$\text{" + ácidos grasos anhidros} = 78.640 \text{ grs.}$$

$$\% \text{ acds. grasos} = \frac{(78.640 - 76.029)100}{4.251} = 61.420$$

Sosa combinada.

a) Se añadieron 3.5 ml. de H_2SO_4 7.42 N

b) Se tomó un décimo del matraz aforado.

c) El gasto fué de 3.94 ml. de KOH 0.421 N

$$\begin{aligned} \% \text{ de álcali combinado} &= \frac{(3.5 \times 7.42) - (3.94 \times 0.421) \times 0.040 \times 100 \times 10}{4.251} \\ " " " " &= 8.828 \end{aligned}$$

Los resultados totales del jabón son:

Humedad - - - - -	32.507 %
Alcali libre - - - - -	0.188 "
Mucilago - - - - -	0.180 "
Grasa libre - - - - -	0.751 "
Alcali combinado - - - - -	8.82 "
Ac. graso combinado - - - - -	61.420 "
TOTAL - - - - -	103.874 "

Como anteriormente se dijo que por ser más comodo ó más sencillo el dar los resultados en terminos de NaOH de los álcalis; vemos que el total no da un 100 por ciento. Ahora bien si los resultados tanto del álcali combinado, como de los ácidos grasos los damos en forma de los radicales (Na) y (R- COO), entonces estos serán respectivamente: ---- 5.0761 y 61.298.

El análisis corregido será:

Humedad - - - - -	32.507 %
Alcali libre (Na OH) - - - - -	0.188 "
Mucilago - - - - -	0.180 "
Grasa libre - - - - -	0.751 "
Alcali combinado - (Na) - - - - -	5.076 "
Acido graso (R-COO) - - - - -	61.298 "
TOTAL - - - - -	100.000 "

Los resultados no incluyen glicerina por tener sólo trazas y el análisis se escogió por ser de los más aproximados, hasta tres cifras decimales.

Este método es el seguido en un trabajo de control en un jabón decantado sobre lejía, para los jabones de empaque po semicocidos y con carga el análisis es parecido al que se expone a continuación solo que se conoce de antemano su proceso y por ende su composición sirve de base para ensayar un jabón desconocido.

6.- Investigación de un jabón con carga.

Entre las sustancias adicionadas a los jabones con determinados fines se encuentran las de relleno y también las que adulteran las grasas ó aceites.

El método varía en exactitud, pero da una idea de la composición de jabón que se desea conocer. El trabajo exige separaciones de los componentes posibles y debe seguirse una técnica razonable, cuyos resultados deben concordar de ser posible al hacer el cómputo final. El aspecto exterior del jabón al analizar, puede dar un bosquejo de algunos de sus constituyentes; así por ejemplo la prueba de la fenolftaleína es en una superficie fresca denotará la cantidad de álcali libre en poca ó bastante escala, ó si hay resina, el olor y la apariencia, si el jabón es duro y quebradizo denuncia la presencia de silicato, etc.,

Separaciones:

Grasa libre, ácidos grasos combinados, álcali total, materia orgánica e inorgánica insolubles.

Se pesan de 7 a 8 grs. de una muestra de jabón preparada de antemano en un pesafiltros, se disuelve en alcohol a baño de vapor y se pasan a un embudo separador; se extrae la grasa libre con éter de petróleo se evapora el éter, se deseca, se enfría y pesa, puede hacérsese la prueba de saponificación si se sospecha hidrocarburos o parafinas, y si las hay se extraen y se apunta su porcentaje.

A la solución jabonosa se le recoge en otro embudo ya que es necesario drenarla para separar la grasa libre, a esta solución se le lleva en el embudo a la estufa mantenida a 65 °C, estando ya caliente se le agrega un exceso de H_2SO_4 de normalidad conocida, se enfría y se separan los ácidos grasos tal como en un jabón común y las aguas residuales con los lavados de los ácidos se filtran a travez de un papel filtro tarrado, el filtrado se recoge en vaso de 250 ml. y se titula el exceso de ácidos con KOH 0.5 N en presencia de fenolftaleína, el resultado comprende álcali combinado y libre en terminos de Na_2O .

Los ácidos grasos se enfrían y pesan sacandose su porciento, el residuo en el filtro se lleva también a sequedad, se enfría y se anota su peso, luego se incinera en crisol de níquel, este último residuo es la materia insoluble inorgánica, que puede ser talco, o Bentonita o material similar, restando estos dos últimos pesos se obtiene el peso de la materia orgánica insoluble que puede investigarse en otra muestra.

Si parte del jabón era de resina; sus ácidos grasos se prueban con la reacción de Liebermann-Storch, según la cual se disuelve de 0.2 a 0.3 grs. de los ácidos grasos en 4 ml. de anhídrido acético y se calienta la solución con ligereza, se enfría, se agrega una gota de ácido sulfurico de densidad aproximada 1.53, si hay resina tomará un color violeta, que desaparece en unos instantes y virando luego a pardo, la

única interferencia es la colesteroína, pero para ello se elimina con la grasa libre si la hubiera.

Si la prueba es positiva se procede a determinarla de acuerdo a la prueba de Twitchell, agregando alcohol absoluto a los ácidos grasos extraídos anteriormente y pasando HCl gaseoso y seco a través de la mezcla por una hora con el fin de convertir a los ácidos grasos en ésteres alcohólicos, en presencia de este ácido; la temperatura del matraz debe permanecer de 10 a 20 °C refrescándolo con agua y si fuera necesario con algo de hielo, después se lavan la parte del tubo que se sumergió en la mezcla y se tapa el matraz con un tapón de hule, se descansa y se diluye con agua y se calienta la solución hasta apariencia limpia. Se vierte a un embudo separador y se extrae con éter de petróleo los ácidos resinosos y los ésteres estéricos formados, se lavan del exceso de ácido, se diluyen con alcohol y se titula la resina con KOH 0.5 N de la cual un ml. es igual a 0.175 grs. de ácido resinoso.

Determinación de carbonatos, silicatos y sosa libre.

Se pesan de 7 a 8 grs. de jabón en vaso de 250 ml. disolviéndose en alcohol de 95; se filtra la solución y el residuo se lava con alcohol caliente para eliminar todo el jabón y la sosa libre. El filtro tarado se titula con HCl 0.1 N y el resultado se da en términos de NaOH, pues generalmente los jabones se fabrican a base de sosa cáustica. Al jabón neutro se le puede desdoblar en sus ácidos grasos y luego lavarlos, titulándolos luego en solución alcohólica con KOH 0.5 N usando fenolftaleína como indicador, de esta manera se obtiene exactamente la sosa combinada; el número de miligramos de KOH necesarios para neutralizar el peso de ácidos grasos se multiplica por el factor que resulta de dividir 40/56.1 y aún puede saberse de que tipo de aceite provienen.

El residuo se lava con agua tibia y las aguas lixivadas se reciben en un matraz aforado de 100 ml.; una alícuota de 25 ml. se titula con HCl 0.1 N en presencia de naranjado de metilo, este resultado comprende la carga soluble y se apunta en términos de Na₂O, si sólo hay presencia de silicatos y carbonatos; sólo basta hacer otra prueba para deslindar porcentajes, añadiendo a otra alícuota de 25 ml. previamente calentada a 70 °C, solución de BaCl₂ al 10 %, se enfría y se filtra, lavándola con agua fría, el precipitado se pasa con todo y filtro a un vaso de 250 ml., se diluye y se agrega un exceso medido de ácido clorhídrico 1 N y se titula el excedente de este ácido con álcali conocido poniendo a la solución unas gotas de naranjado de metilo, el porcentaje se apunta como Na₂O y así restarlo del total, la cantidad resultante se multiplica por 3.22 que es la relación de SiO₂/Na₂O del vidrio soluble usado en jabonería, el Na₂O se multiplica por 1.71 que es el factor de conversión de Na₂O a Na₂CO₃.

Separaciones.

Si existieran boratos, entonces se determinaría el Na_2SiO_3 como SiO_2 . Una nueva porción de la solución aforada se vacía en cápsula de porcelana poniéndole unos cuatro ml. de HCl concentrado y se evapora a baño de vapor ya estando seca se añade más ácido concentrado y de nuevo se evapora, para tener más seguridad de no perder Sílice se repite la misma operación y luego se lleva a la estufa para expulsar el exceso de ácido por una hora a 120°C , se enfría y se añade 2 ml. de HCl - se calienta un poco y diluye con agua destilada y calienta otros instantes y filtra, se lava varias veces el filtro con ácido diluido y al final con agua caliente, se lleva a calcinar, se enfría y pesa, se deduce la SiO_2 en términos de Na_2O , se resta del Na_2O de los carbonatos obteniéndose así los boratos, este último resultado se convierte en $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$.

Si se desea conocer la procedencia de los ácidos grasos del jabón, estos se someterán a análisis de índice de iodo y a pruebas cualitativas, consultando libros especiales.

V.- ANALISIS DE GLICERINA.

Para conocer la cantidad de glicerina en las grasas, o lejías provenientes de la saponificación de las grasas, utilizo el método de Hehner modificado por Ross, con ligeras variantes. Este conocimiento ayuda en la identificación de las grasas respecto a que todas tienen por unidad de peso ácidos grasos de peso molecular diferente y por lo mismo es distinta su proporción en glicerina. Mientras que en la lejías debe practicarse el ensayo con el fin de saber si su concentración es apta para su proceso de limpieza y máxima concentración y en general un control de proceso; en ambos casos lo esencial del método llevado a cabo en grasas o aceites como en lejías es tratar de eliminar las sustancias que con su presencia dieran lugar a reacciones secundarias que condujeran a un análisis incorrecto. En sí se debe dejar libre el glicerol de cualesquier impurezas para que la reacción sea solamente sobre la glicerina.

La ecuación de la oxidación es:



Los reactivos usados son:

a) Solución concentrada de $K_2Cr_2O_7$ preparada de la siguiente manera: 74.55 grs. de la sal disuelta en agua destilada y adicionando a continuación 150 ml. de H_2SO_4 ; enfriada y aforada de 1 lt., de la cual un ml. es igual a 0.01 mg. de glicerina y normalidad 1.5204.

b) Solución diluida de $K_2Cr_2O_7$.

Se toman 25 ml. de la solución concentrada, se diluyen y aforan a 250 ml. dando una normalidad de 0.15204.

c) Solución de $FeSO_4(NH_4)_2SO_4 \cdot 6H_2O$

Se disuelven en agua 30 grs. de la sal; se añaden 50 ml. de H_2SO_4 conc. se enfría y diluye a 1 lt. su normalidad será 0.0765, pero debe chequearse con la solución diluida antes de cada determinación.

d) Solución de $Pb(C_2H_3O_2)_2$ al 10 % hervida con un exceso de litargirio sustituyendo el agua evaporada y filtrando en caliente.

e) Precipitado de Ag_2CO_3 ; preparado en el momento que marque la secuencia del análisis partiendo de $Ag_2SO_4 + Na_2CO_3$; lavándolo 2 veces por decantación, para librarlo del exceso de reactivo; pesando 0.1 grs. de Ag_2SO_4 .

f) Retardador; hecho a partir de 150 ml. de H_3PO_4 con 600 ml. de agua destilada y al último 50 ml. de H_2SO_4

g) Indicador difenilamina 1 gr. en 100 ml. de H_2SO_4 conc.

Procedimiento:

Si la sustancia es una grasa, debe desdoblarse en ácidos grasos y glicerina; por medio de un ácido mineral, lo mismo si se trata de una lejía, que lleva en solución, jabón, se le transformará en ácidos grasos; por lo regular se usa H_2SO_4 al 30 %.

Habiéndose extraído la materia grasa por medio de éter en embudos de separación, al agua glicerinoso se le filtra a travez de papel de porocerrado y recibiendo en un matraz aforado, lo mismo que a los lavados de la solución étera; a esta última se le filtra a travez de papel de paso rápido; pasando los ácidos grasos libres de impurezas a un matraz tarado y se continúa para ellos como se efectúa las grasas y ácidos grasos. El agua glicerinoso se afora a la medida del matraz dedicado a ello.

Teniendo la solución de glicerina; se toma una alícuota en un matraz de boca ancha para hacer pruebas de tanteo, se vierten 3 ml. de la solución de acetato de plomo, se agita un poco y se deja descansar por 3 min. después se agrega una gota más de acetato y si se enturbia la solución se le añade otro ml. más del defecador, se agita como la primera vez y descansa, se prueba una vez más y si se forma precipitado se continúa añadiendo acetato hasta que ya no se forme más enturbiamiento, pero siempre la cuenta de las cantidades que se le adicionan, en el caso de que a la primera prueba con los 3 ml. al añadir la gota de prueba no se forme precipitado, se toma otra alícuota y se vuelve a comenzar ya sea con uno o dos ml. cosa que es rara; así de esta manera se conoce de antemano la cantidad de acetato para la prueba ya firme pues debe evitarse los excesos.

A continuación en un matraz aforado se toma otra alícuota medida con la misma pipeta usada en las pruebas; se le pone ó vierte el precipitado reciente de Ag_2CO_3 se agita por 3 min., se le pone la cantidad calculada de $Pb(C_2H_3O_2)_2$ se calienta por 3 ó 4 min. y se deja reposar por otros 10, se afora y se filtra a travez de papel seco y de poro semi cerrado; se tiran las primeras porciones y se toma un alícuota que se pasa a otro matraz aforado y se añaden de 10 a 20 ml. de la solución concentrada de $K_2Cr_2O_7$ y 20 ml. de H_2SO_4 al 50 % dejando reaccionar el contenido por 25 a 30 min. en baño de vapor, se enfría y afora.

Del matraz pasa la solución oxidada a una bureta y se titulará una cantidad conocida de $FeSO_4(NH_4)_2SO_4$ conteniendo 20 ml. del retardador y 3 gotas del indicador externo al ir aumentando el matiz de la so-

lucigen se goteará más lentamente la solución con el dicromato y el punto final será cuando adquiera el color violeta diáfano.

Ejemplo:

Análisis de una grasa de res por autoclave y libre de impurezas.

Peso de la grasa = 2.315 grs.

El desdoblamiento se hizo con 6 ml. de H₂SO₄ al 30 % y las aguas glicerinosas se recibieron en matraz de 250 ml. y se aforaron.

Peso del ácido producido = 2.090 grs.

La grasa se sometió a análisis previo con el fin de comparar resultados. El índice de neutralización de los ácidos grasos se efectuó como una saponificación.

Reactivos usados.

KOH 0.421 N = 25 ml.

HCl 0.5557 N = 4.92 ml.

$$\text{Ind. de N.} = \frac{(25 \times 0.421) - (4.92 \times 0.5557)}{2.090} = 56.1$$

$$\text{" " " } = 209.126 \text{ mg. de KOH.}$$

A partir de esta cantidad conocida se procede a sacar el peso molecular promedio de los ácidos grasos.

Si un mol de KOH neutraliza un mol de ácidos grasos; entonces se hace la siguiente proporción:

$$\begin{array}{rcl} 1,000 \text{ grs. de ac. graso} & \text{-----} & 0.209126 \text{ grs. de KOH} \\ X & \text{-----} & 56.11 \end{array}$$

Siendo X el peso molecular promedio de los ácidos

$$X = \frac{268.25 \text{ grs.}}{\text{grs.- mol}}$$

Índice de acidez:

Peso de la grasa = 1.601 grs.

KOH gastado de 0.0987 N = 10.3 ml.

milieq. de los ácidos = 0.26825

$$\text{Ind. de acid.} = \frac{10.3 \times 0.0987 \times 0.26825 \times 100}{1.601}$$

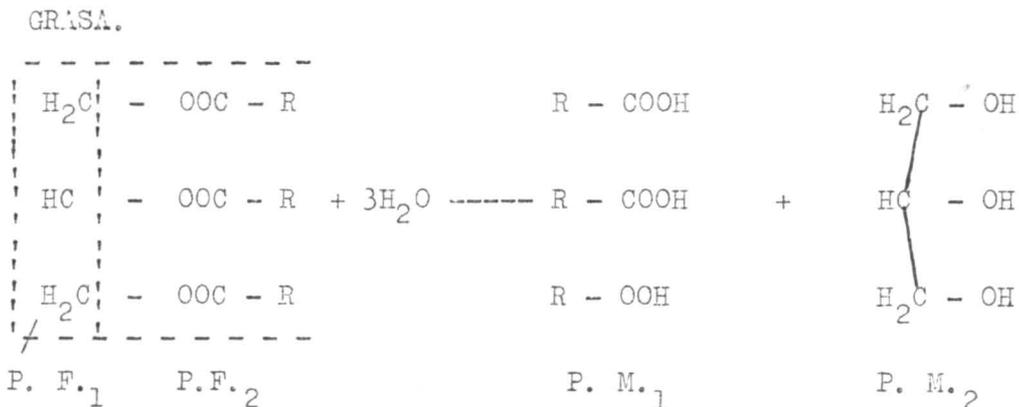
" " " = 17.048 % en términos del ácido graso.

Ahora en términos de KOH:

$$\text{Ind. de acid.} = \frac{10.3 \times 0.0987 \times 56.11}{1.601}$$

" " " = 35.622 mg. de KOH

ESQUEMA.



P.M. y P.F. son pesos moleculares y formularios.

$$P.F._1 = 41$$

$$P.F._2 = 267.25 \text{ valor de cada uno de los radicales } R - COO$$

$$P.M._1 = 268.25 \text{ valor de cada uno de los ácidos.}$$

$$P. M._2 = 92$$

Ahora bien si formulamos una grasa cuyo esquema se escribió antes -- y que esté formada por ácidos grasos que tengan un peso molecular deducido por análisis y que esté compuesta por triglicéridos en su totalidad, la desdoblaremos por hidrólisis haciendo las siguientes conjeturas:

El radical R - COO vale (268.25 - 1) puesto que proviene del P.M. de un ácido graso disminuido en un hidrógeno.

La grasa en sí tendrá un peso molecular que será la suma de P.F.₁ -- + 3 P.F.₂ = 842.75; esta grasa producirá glicerina y ácidos grasos en la siguiente proporción en peso:

$$\begin{array}{r} 842.75 \quad - \text{-----} \quad 100 \% \\ 92 \quad \quad \quad \text{-----} \quad X \end{array}$$

X = al porciento en glicerina.

$$X = 10.916 \%$$

Con respecto a los ácidos grasos da los siguientes:

$$\begin{array}{r} 842.75 \quad \text{-----} \quad 100 \% \\ 804.75 \quad \text{-----} \quad X \end{array}$$

X = al porciento de ácidos.

$$X = 95.49 \%$$

A la grasa neutra derivada de la acidez, se extrajo y lavó, para saber su índice de saponificación, dando lugar a las siguientes operaciones.

Matraz vacío = 75.952 grs.

" + grasa neutra = 77.382 grs.

Peso de la grasa = 1.43 grs.

INDICE DE SAPONIFICACION:

KOH añadido de 0.421 N. = 18 ml.

HCl " " 0.5557 N = 4.48 ml.

$$\text{Ind. de sap.} = \frac{(18 \times 0.421) - (4.48 \times 0.5557)}{1.43} = 56.1$$

" # " = 199.6 mg. de KOH

Ahora si en una grasa neutra:

199.6 mg. produce ----- 95.49 % de acidez

35.622 mg. ----- X producirá.

X = 17.04 % de ácidos teóricos, que corresponden a los reales.

Entonces la glicerina perdida por acidez es:

95.49 % de ácidos da ----- 10.916 % de glicerina.

17.0408 ----- X

X = 1.95 % faltante.

Quedan pues $10.916 - 1.95 = 8.966$ % hábiles.

GLICERINA:

El camino que se siguió en el análisis del desdoblamiento de la ---
grasa fué:

Aforo de las aguas residuales a 250 ml. de los cuales se tomaron ---
25 ml. para prueba.

50 ml. para análisis definitivo; neutralizado, defecado y aforado a
100 ml., filtrado y tomándose una alícuota de 50 ml. para oxidar.

La reacción se llevó a cabo en un matraz aforado de 250 ml. al que
se le añadió el dicromato, se acidificó y al final se aforó.

Como las soluciones de dicromato son estables y las de sulfato fe---
rrroso cambian al transcurso del tiempo, hay que tener en cuenta que los
ml. de solución ferrosa usados en conocer la cantidad en exceso de di---
cromato, deben chequearse con la solución diluida de dicromato usando la
misma pipeta y por lo tanto otra cantidad igual.

Como hay varias formas para calcular los porcentajes de glicerina,
en un análisis; deduje una más asequible, formada después de varias obs
ervaciones.

$$\% \text{ de glicerina} = \frac{(A \times B \times C - A' \times B') 0.01 \times 100 \times n}{\text{gr. de muestra} \times 74.55 \times C}$$

DONDE:

A = mg/ml de solución conc. de $K_2Cr_2O_7$

B = ml. de la solución anterior, añadidos para efectuar la reacción

C = Relación de ml. gastados en titular la solución ferrosa prove---
nientes de la solución oxidada, entre la capacidad de la misma.

A' = mg/ ml. de la solución diluida de $K_2Cr_2O_7$.

B' = ml. de solución diluida de $K_2Cr_2O_7$ equivalentes a los ml. de
FeSO usados en la titulación.

$$\frac{0.01}{74.55} = \text{factor de conversión de mg. de dicromato a gr. de gli} \\ \text{cerina.}$$

En los que se refiere a nuestro análisis será:

$$A = 75.55$$

$$B = 20$$

$$C = 10.6 / 250 = 0.0424$$

$$A' = 7.455$$

$$B' = 7.6$$

n = Inversa de la fracción tomada del total de la muestra, u alicueta.

$$n = 10$$

GLICERINA.

$$\% = \frac{(74.55 \times 20 \times 0.0424 - 7.455 \times 7.6) \times 0.01 \times 100 \times 10}{0.0424 \times 2.315 \times 74.55}$$

$$\% = 8.965$$

Glicerina teórica = glicerina real.

Por lo tanto este análisis sirve también en la identificación de un aceite o grasa, y en el caso que nos ocupa, el resultado se encuentra dentro del rango de la grasa de res.

En el caso de las lejías de saponificación, para tener una idea de la cantidad de reactivos, así como del número de alicuetas y volúmenes que hay que usar, se tendrá en cuenta que la cantidad de glicerina en ellas oscila entre un 4 y 7 % como máximo, pero aún así se deben hacer pruebas de tanteo antes de un análisis definitivo con fines más precisos. La misma intuición debe usarse en el control a medida que avanza el proceso de concentración.

C O N C L U S I O N .

Por lo anteriormente escrito y habiendo practicado los métodos -
enunciados, los considero convenientes y sencillos para el control de -
adquisición de materia prima y su transformación en el producto final,
además proporcionan ideas sobre innovaciones ó adaptaciones siempre in--
dispensables en el desarrollo de fabricación.

Señalo además que los métodos de investigación estarán siempre -
sujetos a mejoras y que las modalidades empíricas subsistirán como un -
coadyuvante en las apreciaciones generales, pero que de ninguna manera
deben prevalecer sobre el avance sistemático, pues significaría un es--
tatismo ó estancamiento que resulta actualmente antieconómico.

BIBLIOGRAFIA.

- 1.- G.B. MARTINENGI.
Química y tecnología de los aceites, grasas y derivados.
Editorial Hoepli, 1950
- 2.- ALTON E. BAILEY.
Aceites y grasas industriales.
Editorial Reverté S.A.; 1961
- 3.- DR. C. DEITE Y WILTHE SCHRAUTH.
Tratado de jabonería
Gustavo Gili Editor; 1921
- 4.- DR. V. SCANSETTI.
Manual del fabricante jabones.
Gustavo Gili Editor; 1921
- 5.- SECRETARIA GENERAL DE NORMAS.
Métodos de análisis y muestreo; actual
- 6.- CLOWES Y COLEMAN.
Análisis químico cuantitativo.
Salvat. Editores.; 1946
- 7.- SOLVAY TECHNICAL & ENGINEERING SERVICE.
The analysis of alkalis
Fourth edition; bulletin No. 9; 1954
- 8.- FRANK J. WELCHER.
Standard methods of chemical analysis
D. Van Nostrand company inc; 1963
- 9.- I.O.A.C.
Methods of analysis
Editorial Board; 1961
- 10.- LEEBERT LLOYD LAMBORN.
Los métodos más modernos para la fabricación de jabones.
Editorial Glen; 1944