



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO

FACULTAD DE QUIMICA

TINTES PARA EL CABELLO Y SU CONTROL DE CALIDAD

TESIS

QUE PARA OBTENER EL TITULO DE:  
QUIMICO FARMACEUTICO BIOLOGO

PRESENTA:  
VIRGINIA LABONNE REYES

1985



Universidad Nacional  
Autónoma de México



## **UNAM – Dirección General de Bibliotecas Tesis Digitales Restricciones de uso**

### **DERECHOS RESERVADOS © PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL**

Todo el material contenido en esta tesis está 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.

# TESIS CON FALLA DE ORIGEN

## I N D I C E

### CAPITULO I

INTRODUCCION..... PAG. 1.

### CAPITULO II

COMPOSICION QUIMICA DEL CABELLO.. PAG. 3.

### CAPITULO III

FUNDAMENTO QUIMICO DE LA DECOLO-  
RACION DEL CABELLO..... PAG. 6.

### CAPITULO IV

FUNDAMENTO QUIMICO DE LA TINCION  
DEL CABELLO..... PAG. 12.

### CAPITULO V

LEGISLACION SANITARIA PARA PRO -  
DUCTOS DESTINADOS A LA FABRICA-  
CION DE TINTES PARA EL CABELLO... PAG. 23.

### CAPITULO VI

APLICACION DE LA ESTADISTICA AL -  
CONTROL DE CALIDAD..... PAG. 27.

### CAPITULO VII

CONTROL DE CALIDAD..... PAG. 32.

### CAPITULO VIII

PROCESO DE MANUFACTURA..... PAG. 92.

CONCLUSIONES ..... PAG. 99

BIBLIOGRAFIA ..... PAG. 101

CAPITULO I

INTRODUCCION

## INTRODUCCION

La calidad no es lo mejor sino lo más adecuado para el consumidor dentro de ciertas condiciones como son: uso actual y precio de venta del producto.

La calidad se evalúa o determina mediante el Control de Calidad, que es una serie de métodos y pruebas que se le practican a un producto.

En sí la finalidad del Control de Calidad es el garantizar que todo producto cumpla con su función sea cual sea. Por lo que se define al control total de la calidad, como el conjunto de esfuerzos efectivos de los diferentes grupos de una organización, para la integración del desarrollo del mantenimiento y de la superación de la calidad de un producto con el fin de hacer posibles fabricación y servicio a satisfacción, completa del consumidor, a un nivel más económico.

El Control de Calidad deberá ser preventivo y no correctivo, por lo que se realiza: Controlando la recepción de materiales, controlando el proceso y realizando controles especiales. La calidad se elabora desde el inicio del proceso, por lo que se deberán establecer normas para prevenir los errores que puedan presentarse en el proceso y al final con el producto terminado verificar esa calidad.

La gran importancia de establecer un buen laboratorio de Control de Calidad es que nos brindará:

- 1) Mejor calidad y diseño del producto.
- 2) Reducción de costos de operación.
- 3) Reducción de pérdidas.
- 4) Mejoramiento de la moral del trabajador.
- 5) Reducción de fallas en la línea de producción.

En la actualidad los productos cosméticos son sometidos a un riguroso control de calidad comenzando por la materia prima, producto en pro-

ceso, producto terminado y producto envasado, con la finalidad de asegurar la vida del cosmético, ya sea en el período de almacenamiento, como en condiciones de uso por parte del consumidor; asegurando así que estos cumplan sus funciones requeridas sin causar daño alguno.

Debido al gran auge que han sufrido los tintes y colorantes para el cabello en la actualidad, dada su facilidad de aplicación y a los escasos efectos secundarios o nocivos. La inquietud que surge de presentar este trabajo es el observar la importancia de realizar una buena manufactura para obtener un producto con una calidad excelente; dando la importancia debida a los colores y a los otros componentes que caracterizan los tipos y formas comerciales de los tintes, así como alcanzar un equilibrio entre los diferentes componentes, no sólo para obtener los efectos esperados, sino para evitar resultados antiestéticos y tóxicos -- que puedan presentarse.

Por todas estas razones el objetivo de este trabajo es proponer una serie de métodos de Control de Calidad que se apliquen en la elaboración de tintes para el cabello para garantizar un producto de calidad.

CAPITULO II

COMPOSICION QUIMICA

DEL CABELLO

### COMPOSICION QUIMICA DEL CABELLO

La sustancia fundamental de los cabellos está representada por componentes protéicos simples, que pertenecen al grupo de los esclero protéidos, constitucionalmente parecidos a las pseudoqueratinas epidérmicas, denominadas euroqueratinas.

Las queratinas de los cabellos contienen un mayor porcentaje de azufre. La composición elemental de los cabellos humanos es la siguiente:

Carbono	43.72%
Hidrógeno	6,34%
Nitrógeno	15.60%
Oxígeno	23.93%
Azufre	4,85%

El contenido en aminoácidos de los cabellos es:

Arginina	10.7 %
Tirosina	3.1 %
Cistina	15.9 %
Leucina	7.10%
Ac. Glutámico	12.2 %
Prolina	8.5 %
Histidina	1.0 %
Triptofano	1.3 %
Metionina	1.3 %
Isoleucina	3.4 %
Ac. Aspártico	3.0 %
Lisina	2.6 %
Treonina	6.4 %
Glicina	4.5 %

La Euroqueratina está formada de macromoléculas dispuestas en forma alargada, constituida por coloides lineales característicos de una

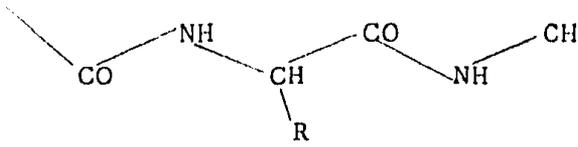
estructura fibrosa y que llevan intrínsecas la tenacidad y la plasticidad de dichos coloides. En la cadena polipeptídica aparecen los puentes cisteínicos o disulfurilos, particularmente abundantes en la estructura de los cabellos que no solo crean las cadenas lineales moleculares, sino que también se disponen transversalmente conectándose con radicales diversos, dando lugar a polímeros de orden superior en disposición reticular. La conversión de los coloides lineales en reticulares lleva a su vez la aparición en la queratina de los cabellos del carácter líofilo, al mismo tiempo que la plasticidad se eleva.

Las producciones córneas cutáneas no son solamente escleroproteínas, sino que la proteína nativa que forma el constituyente protoplasmático va acompañada de la proteína simple, de ácido úrico, xantina, urea, amoníaco, glicogeno, ácido láctico y sales diversas, estos constituyentes de las proteínas nativas pueden ser eliminados por la acción del agua, la ebullición durante una hora produce en los cabellos una pérdida del 15% en peso.

El agua caliente también tiene efectos de tipo hidrolítico sobre los protidos de los cabellos, ya que a 50°C comienza a perder su elasticidad; los alcalis producen fenómenos hidrolíticos sobre la queratina en frío, aumentando la hidrólisis con la temperatura.

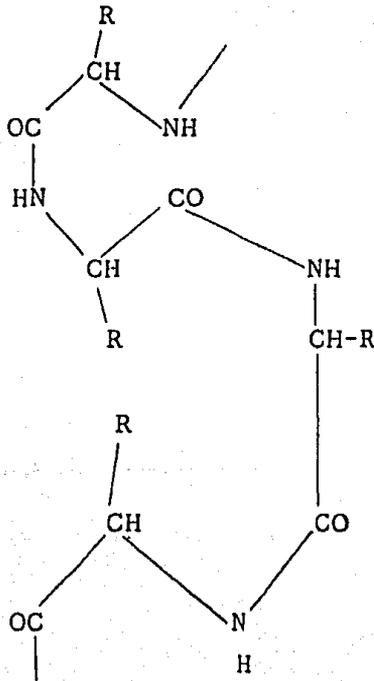
Generalmente los alcalis con alta concentración no cambian solamente la forma molecular de la queratina, sino que provocan procesos de disociación y de desnaturalización proteica. El grado de hidratación de la queratina se aumenta con los reductores y algunos electrólitos en caliente o en frío. Los ácidos minerales bastante concentrados a baja temperatura transforman la queratina en albuminas o peptonas. (Ref. 2).

La queratina es una proteína insoluble de la clase de las escleroproteínas es inatacable por la pepsina y por la tripsina. Puede obtenerse tratando cualquiera de los tejidos y formaciones como piel, cabellos, uñas, cuernos, etc., con alcohol, éter y agua. (Ref. 3).



$\beta$  - Queratina.

R = Es un resto de aminoácido.



$\alpha$  - Queratina.

CAPITULO III

FUNDAMENTO QUIMICO DE LA

DECOLORACION

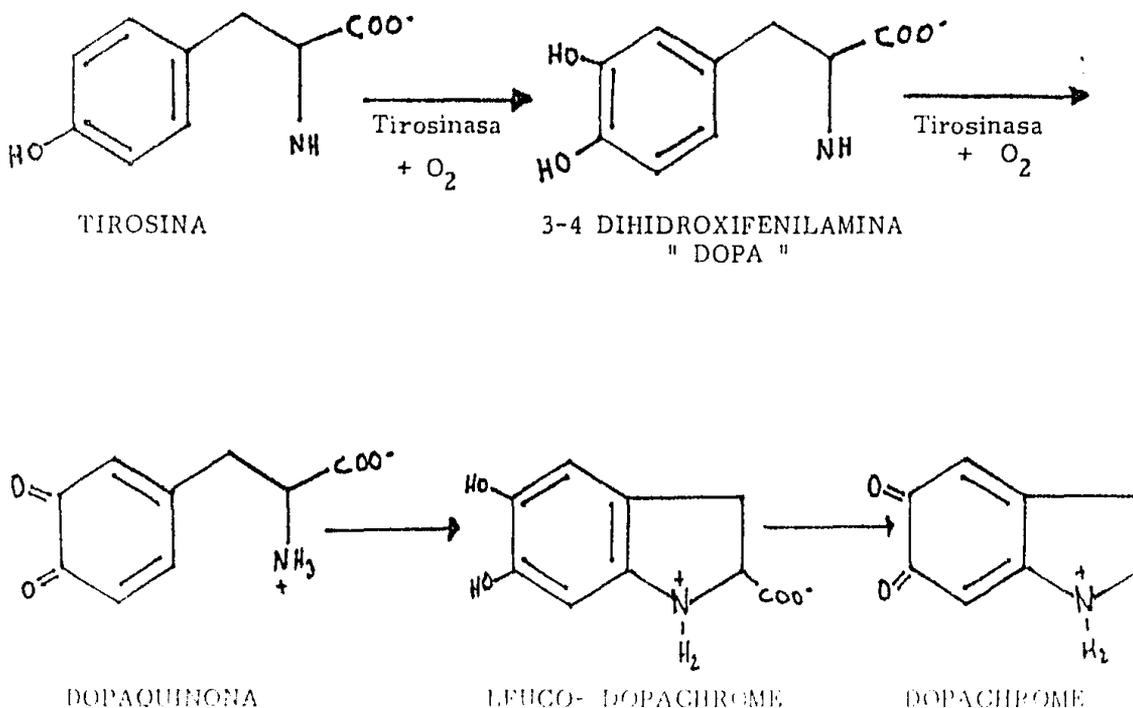
## FUNDAMENTO QUIMICO DE LA DECOLORACION

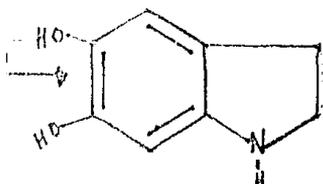
La decoloración capilar es el proceso que tiene por objeto aclarar la tonalidad del cabello mediante procedimientos químicos. Ya sea con un fin estético en sí, o como previo para una tinción posterior.

El tinte de los cabellos se debe a la melanina, distribuida en el estrato fibroso en forma de dispersión o en pequeños granulos y que tiende a desaparecer por acción del tiempo y de otras acciones fisiológicas o patológicas. Dependiendo de la cantidad de melanina será el color del cabello a mayor cantidad de melanina mayor color.

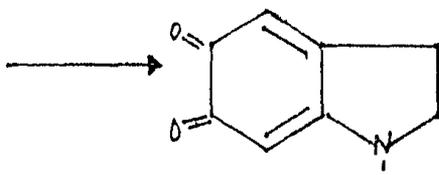
A continuación se mencionan las características principales de la melanina:

La melanina es el nombre que se ha aplicado a los pigmentos negros que se encuentran en los tejidos de los organismos o que se forman en ellos por procesos bioquímicos. Como los que se encuentran en el cabello, el de la retina, el de la piel, etc., cuya síntesis es: (Ref. 3).



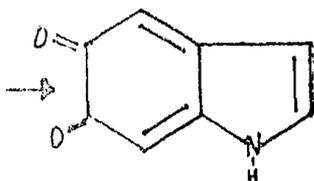


5-6 DIHIDROXIPROPIL INDOL



INDOL 5-6 QUINONA

MELANO -  
CHROME



Polimero Indol 5-6 quinona.  
No se conoce exactamente donde  
se unen los monomeros de indol.

### MECANISMO QUIMICO DE LA DECOLORACION

Está basada en la oxidación del pigmento melánico granuloso, naturalmente oscuro que se transforma en pigmento difuso mucho más claro. Además los oxidantes no solo actúan sobre la melanina sino también sobre la queratina rompiendo puentes disulfurados, haciendo el cabello menos resistente.

### DECOLORANTES CAPILARES

Los decolorantes tienen la función de producir la degradación del pigmento capilar con el fin de obtener una coloración más clara que la de la cabellera natural.

### CARACTERISTICAS Y PROPIEDADES

#### DE LOS DECOLORANTES:

Los decolorantes están formados técnicamente por ingredientes que coadyuvan a la acción decolorante y algunos productos de adición.

Los decolorantes están constituidos por productos oxidantes, comprendida el agua oxigenada y el peróxido de urea, en menor uso el permanganato de potasio, algunos persales como el perborato de sodio y el persulfato de sodio.

AGUA OXIGENADA :  $H_2O_2$ .

El agua oxigenada o peróxido de hidrógeno es un líquido incoloro, inodoro que tiende a descomponerse fácilmente, pero esta propiedad se atenúa en presencia de ciertas sustancias de naturaleza ácida; como son ácido sulfúrico, ácido fosfórico, ácido bórico, etc., las cuales ayudan a la conservación del agua oxigenada.

Se descompone con facilidad en presencia de muchas sustancias como son los álcalis, productos pulvulentos inorgánicos y compuestos orgánicos en general. Para su conservación debe ser envasada en botellas de vidrio topacio, recubiertas de parafina en su interior, para proteger el contenido del contacto directo con los componentes alcalinos del vidrio y debe ser resguardada de la luz.

El agua oxigenada comercial contiene varias impurezas pero para uso cosmético debe estar exenta de hierro, aluminio y bario y poseer reacción neutra o débilmente ácida. En los líquidos decolorantes se emplea el agua oxigenada de 15 a 45 volúmenes o sea de 4.5% a 13.6% de  $H_2O_2$ . De acuerdo con la concentración varía el poder oxidante sobre el pigmento capilar y la toxicidad sobre el tejido (debido al oxígeno naciente). La siguiente reacción muestra la descomposición espontánea del agua oxigenada:



O sea que una molécula grammo de  $H_2O_2$  (34.016 g.) pone en libertad un átomo grammo de oxígeno (16 g.) y se sabe que en condiciones normales esos 16 g. de  $O_2$  ocupan un volumen de 11,200 ml.

PEROXIDO DE UREA :  $CO(NH_2)_2 \cdot H_2O_2$ .

Llamado también peróxido de hidrógeno sólido, es una combinación de bióxido de hidrógeno y de urea. Contiene el 35 - 36% de  $H_2O_2$  que corresponde, aproximadamente, al 17% de oxígeno activo. Sus características son: es muy soluble en el agua (45% a 15°C), con la que da soluciones oxidantes neutras; es también soluble en los alcoholes, no es peligroso pa-

ra el uso externo, y presenta con respecto al agua oxigenada, la ventaja de manejarse mejor y de tener una buena conservación al estado anhidro.

La eficacia, oxidante está en relación con una buena conservación - con respecto a la humedad atmosférica, en presencia de la cual resulta - pegajoso y en un ambiente caliente se descompone en su totalidad. Se - usa en algunas ocasiones un compuesto deshidratante que impide el proce- so de humectación y de descomposición del peróxido de urea, asegurando una estabilidad óptima.

#### PERMANGANATO DE POTASIO: $KMnO_4$

El permanganato de potasio o camaleón mineral, son prismas rombi- cos de color violeta oscuro, solubles en agua, es un oxidante enérgico.

La acción decolorante del permanganato es debida al ácido perman- gánico que en contacto con los cabellos como con otra sustancia protéica, cede fácilmente oxígeno naciente reduciéndose a bióxido de manganeso -- ( $MnO_2$ ), este bióxido de manganeso que se forma durante la aplicación - en fase coloidal, parte queda fijado al tejido, ocasionando efectos caústi- cos cuando la solución contiene más de 1% de permanganato.

El coloide fijado al tejido se absorbe lentamente bajo forma salina -- manganosa ionizable dando lugar a reacciones nocivas.

Este mecanismo de acción que explica la probable absorción por vía - interna y que puede causar envenenamiento, pero solo si las soluciones es - tán por largo tiempo en contacto con el cuero cabelludo. Generalmente se - alterna ésta solución de permanganato al 5% con soluciones al 20% de bisul- fito de sodio, o con otros reductores que inactivan y dejan inocuo al oxi- dante.

Pero debido al riesgo de éste agente decolorante se ha abandonado su uso.

### PERSALES:

Los persales son productos oxidantes que desprenden oxígeno nascente y decoloran en forma efectiva con una acción menos traumatizante que el agua oxigenada. Los persales más usados son el perborato de sodio y el persulfato de sodio.

Los persales desprenden además de oxígeno pequeñas cantidades de ozono, por lo que se consideran como oxidantes enérgicos frente a la melamina. Estos persales se aplican bajo la forma de pastas blandas de preparación instantánea para extender sobre la mata de pelo o diluyendolos directamente.

En solución pueden tener reacción ácida como en el caso del persulfato de sodio, ó alcalina, como el perborato de sodio. El perborato de sodio es la sal que más se usa y produce una decoloración más estética que la obtenida con el agua oxigenada, para su uso es necesario ayudar a su descomposición con ácido cítrico o tartárico, los cuales neutralizan también la alcalinidad excesiva de las soluciones. (Ref. 2.).

### F O R M U L A C I O N :

Perborato de sodio .....	10 g.
Bicarbonato de sodio .....	8 g.
Bórax .....	32 g.
Jabón en polvo c.s.p. ....	100 g.
(Polvos).	

### COADYUVANTES:

Los coadyuvantes son los ingredientes químicos de adición necesaria en la preparación de los decolorantes; sirven para favorecer y acelerar la descomposición de las bases oxidantes de tal manera que el oxígeno nascente se encuentra en las condiciones de mayor actividad para atacar al pigmento, además influyen sobre la estructura queratínica, de modo que permite la penetración del oxígeno en el interior del cabello hasta donde se encuentra el pigmento melanínico.

Los coadyuvantes pueden ser productos básicos o ácidos, compuestos humectantes y suavizadores. Los coadyuvantes básicos imponen su reacción característica a los decolorantes y por tanto, en su presencia la decoloración se produce en medio alcalino, o ácido según sea el caso.

CAPITULO IV

FUNDAMENTO QUIMICO  
DE LA TINCION CAPILAR

FUNDAMENTO QUIMICO DE LA  
TINCION CAPILAR

La coloración o tinción capilar es el proceso mediante el cual se cambia o restablece el color natural del cabello utilizando colorantes o tintes, con una finalidad estética. (Ref. 4).

Los tintes son los cosméticos que se utilizan para conferir a los cabellos una apariencia estética como ornamento o diferente a la impuesta por la naturaleza, o también para darle una tonalidad de fantasía.

Los tintes se pueden clasificar de la siguiente manera:

	Tintes metálicos
Tintes de tonalidad natural	Tintes vegetales y vegetometálicos
	Tintes de oxidación.
	Tintes fugaces
Tintes que dan tono de fantasía	Champu colorante
	Tonos de brillantina
	Decolorantes de la tonalidad

Los productos técnicos fundamentales para la tintura de los cabellos son los colores, que pueden ser vegetales, minerales u orgánicos en un estado de pureza y en determinadas combinaciones, de tal modo que sean poco o nada nocivos, a la salud del usuario.

MECANISMO DE LA TINCION

1.- Puede ser un recubrimiento superficial cuya duración e intensidad de coloración dependerá de la adherencia de la estructura queratínica.

2.- Puede penetrar más o menos profundamente en la estructura del pelo y en este caso el color se diluye físicamente en los haces de las fibras de la que

ratina.

3.- El colorante se combina químicamente con los enlaces polares - queratínicos.

Los colorantes llamados de oxidación siguen el método de una pene - tración más o menos profunda en el tejido, que se favorece por tener e - fectos hidrolizantes y oxidantes y en especial por el primer efecto que - provoca una cierta separación de las moléculas queratínicas, promoviendo consiguientemente la absorción y difusión de los colores disueltos. Por - lo tanto, el tinte resultante es sólido y de duración.

Los colores ácidos y básicos actúan por medio de una combinación - con los enlaces polares queratínicos; fijándose sobre la queratina por me - dio de puentes amínicos o carboxílicos antagónicos polarmente.

La coloración de los cabellos por medio de colorantes vegetales puede realizarse tanto por revestimiento como por permeabilidad física, según su afinidad por el sustrato. Por lo que el tinte es menos persistente.

### TINTES DE TONALIDAD NATURAL

Estos tintes se clasifican según la naturaleza de los compuestos colo - rantes que predominan en la fórmula:

#### TINTES METALICOS:

Se les llama tintes metálicos a los que producen la coloración mediante oxidos o sulfuros de determinados metales.

Estos tintes se habían usado mucha hace algún tiempo, pero ahora es - tán casi totalmente abandonados por la alta toxicidad que les caracteriza. - Más sin embargo, todavía se emplean algunos tintes metálicos especialmente para lograr el negro, por otra parte, para conseguir el mismo objetivo con - algunos tintes de base orgánica, es fácil producir notables efectos tóxicos.

Los tintes metálicos toman generalmente el nombre del metal que de lugar a la formación del producto colorante, y no constituyen un tinte a menos que sea un polvo metálico hasta antes de la aplicación, sino que se desarrolla por una sal soluble del metal y actúa con el hiposulfito de sodio o azufre precipitado, o también por el efecto asociado del pirogalol y sulfuros o metabisulfitos alcalinos, y el efecto final es la formación de sulfuros metálicos pesados, a los que se debe en mayor parte la coloración de los cabellos.

#### COMPONENTES FUNDAMENTALES:

a) Sales de plomo.- Su uso es muy extendido en algunos países -- mientras que en otros están prohibidos debido a los peligros de intoxicación crónica o saturnismo por absorción plúmbica. Nuestro país autoriza su empleo prudente advirtiendo al usuario de los peligros. La sal más usada comunmente es el acetato de plomo. En algunos de estos preparados se les añade azufre libre para asegurar la suficiente formación de sulfuro de plomo. La solución se usa varias veces por semana y el cabello canoso pasará a través de matices amarillentos, castaños claros y oscuros hasta negro opaco.

Azufre precipitado ..... 2 G.  
Acetato de Plomo ..... 1 G.  
Glicerina ..... 4 G.  
Agua c.s.p. ....100 G.

b).- Sales de Plata.- Es muy usada, en especial el nitrato de plata para dar tonos oscuros o negros, en soluciones acuosas neutras o amoniacales que favorecen la reducción. Bajo la acción de la luz se reduce la plata y se deposita oxido de plata que se combina con el azufre de la queratina.

Se emplean reductores como sulfuros solubles, como hiposulfito de sodio que libera azufre por oxidación del aire o pirogalol, que actúa parcialmente como reductor y en parte por acción colorante directa, especialmente en los matices claros.

Frasco No. 1 :

Pirogalol ..... 0.5 g.  
Alcohol ..... 12.0 g.  
Agua destilada ..... 38.0 g.

El frasco No. 2 contiene la formulación que llevará el compuesto metálico y que variará únicamente en la concentración según el color deseado:

Nitrato de plata ..... 1.0 g.  
Amoniaco 10% ..... 3.0 g.  
Agua destilada ..... 28.0 g.

El frasco No. 3 contiene el acelerador:

Hiposufito de sodio ..... 0.3 g.  
Agua destilada ..... 20.0 g.

## TINTES VEGETALES:

Los tintes vegetales son productos orgánicos, extraídos de los vegetales que los contienen, capaces de proporcionar coloraciones diversas a los cabellos, por que poseen una ligera afinidad por la queratina, por ellos mismos o después de formar complejos con sales metálicas. Estos últimos constituyen el grupo de tinturas vegetometálicas y se caracterizan, con respecto a las tinturas vegetales simples, por una mayor solidez, pero también por una toxicidad más elevada.

Las tinturas vegetales generalmente son perfectamente inocuas pero también resisten menos sobre el cabello. Debido a esta propiedad se asocian a menudo con otros tintes a base de colorantes minerales y orgánicos sintéticos. En esta función tienen una acción de tipo correctiva del color y se pueden considerar como reflejos colorantes. Estos tintes vegetales se fijan en los cabellos mediante un mordiente natural contenido en la sustancia colorante, representado por las sustancias tánicas; como el valor colorante depende de los tanoides, algunas veces será necesario realizar mezclas apropiadas de diversos químicos para obtener un tinte más sólido sobre los cabellos. Los colores vegetales se refuerzan por soluciones de amoníaco diluido (0.5%) por efecto del calor y por agentes oxidantes en medio alcalino.

Debido a su poca solidez y duración del tinte vegetal su uso ha sido casi limitado a uso casero.

1.-) Alheña.- Es una planta leñosa dicotiledonea que crece en el norte de África y en el Asia menor y de cuyas hojas desecadas y golpeadas se obtiene por extracción acuosa, la sustancia roja que contiene ácido Alheñotánico, resina y una sustancia colorante denominada Lawsons. O se obtiene un polvo verdoso rico en tanino, proveniente de las hojas secas y pulverizadas del arbusto *Lawsonia inermis*.

La Alheña proporciona tonos rojizos que varían según el tono del cabello, debido a que da esos matices no se usa para la coloración sino para lograr matices o reflejos.

Alheña pulverizada .....	50 g.
Agua de rosas .....	100 g.
Alcohol 80° .....	80 g.
Agua destilada .....	300 g.

Dejarla reposar, macerar y filtrar.

2.-) Camomila.- La camomila romana (*Anthemis movilis*) y la camomila vulgar (*Matricaria chamomilla*), contenida en las flores hermafroditas tubulosas amarillentas es una sustancia colorante; actúa tiñendo el cabello por depósito de compuestos flavónicos de color amarillo, su fijación es débil por lo que la coloración resultante es muy poco sólida.

Debido a esto se asocia con drogas colorantes tánicas como con riu-barbo.

#### TINTES VEGETO-METALICOS:

Estos tintes son mezclas de colorantes vegetales con compuestos metálicos con el fin de obtener un tinte de mayor duración, que el obtenido con los tintes vegetales, se caracterizan por su baja toxicidad adquirida por las sales metálicas. Se usan sales de cobre, sales de plata y de bismuto según el tono deseado, se asocian con alheña y camomila generalmente.

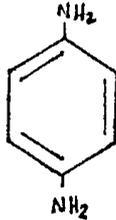
Esta asociación de sales metálicas con los colorantes vegetales da lugar a un producto colorante de mayor afinidad por la queratina, que los tintes vegetales sencillos y colorean los cabellos inmediatamente después de la formación de los complejos colorantes metálicos.

#### TINTES DE OXIDACION:

Los tintes de oxidación se basan en oxidar directamente sobre el cabello, algunas aminas polivalentes y aminofenoles empleando un adecuado oxidante que produzca oxígeno nascente.

De los componentes derivados aromáticos del alquitrán conocidos con el

nombre de anilinas, se utilizan como tintes capilares permanentes, ciertas diaminas (con una función amina primaria y otra sustituida). La más usada es la para fenilendiamina. (Ref. 10).



Es una base diaminada cuya sal más comunmente usada es el clorhidrato.

MECANISMO DE ACCION:

La para fenilendiamina o 1-4 diamino benceno es un colorante de oxidación, es soluble en agua, alcohol, éter y cloroformo, extraída por solventes orgánicos de soluciones acuosa alcalinas, por sí misma no posee propiedades tintoriales, sino por su transformación, en medio oxidante dando derivados colorados, si bien si la oxidación se realiza espontáneamente en contacto con el oxígeno del aire, se usa en las prácticas para acelerarla la adición a la solución de "para" de sustancias oxidantes y alcalinas. Al oxidarse se transforma en un compuesto intermediario inestable, la quinondiimina y luego por condensación en otro compuesto que es llamado base de Bandrowsky que viene siendo un compuesto de color negro, que antes se suponía era el producto colorado final, pero se ha comprobado que la principal sustancia colorante es una azina combinada con queratina del pelo, que no se deposita sobre la superficie ni se absorbe sobre ella en forma de lacas, sino que penetra en el interior del cabello sin alterar la estructura queratínica a la que posiblemente se fija en las funciones ácidas o básicas libres de las cadenas de aminoácidos. Consiste en producir la melanina artificialmente por efecto del oxígeno atmosférico sobre la tirosina sometida a la acción enzimática de las Tirosinasas.

Un ejemplo de Formulación:

CLORHIDRATO DE PARFENILENDIAMINA ..... 2 G.  
AGUA DESTILADA ..... 100 G.  
Tinte color negro

### TINTES QUE DAN COLORACION DE FANTASIA:

A este tipo de compuestos se les denomina tonos colorantes y difieren de los tintes en que de manera general producen sobre los cabellos una coloración fugaz con tonos de fantasía; o sea productos que no modifican de modo permanente, o por lo menos muy duradero, la coloración de cabellos, pero sirve para dar a la cabellera natural, teñida o decolorada, una tonalidad caprichosa de acuerdo con las exigencias de la moda.

En algunas ocasiones, los tonos colorantes no producen una modificación real del tinte, sino simplemente reavivan el color de los cabellos técnicamente los tonos se pueden presentar en formas cosméticas parecidas a los verdaderos tintes, pero por su inestabilidad se les conoce con el nombre de tintes fugaces. En general están constituidos simplemente por colores determinados, incorporados en un cosmético capilar, y que dependiendo de la forma de la aplicación cosmética, se les da el nombre de: Champus de matizado.

Los colores empleados en los tonos no requieren ser disueltos como es lo que ocurre con los tintes metálicos y en los de oxidación sino que coloran directamente la cabellera con la que se ponen en contacto. Generalmente los colorantes de los tonos no poseen propiedades tóxicas importantes; sino por el contrario son completamente atóxicos en las dosis y forma de empleo.

Se emplean colores vegetales de extracción, preparados a base de alheña y camomila, ya sea solos o asociados a colores orgánicos sintéticos, hay colores ácidos, básicos y colorantes ópticos etc.

### TINTES FUGACES:

Son colorantes típicamente hidrosolubles, usados en medio ácido. Los tonos sólidos están constituidos, en su forma más simple, por el colorante y un ácido hidrosoluble no higroscópico (tartárico, sulfámico) en las respectivas proporciones de 1:1 a 1:8.

Como los ingredientes colorantes tienen poca afinidad con el cabello humano, se ha propuesto la adición de varios productos adecuados para favorecer su penetración en el tallo capilar.

Entre estos productos se encuentran los dispersantes no iónicos, que tienen también la función de equilibrar, o sea que sirven para regular la distribución del tinte sobre los cabellos.

Los colorantes ácidos de anilina no tóxicos, que se aplican en el teñido de la lana, se pueden usar en la preparación de los tonos, pero como los colorantes típicos, no se fijan fácilmente sobre los cabellos, se emplean algunas veces en unión a dispersantes aniónicos (sulfatos alquílicos) para controlar la distribución del tinte sobre los cabellos que tienen la tendencia a subir muy rápidamente; el dispersante actúa en sentido contrario al colorante, retrasando el proceso de tinción y controlando la velocidad de fijación.

Los colorantes ácidos se pueden también usar en solución hidroalcohólica al 10 a 15% de alcohol, acidificada con ácido oxálico (2 por 100).

Los colores Celliton sólidos usados para teñir el rayón, el acetato, representan una importante serie de colorantes para tonos. Estos colorantes se emplean a la dosis del 1% en solución acuosa condensada con poliacrilato de amonio.

La coloración de los cabellos se produce en 20 - 30 minutos, a la temperatura de 40° a 45°C. Según la tonalidad deseada más o menos oscura; después se enjuaga la cabellera para eliminar el exceso de colorante. El teñido resulta sólido al lavado, a la luz solar y al sudor. Sus tonalidades sobre los cabellos decolorados o naturales, se pueden graduar con exactitud y los cabellos no se alteran estructuralmente, porque el cosmético es neutro o solo ligeramente alcalino.

Los colores son solubles en agua hervida y se pueden acompañar de vehículos hidroalcohólicos, acidificados con 1% de ácido acético concentrado antes de la aplicación.

### CHAMPU DE MATIZADO:

Son cosméticos cuya base es un champú, generalmente en polvo, al cual se le han incorporado las sustancias colorantes, tienen la función de proporcionar a los cabellos una coloración de matizado apenas más viva que la normal. Los ingredientes colorantes son a menudo de naturaleza vegetal y comprenden extractos secos de alheña, camomila y azafrán, así como la droga pura; o también pueden ser de naturaleza sintética como el azul de metileno que proporciona una tonalidad azulada en concentración mínima de 1:100,000 (el empleo de este colorante básico es poco frecuente y se prefiere obtener el azulado con soluciones de violeta ácido).

Para aclarar los cabellos se puede introducir en los champús productos de efecto óptico, que absorben las radiaciones ultravioleta y emiten reflejos azules en la zona visible y ponen en evidencia una mayor luminosidad sobre los cabellos rubios y aclaran los cabellos grises. Sobre los cabellos castaños no tienen ningún efecto.

Las 4- metil cumarinas si son sustituidas se emplean a la dosis de 0.2 a 0.5 por 100, por ser insolubles en el agua se disgregan en presencia de tensoactivos concentrados, que forman la base de los champús líquidos, en presencia de pequeñas cantidades de alcohol etílico. El mejor efecto óptico se produce a un pH de 5.6 .

### TONOS BRILLANTINADOS:

Como los efectos de la brillantina es darle una característica estética del brillo de la cabellera. Generalmente los colores liposolubles, añadidos con objeto de mejorar su apariencia, no producen ninguna coloración estable sobre los cabellos. Cualquier modificación de tonalidad se puede obtener a menudo incorporando en el excipiente oleoso algunos derivados vegetales con el fin de producir una tonalidad más oscura.

### DECOLORANTES DE MATIZADO:

Son cosméticos formados por un compuesto decolorante, generalmente re-

presentado por agua oxigénada o por peróxido de urea, en los que se disuelve antes de la aplicación, un tono vegetal. Están formados por un solo cuerpo y su efecto es instantáneo.

Los decolorantes de matizado también se pueden obtener y aplicar de otro modo; como por ejemplo: para dejar los cabellos de color rubio platinado, decoloran anteriormente con una solución de azul de metileno o de violeta ácido.

Varietades especiales de estos cosméticos son los tintes decolorantes, que son verdaderos y propios tintes antes que tonos, si se consideran los ingredientes colorantes que los componen, pero se acercan a los tonos por las características de la coloración que dan a los cabellos.

Los tintes decolorantes se preparan en forma de crema y de líquidos -- más o menos viscosos e incluyen como ingredientes activos un complejo colorante de oxidación y un oxidante enérgico. (Ref. 9).

#### RESTRICCIONES:

Las tinturas con sales de plomo, de uso general en los últimos decenios no cumplen con la condición de no ser nocivos y por este motivo los han prohibido las leyes.

No deben usarse la parafenilendiamina porque aunque tiñe bien produce desagradables consecuencias como eczemas, e inflamaciones de la cara (Ref. 8).

CAPITULO V

LEGISLACION SANITARIA

VIGENTE

REGLAMENTO DE LOS PRODUCTOS DESTINADOS A  
TEÑIR O DECOLORAR EL CABELLO

(Publicado en el Diario Oficial del 16 de Agosto de 1960).

La elaboración de productos cosméticos se rige por reglamentos que son dictados por la Secretaría de Salud y que son publicados en el Diario Oficial.

Art. 39.- En la elaboración de productos destinados a teñir o decolorar el cabello queda prohibido el uso de cianuro de potasio, y de todos los productos y compuestos cianúricos, de uranio, de arsénico, de mercurio, de ácido crisofánico y de crisobarina, así como el de toda aquella sustancia cuya proporción necesaria, para lograr dichos fines, resulte nociva dentro del uso normal del producto.

Art. 40.- Los productos para teñir o decolorar el cabello que contengan para fenilenodiamina, así como otros productos orgánicos cíclicos, deberán ser siempre adicionados con sulfato de sodio, o cualesquiera otras sustancias que aminoren la potencia de las aminas.

Art. 41.- Los fabricantes de productos que contengan las sustancias primeramente mencionadas en el anterior, están obligados a:

- I) Dotar su fórmula con un porcentaje no mayor del 3.5% de dichas sustancias.
- II) Fijar en los envases o empaques, la siguiente leyenda "Precaución: debe hacerse una prueba preliminar de acuerdo con el instructivo anexo. Este producto puede causar irritación en la piel a ciertas personas. Aplicado a cejas o pestañas puede causar ceguera".

Esta leyenda deberá imprimirse sobre un fondo de color contrastante y sus letras serán del tamaño proporcional al del envase. Esta misma leyenda deberá acompañarse, en una fajilla por separado, al producto.

- III) Si el contenido del envase está destinado a una sola aplicación, la leyenda será la siguiente:

"Precaución: úsese exclusivamente, de acuerdo con el instructivo adjunto. Una vez hecha la mezcla úsese inmediatamente. El so-brante tírese por peligroso".

Art. 42.- Los productos que contengan sustancias que puedan causar daño al cuero cabelludo y usándolos con frecuencia al organismo en general, tales como ácido pirogálico, nitrato de plata, y otras sales de este metal, llevarán la siguiente leyenda en un envase o empaque:

"Precaución: este producto contiene...sustancias que pueden -- causar daño al cuero cabelludo, y usándolo con frecuencia, al or-ganismo en general".

Esta leyenda deberá imprimirse sobre un fondo de color contrastante y sus letras serán de tamaño proporcional al del envase. Esta misma leyenda deberá acompañarse, en una fajilla por separado, al producto.

Art. 43.- Los productos destinados a pintar o decolorar el cabello, - que contengan parafenilendiamina u otros orgánicos cíclicos, deberán acompañar a sus empaques o envases del instructivo que fije la oficina respectiva de la Secretaria de Salud.

Art. 44.- Los fabricantes de los productos a que se refiere este capítulo, están obligados a informar a la Secretaria de Salud de las medidas de control que adopten para asegurar la correcta dosificación de las sustancias tóxicas que aparezcan autorizadas en las fórmulas de los productos que elaboran.

Art. 45.- Los establecimientos donde se usen o apliquen los productos destinados a teñir o decolorar el cabello, están obligados a usar solamente -- preparaciones registradas así como de efectuar, sistemáticamente, antes de - cada aplicación, la prueba o ensayo que fijen los instructivos. (Ref. 5).

REGLAMENTO PARA AGUA POTABLE  
PARA USO EN LA FABRICACION DE COSMETICOS

- 1.- El agua potable no deberá contener más de 20 gérmenes coliformes (bacterias del tipo Eschinchese) por litro esto es, no debe haber -- más de un tubo positivo de 5 sembrados, cada uno de 10 cc de ella.
  
- 2.- No deberá dar lugar a un desarrollo de colonias bacterianas -- superior a 200 por centímetro cúbico.
  
- 3.- No deberá dar lugar al desarrollo de colonias que desprendan - mal olor, licuen rápidamente la gelatina o francamente coloridas, indican - do la presencia de bacterias cromógenas.
  
- 4.- Toda agua que al exámen bacteriológico revele caracteres contra rios a los mencionados en las tres prescripciones anteriores, o solo en una de ellas será calificada como impropia. (Ref. 6).

ESPECIFICACIONES GENERALES PARA LOS COLORANTES  
PERMITIDOS PARA USO EN MEDICAMENTOS Y COSMETICOS

Los colorantes que sean usados en la elaboración de medicamentos y cosméticos deben cumplir con las siguientes especificaciones:

PLOMO (Como pb): No más del 0.002% (20 ppm).

ARSENICO (Como  $As_2O_3$ ): No más del 0.0002% (2 ppm).

Metales pesados (excepto el plomo y arsénico) por precipitación como sulfuros: No más del 0.003% (30 ppm).

En el caso de colorantes que contienen una sal de baño soluble en ácido clorhídrico diluido (como  $BaCl_2$ ): No más del 0.05% (500 ppm).  
(Ref. 7).

CAPITULO VI

APLICACION DE LA

ESTADISTICA

AL CONTROL DE CALIDAD

APLICACION DE LA ESTADISTICA AL  
CONTROL DE CALIDAD

El aumento de precisión que se exige a los productos que se manufacturan, va acompañado de la necesidad de mejores métodos para la medición, para las especificaciones y el registro.

La estadística, conocida como ciencia de las mediciones, parece ser una de las técnicas de mayor valor que se emplea en el control de calidad, habiendo llegado a ser imprescindible.

Los métodos estadísticos han tenido que recorrer un largo y escabroso camino para su aceptación general, hasta llegar a satisfacer a la industria en la actualidad. La oposición a éstos métodos se debió en parte a la natural resistencia que se opone a la admisión de cualquier método nuevo, así como a la dificultad para la aprehensión de esos conceptos por parte del personal obrero. Hoy en día existe un caudal creciente de material sobre aspectos prácticos y detalles técnicos de estadística industrial. Los métodos estadísticos, como actualmente se aplican en el control de calidad, no representan una ciencia exacta. Su carácter está fuertemente influenciado por factores de relaciones sobre costos.

Se dispone de cinco métodos estadísticos para ser empleados en el control de calidad, estos son:

- 1) Las distribuciones de frecuencias.
- 2) Las gráficas de control.
- 3) Las tablas para el muestreo.
- 4) Los métodos estadísticos especiales.
- 5) La predicción de confiabilidad.

Para comprender mejor el uso de estas técnicas haremos un breve resumen:

1.- Distribuciones de Frecuencias.- Se puede definir como: La tabulación, o el registro por marcas, del número de veces que se presenta una cierta medición de la característica de calidad, dentro de la muestra de un-

producto que se está examinando.

La tabulación se puede representar colocando sobre el eje vertical la frecuencia de ocurrencia de las observaciones, y sobre el eje horizontal, los valores de la característica de calidad observada (Pulgadas, libras, dureza, etc.). Esta representación recibe el nombre de curva de frecuencia.

El mundo industrial, por su parte, ha designado, a esta forma de tabulación, la curva de distribución de frecuencias, o simplemente una distribución de frecuencias, la cual presta una importante contribución al concepto de la manufactura del producto como en:

- a).- Ayuda a conformar el principio de que siempre debe de tomarse en cuenta cierta cantidad de variación entre las partes fabricadas.
- b).- Ayuda a establecer la naturaleza general de la forma gráfica que puede tomar esa variación.
- c).- Ayuda a establecer una importante introducción para el estudio y control de esta variación.

2) Gráficas de Control.- Se puede definir como: La comparación gráfica Cronológica (hora a hora, día a día) de la característica actual de la calidad del producto, con los límites que identifican la posibilidad de la fabricación de acuerdo con las experiencias anteriores que se han obtenido del producto.

Generalmente, esta comparación se establece con la selección y medición de muestras, más bien que con el exámen de cada pieza producida.

Cuando ya se hayan establecido los límites de control para un material o para los elementos que se fabrican, se pueden considerar diversas aplicaciones de las gráficas de control. Algunas de ellas son:

- a) Prevenir los rechazos antes de que se produzcan piezas defectuosas.
- b) Juzgar el rendimiento de un trabajo.

- c) Establecimiento de tolerancias.
- d) Guía para la gerencia.
- e) Previsión de costos.
- f) Establecer un índice de seguridad para el material defectuoso.

3) Tablas para el muestreo.- Las podemos definir de la siguiente forma.

Una serie de planes para representar la correspondencia entre la calidad probable (expresada en términos de porcentaje).

O la de las muestras seleccionadas con propiedad de ese mismo lote.

Para que sea efectiva una tabla de muestreo, debe representar con exactitud, no solo la calidad del lote que está muestreando sino que también debe especificar la cantidad de riesgo que proporciona, ya sea muy alto o muy bajo. Para su elaboración se consideran 4 principios básicos:

- I) Especificación de los datos del muestreo.
- II) Protección que proporcionan.
- III) Ejecución del procedimiento.
- IV) Costos requeridos.

El examen de las muestras se puede verificar por el procedimiento de passa a passa (por atributos), o sea determinar si las muestras cumplen con los requisitos de las especificaciones.

También se puede efectuar el examen por el sistema de mediciones (por variables), es decir, midiendo la característica de la calidad en cada una de las unidades de la muestra.

El número de las posibles aplicaciones de las tablas de muestreo es casi ilimitado. Estas aplicaciones van desde el empleo normal de las tablas de aceptación en la inspección del material recibido, hasta el desarrollo de planes de las pruebas de vida del producto, sobre el número de unidades que se hayan elegido previamente, antes de remitir el producto.

Los tres ejemplos que se ilustran a continuación, se refieren a la aplicación más general que tienen los planes de muestreo:

- a) Reducción del personal de inspección del material recibido.
- b) Identificación de proveedores de productos de calidad satisfactoria de aquellos que venden productos de calidad variable.
- c) Reducción del número de piezas rechazadas, en las operaciones del proceso de la fábrica.

4.- Métodos Estadísticos Especiales.- Se pueden clasificar en dos formas:

Métodos Especiales Gráficos.- Son el conjunto de técnicas que comprenden la representación de una imagen de los datos de la calidad, en tal forma que esa imagen proporcione la base para una decisión y una acción.

Estos métodos son esencialmente técnicos representativos. Representan el único medio para la tabulación y graficado de los datos de la calidad. Por lo tanto, su naturaleza y aplicaciones son directas, y su empleo solo requiere reconocimiento de algunos procedimientos sencillos.

Métodos Especiales Analíticos.- Estos consisten en una serie de técnicas que se refieren al análisis matemático de los datos de la calidad.

Estos métodos están basados en el análisis de datos, son técnicas analíticas nuevas para una parte de la industria. Satisfacer la necesidad del diseño y análisis de los datos de la calidad, que anteriormente no habían sido tocados en las aplicaciones industriales de control de calidad.

Los métodos especiales encuentran su mayor aplicación en el estudio de los procesos especiales.

### 5.- Predicción de Confiabilidad.

La confiabilidad de un producto es la probabilidad de que ese producto desempeñe las funciones para las que ha sido proyectado, durante un tiempo de servicio previsto y bajo las condiciones de operación que se presenten.

Es obvio que la confiabilidad va directamente relacionada en el control de calidad, ya que un producto es tan confiable como bueno y estricto sea su control de calidad.

La confiabilidad se calcula de la siguiente manera:

$$R_t = e^{-t/\theta} \text{ ó } R_t = e^{-\lambda t}$$

En donde: R = Probabilidad.

t = Duración del funcionamiento requerido.

$\lambda = \frac{1}{\theta}$  = Intensidad de fallas.

$\theta$  = Tiempo medio de fallas o tiempo medio de vida.

CAPITULO VII

CONTROL DE CALIDAD

### CONTROL DE CALIDAD.

El propósito de Control de Calidad deberá ser preventivo y se iniciará desde la adquisición de materia prima, maquinaria y la capacitación del personal, para obtener un producto que cumpla con todos los objetivos planeados y con el fin para el cual fue creado. Para verificar la calidad de dichos productos se deberá contar con un laboratorio de control de calidad, el cual funcionará de acuerdo a los requerimientos establecidos por la Secretaría de Salud y por la política desarrollada internamente por la compañía - así como por los aspectos del producto en sí y los que exige el mercado al que el producto se destine. Para lo cual debe tomar en cuenta las siguientes condiciones:

- 1.- La función que debe desempeñar el producto.
- 2.- Ambiente en el cual se encontrará el producto.
- 3.- Vida o duración del producto.
- 4.- Diseño del producto.
- 5.- Proceso de fabricación.
- 6.- Condiciones de transporte.
- 7.- Instalaciones.
- 8.- Mantenimiento.
- 9.- Características exigidas por el mercado.

#### 1) CONTROL DE CALIDAD DE MATERIA PRIMA.

Basandose en las propiedades físicas y en las características requeridas para el producto final, se efectúa una evaluación minuciosa entre los diferentes proveedores de los materiales, para determinar la calidad de los mismos, la confiabilidad y la viabilidad económica. Como resultado de esta evaluación se obtendrá el material óptimo para el proceso.

Todo material productivo que sea recibido en el almacén se recibirá condicionado a su aceptación por el laboratorio de Control de Calidad tanto en sus características como en sus cantidades.

Es necesario establecer programas que nos permitan determinar de una -

forma veráz y concisa todos y cada uno de los controles requeridos para verificar los niveles de calidad exigidos, teniendo en mente el diseño, el proceso de fabricación y el método de control correspondientes.

Se deberá obtener las muestras necesarias de acuerdo con las normas establecidas para muestreo en cada uno de los casos.

## II) CONTROL DE CALIDAD DE PRODUCTO INTERMEDIO.

El Control del producto intermedio comprende el control de los materiales en el origen mismo de la producción, de tal manera que cualquier desviación de la calidad con respecto a las especificaciones, se puede corregir antes de que produzcan piezas defectuosas.

De igual forma incluye todas las actividades del control de calidad sobre el producto, desde el momento en que ha sido aprobado para su producción y que se han recibido los materiales, hasta que es acondicionado, embarcado, recibido por el consumidor a su entera satisfacción.

La importancia del control de calidad en esta etapa, está dada por la alta calidad que se exige durante la producción dando una posibilidad menor a las pérdidas por mala manufactura debido al aumento del costo de inspección el cual genera una mayor cantidad de pruebas de control de calidad durante esta etapa controlando paso a paso la manufactura del producto, como manejo de los equipos buscando la integración de estos factores para asegurar la calidad.

Es lógico asentar cual es la secuencia en que se obtienen las diferentes a probaciones para controlar el proceso de fabricación de un tinte, en cualquiera de sus diferentes tipos, las cuales se describen a continuación:

### A) Aprobación del lote inicial:

El lote que a juicio del operador ya es aceptable en su calidad, deberá presentarlo al laboratorio, el cual deberá:

- A) Verificar el pH.
- B) Comparar el tono y el color contra un patrón de referencia aprobado.
- C) Revisar la apariencia.
- D) Realizar los análisis cuantitativos específicos para cada tipo de tinte.

B) Aprobación de producto en proceso:

Este control se realiza directamente en las máquinas y debe ser comprobado mínimo cada hora. El inspector de Control de Calidad de material en proce deberá verificar:

- a) Tono y color.
- b) Apariencia.

En caso de encontrar alguna anomalía, se procederá al paro del proceso.

### III CONTROL DE CALIDAD DEL PRODUCTO TERMINADO

El control de calidad en el producto terminado sirve para comprobar una manufactura efectiva del producto, y a su vez nos permite optimizar los controles, tanto de materia prima como de producto intermedio.

#### CONTROLES REALIZADOS A PRODUCTO TERMINADO:

##### Tintes en Shampoo

- 1.- Apariencia
- 2.- Color, tono
- 3.- Olor
- 4.- pH
- 5.- Viscosidad y densidad
- 6.- Contenido de espuma
- 7.- Irritabilidad
- 8.- Control microbiológico
- 9.- Ensayo de principio activo
- 10.- Potencia del conservador
- 11.- Toxicidad

##### Tintes en Crema

- 1.- Apariencia
- 2.- Color, tono
- 3.- Olor
- 4.- pH
- 5.- Viscosidad
- 6.- Dispersión
- 7.- Irritabilidad
- 8.- Toxicidad
- 9.- Ensayo de principio activo
- 10.- Control microbiológico
- 11.- Potencia del conservador.

METODOS GENERALES DE ANALISIS DE CONTROL DE CALIDAD  
PARA MATERIA PRIMA Y PRODUCTO TERMINADO

1.- COLOR.- La prueba se determina por medio de una observación visual a menos que la monografía indique algún método.

2.- pH.- Esta prueba se lleva a cabo con un potenciómetro provisto de dos electrodos; uno de vidrio que es sensible a la actividad del ión hidrógeno y el otro, de calomel, que es el de referencia.

3.- DENSIDAD.- Se usa un picnómetro calibrado por determinación de su peso y pesándolo con agua recientemente hervida a 25°C, se llena con la sustancia y se ajusta la temperatura a 25°C. Se resta el peso del picnómetro a peso constante del peso del picnómetro lleno. La densidad de la sustancia es el cociente obtenido al dividir el peso de la sustancia contenida en el picnómetro entre el peso del agua contenida en el mismo, determinadas ambas a una temperatura de 25°C.

4.- LIMITE DE CLORUROS Y SULFATOS.- Se utilizan parejas de tubos de vidrio, los mismos volúmenes y reactivos, tanto para la solución con la muestra por ensayo como para la solución del control que contiene la cantidad especificada de cloruros o sulfatos.

CLORUROS.- En un tubo se disuelve una cantidad de la muestra por ensayar, con 30 o 40 ml. de agua hasta disolución y se le agrega el agua necesaria para obtener dichos volúmenes.

En otro tubo se prepara la solución de control que sirve de comparación, con la cantidad de solución 0.02 N de ácido clorhídrico especificada en la monografía respectiva y se agregan hasta 30 o 40 ml. de agua.

Se adicionan 1 ml. de solución reactivo de ácido nítrico y 1 ml. de solución reactivo de nitrato de plata, tanto al tubo con la muestra como al control, en seguida agua hasta 50 ml. Se mezclan y se dejan reposar durante 5 minutos, protegidos de la luz. Se observan y comparan. La turbidez pro-

ducida por la sustancia por ensayar no será mayor que la del control de referencia.

**SULFATOS.**- En un tubo se disuelve la cantidad de sustancia por ensayar especificada en la monografía respectiva, con 30 o 40 ml. de agua y si ya está en solución se le agrega el agua necesaria para obtener dichos volúmenes. Si es necesario se neutraliza la solución con ácido clorhídrico, usando como indicador papel tornasol.

En otro tubo se prepara la solución de control que sirve de comparación, con la cantidad de solución 0.02 N de ácido sulfúrico especificada en la monografía respectiva y se le agrega agua hasta 30 o 40 ml.

Se agregan 1 ml. de ácido clorhídrico diluido y 3 ml. de solución reactivo de cloruro de bario, a ambos tubos y en seguida agua hasta 50 ml. Se mezcla y se deja reposar durante 10 minutos. Se observan y se comparan. La turbidez por la sustancia por ensayar no será mayor que la del control de referencia.

**5.- METALES PESADOS.**- (Pb) Hay tres métodos para realizar esta prueba, el método I que se efectúa en las sustancias puras e incoloras y el método II que se emplea para sustancias coloreadas, aceites fijos y volátiles y aquellas sustancias que por su compleja composición interfieran en la precipitación de los metales pesados por el ión sulfuro; y el método III es el indicado cuando se considera conveniente el uso de una solución de sulfuro de sodio.

**METODO I.**- Solución A, en un tubo de Nessler de 50 ml. se agrega un volumen de solución tipo de plomo que contenga la cantidad de plomo correspondiente al límite de metales pesados especificados para la muestra por ensayar y se diluye con agua a 25 ml. Se agrega solución reactivo hidróxido de amonio hasta obtener un pH entre 3 y 4 usando papel indicador; se diluye con agua a 40 ml. y se mezcla. Solución B, en otro tubo de Nessler, como se describe en la monografía respectiva. Con solución reactivo de ácido acético diluido ó solución reactivo de hidróxido de amonio se ajusta el pH entre 3 y 4, usando un potenciómetro; se diluye con agua hasta 40 ml. y se mezcla.

A cada uno de los dos tubos que contienen las soluciones A y B se les agregan 10 ml. de solución reactivo de sulfuro de hidrógeno se mezcla con agitador de vidrio. Se deja reposar durante 5 minutos y se hace la comparación observando los dos tubos de arriba hacia abajo sobre el fondo blanco. El color de la solución B no es más obscuro que el de la solución A.

METODO II.- Solución A, se prepara como se indica en el método I, Solución B, se utiliza un gramo de la muestra por ensayar, pero si el límite de metales pesados es mayor de 30 ppm., se usarán 500 mg. En un crisol se coloca la muestra, se agrega suficiente ácido sulfúrico para humedecerla y con cuidado se incinera a baja temperatura, se le agregan 2 ml. de ácido nítrico, cinco gotas de ácido sulfúrico y se calienta cuidadosamente hasta desprendimientos de humos blancos; en seguida se incinera, en una mufla entre 500° y 600° hasta que el carbón se haya quemado. Se enfría, se agregan 4 ml. de ácido clorhídrico diluido 1:2, se pone en baño de vapor durante 15 minutos y se evapora hasta sequedad. El residuo se humedece con una gota de ácido clorhídrico, se le agregan 10 ml. de agua caliente y se digiere durante 2 minutos. Se le adiciona gota a gota solución reactivo de hidróxido de amonio hasta que la solución sea alcalina al papel tornasol, se diluye con agua a 25 ml. y con ácido acético diluido se ajusta el pH entre 3 y 4. Si es necesario se filtra, se lavan el crisol y el filtro con 10 ml. de agua, los filtrados y lavados reunidos se diluyen con agua hasta 40 ml. y se mezcla.

Procedimiento.- Se efectúa como se indica en el Método I, desde donde dice a cada uno de los dos tubos que contienen las soluciones A y B...

METODO II.- Se usa un gramo de la muestra por ensayar, disuelta en el menor volumen posible de agua, pero éste no será menor al volumen de la solución en un tubo comparador de color; en otro tubo similar se pone una porción de solución tipo de plomo (se disuelven 159.8 mg. de nitrato de plomo en 100 ml. de agua, a los cuales se le agrega un ml. de ácido nítrico y en seguida se diluye con agua hasta 1000 ml. Se toma una alícuota de 10 ml. de la solución anterior y se diluyen a 100 ml. con agua. Cada ml. de solución de plomo equivale a 0.01 mg. de plomo) que contenga la

cantidad de plomo correspondiente al límite de metales pesados especificados para la muestra por ensayar.

Si es necesario se diluye la solución tipo al mismo volúmen que el de la solución por ensayar. A cada uno de los dos tubos se les agregan 10 ml. de solución reactivo de sulfuro de sodio y se mezclan; el color del tubo con la solución por ensayar no es más obscuro que el que contiene la solución tipo.

6.- PERDIDAS POR SECADO.- La prueba se efectúa con uno o dos -- gramos de muestra de la substancia, previamente mezclada.

En un pesafiltro previamente a peso constante se coloca la muestra, se tapa y se pesa; se agita suavemente a uno y otro lado, distribuyendo el contenido tan uniformemente como sea posible hasta un espesor aproximado de 5 mm. o de 10 mm., en el caso de materiales voluminosos. El pesafiltro con la muestra se coloca en la estufa u horno de desecación, se quita la tapa y la muestra se deseca a la temperatura y durante el tiempo especificado en la monografía respectiva. En un desecador se coloca el pesafiltro con tapa y se deja hasta que adquiera la temperatura ambiente, antes de ser pesado. Si la sustancia ensayada funde a una temperatura inferior a la especificada para la determinación de pérdida al secado, el pesafiltro con su contenido se coloca, de una a tres horas, a una temperatura entre 5° y 10° abajo de su temperatura de fusión y en seguida se deseca a la temperatura que se especifica.

7.- CLARIDAD DE LAS SOLUCIONES.- Se coloca la cantidad de muestra indicada en la monografía respectiva, en una probeta de 10 ml., con tapón esmerilado. Utilizando el solvente que se especifica en la monografía o en el marbete del producto, se llena la probeta casi hasta la base del cuello, se agita suavemente para efectuar la solución y se observa, la solución. No es menos clara que un volúmen igual del mismo solvente contenido en una probeta similar y examinando en la misma forma.

8.- VISCOSIDAD.- Para determinar la viscosidad se usan varios métodos y diversos instrumentos como son: El viscosímetro de Ostwald el de ----

Engler, el de Ubbelohde y el de Brookfield.

El viscosímetro de Ostwald es un tubo en forma de U, una de cuyas ramas es de mayor diámetro que la otra y está ligeramente ensanchada cerca de la base. La rama estrecha esta provista en su parte interna de un tubo capilar cuyo extremo superior se ensancha formando un bulbo, cerca de cuyo extremo inferior hay una marca, así como en la parte superior del mismo.

La determinación se realiza depositando un volumen medido (V) del líquido muestra, a través de la rama ancha, hasta que su nivel en la rama estrecha llegue a unos 5 mm. por debajo de la señal interior, mediante una perilla se aspira el líquido muestra hasta que su nivel está por encima de la señal superior evitando la formación de burbujas. En seguida se separa la perilla y el líquido muestra se deja fluir libremente, en el momento en que atraviesa la señal superior se dispara un cronómetro que se detiene en el instante en que el líquido llega a la señal inferior obteniéndose así el tiempo de flujo (t).

El aparato se limpia, se seca y la determinación se repite utilizando un volumen igual de agua destilada realizándose a la misma temperatura a la que se verificó la determinación de viscosidad del líquido ensayado. Y para lograrlo las dos determinaciones se logra introduciendo el viscosímetro en un vaso de precipitado que contenga un volumen adecuado de agua destilada, que pueda mantenerse a la temperatura deseada mediante calentamiento. Así se obtiene el valor (t) correspondiente al agua destilada. La densidad (d) del mismo líquido se debe determinar a la misma temperatura a la que se verificó la prueba de viscosidad. Para calcular el valor de la viscosidad del líquido muestra, es necesario determinar la constante de viscosidad K del viscosímetro empleado de Ostwald, utilizando un aceite u otro líquido de viscosidad cinemática conocida.

#### PARA CALCULAR LA CONSTANTE K:

$$K = v/dt$$

En donde

- v Es la viscosidad conocida, en centipoises.
- d Es la densidad del mismo líquido a 20°C.
- t Es el tiempo en segundos, requerido por el líquido para fluir de la marca superior a la inferior.

$$V = K t$$

En donde	V	Es la viscosidad del líquido muestra.
	t	Es el tiempo que se tarda el líquido muestra en fluir de la marca superior a la inferior.
	k	Es la constante del viscosímetro empleado.

El viscosímetro de Brookfield usa ejes o discos especiales que se sumergen en el seno del líquido por ensayar, haciéndolos girar. Mide la viscosidad relacionándola con la resistencia a la rotación.

9.- SOLUBILIDAD.- Se utilizan cuatro matraces de 25 ml. de capacidad, se depositan en cada uno 15 ml. de disolvente especificado y una cantidad de la substancia por ensayar, mayor de la que se espera disolver en el disolvente. Se tapan los matraces, se calientan dos de ellos a 30°C y se colocan todos en un baño a una temperatura de 25°C  $\pm$  1°C agitándolos continuamente para lograr el equilibrio entre el soluto y el disolvente. Se toma una alícuota del líquido claro sobrenadante, se pasa a través de un filtro consistente de una porción de lana de vidrio; se determina el contenido del soluto en el líquido sobrenadante por gravimetría después de evaporar el disolvente y se calcula en gramos por mililitro.

10.- RESIDUO DE LA IGNICION.- En un crisol previamente a peso constante se depositan el equivalente a 2 gramos de la substancia, o la cantidad indicada en la monografía respectiva. Se incinera lentamente hasta que la substancia carbonice del todo, se enfría y a menos que se indique otra cosa, el residuo se humedece con 1 ml. de ácido sulfúrico, calentando suavemente hasta que no haya más desprendimiento de vapores blancos y se incinera a 800  $\pm$  25°C hasta que se consuma el carbón. En un desecador se enfría se pesa y se calcula el porcentaje del residuo. Si la cantidad del residuo así obtenido excede el límite especificado en la monografía respectiva, se incinera hasta peso constante y de nuevo se calcula el porcentaje de residuo, la ignición debe efectuarse en un lugar protegido de corrientes de aire.

11.- ROTACION OPTICA.- La rotación óptica se expresa en grados, ya sea como rotación angular (observada) o como rotación específica (calculada en referencia a la concentración especificada de un gramo de soluto en un ml. de solución y medidas bajo condiciones establecidas).

La rotación específica se expresa, generalmente, mediante el término  $[\alpha]_x^t$  en el que  $t$  es la temperatura en grados centígrados, a la que se efectúa la determinación y  $x$  representa la línea espectral característica o longitud de onda de luz empleada.

#### APARATO:

Se usa un polarímetro fotoeléctrico que pueda proporcionar una exactitud aproximada de  $\pm 0.2$  por ciento. Para obtener precisión y exactitud en la medición de la rotación óptica, el aparato debe estar ajustado a cero. La fuente de la luz adecuada debe ser regulada y alineada respecto al sistema óptico. El aparato deberá estar provisto de un sistema de filtros que permitan el paso de la luz monocromática. Es conveniente emplear un polarímetro en el que se pueda leer con precisión, una rotación angular variable hasta en 0.05 grados, o en algunos casos, hasta en 0.01 grados o menos.

Los tubos del polarímetro se llenan evitando la formación y desprendimientos de burbujas de aire, que interfieren el paso del rayo de luz, la interferencia es mínima cuando se emplean tubos con la boca hacia un lado. Con los que tienen la boca uniforme, como los micro y semimicro, se procede con cuidados al llenarlos.

#### PROCEDIMIENTO:

Cuando la substancia es un líquido, la temperatura se ajusta a 25°C., se pasa al tubo del polarímetro y se procede haciendo cuando menos, cinco lecturas de la rotación observada a 25°C. Se sustituye el tubo que contiene la solución de la muestra por el que contiene el disolvente y se efectúa con este, un número igual de lecturas. Para obtener la rotación observada corregida, el aparato se ajusta a cero, promediando las lecturas de la prueba en blanco y sustituyendo el promedio del respectivo, de las lecturas de rotación observada, se las dos cifras son del mismo signo, ó agregándolo si las cifras tienen signo opuesto.

La prueba en blanco se realiza empleando un tubo seco y perfectamente limpio.

Cuando la sustancia es un sólido se pesa una porción adecuada, se deposita en un matraz volumétrico con la ayuda de agua, o del disolvente especificado, reservando una porción adecuada del disolvente para la prueba en blanco.

Se agrega más disolvente hasta cerca de la línea de aforo y la temperatura del contenido del matraz se ajusta a 25°C, sumergiendo el matraz en un baño maría a temperatura constante. Se agrega disolvente hasta el aforo y se mezcla. La solución se pasa al tubo del polarímetro, dentro del término de 30 minutos a partir del momento de disolución total de la muestra.

CALCULO:

Se calcula la rotación específica de una sustancia líquida, o de una sólida en solución, por medio de las siguientes fórmulas:

$$\text{Para sustancias líquidas: } (\alpha)_x^t = \frac{a}{ld}$$

$$\text{Para sustancias sólidas: } (\alpha)_x^t = \frac{100 a}{l p d} = \frac{100 a}{l c}$$

a = Rotación observada corregida en grados.

t = Temperatura.

x = Longitud de onda.

l = Longitud del tubo del polarímetro en decímetros.

d = Densidad de la solución a la temperatura indicada.

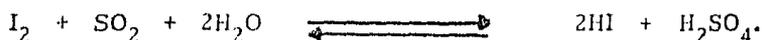
p = Concentración de la solución expresada en g/100 g. de solución.

c = Concentración de la solución expresada en g. de la sustancia por cada 100 ml. de la solución.

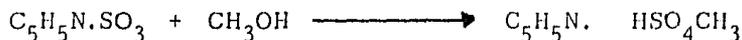
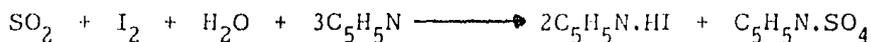
12.- DETERMINACION DE AGUA.- En los casos en que la substancia contiene agua de hidratación, se emplea el método de valoración yodométrica de Karl, Fischer, el de destilación con tolueno o el gravimétrico.

Método de valoración yodométrica de Karl Fischer:

Fundamento del Método: De acuerdo con el principio descubierto por Bunsen, el yodo reacciona con el dióxido de azufre en presencia del agua, de acuerdo con la siguiente reacción:



Lo anterior fue aprovechado por Karl Fischer para desarrollar un método que permite determinar con exactitud y rapidéz pequeñas cantidades de agua, utilizando metanol como disolvente del yodo y del dióxido de azufre, agregando el reactivo de piridina a fin de derivar a la derecha el equilibrio de la reacción (oxidación-reducción). Más tarde se comprobó que en la misma reacción toman parte la piridina y el metanol según las siguientes reacciones:



Después que toda el agua ha reaccionado, permanece yodo libre en la muestra, observándose un ligero cambio de color.

En soluciones incoloras el punto final de la titulación puede determinarse electrométrica o visualmente por el cambio de color amarillo canario a color ambar, en soluciones coloridas el punto final es oscurecido y siendo recomendable la determinación electrométrica. Para ello se requiere de un microamperímetro incorporado a un simple círculo eléctrico, el cual sirve de paso a 5 o 10 microamperes de corriente directa, entre un par de electrodos de platino sumergidos en la solución por titular, en el punto final de la titulación, un ligero exceso de reactivo aumenta el flujo de corriente, entre 50 a 150 microamperes durante 30 segundos o más dependiendo de la solución por titular.

APARATO.- Debe usarse un aparato adecuado para la exclusión de la humedad atmosférica y para la determinación del punto final. Hay en el mercado aparatos compuestos de una o dos buretas automáticas y un vaso de titulación con tapón hermético provisto de los electrodos necesarios y agitador magnético. El aire del sistema se mantiene seco con silicagel como desecante.

Preparación del reactivo de Karl Fisher.- A una solución que contenga 60 ml. de metanol y 170 ml. piridina, se agregan 125 g. de yodo y se enfría. En una probeta graduada de 250 ml. se depositan 100 ml. de piridina manteniéndola fría en un baño de hielo, se pasa dióxido de azufre seco hasta que el volumen llegue a 200 ml., lentamente y agitando se agrega esta solución a la mezcla del yodo enfriada. Se agita bien para disolver el yodo, se pasa la solución al frasco del aparato y se deja en reposo durante la noche anterior a la valoración.

Un ml. de esta solución recientemente preparada equivale aproximadamente a 5 mg. de agua, pero se descompone gradualmente por tanto debe valorarse una hora antes de usarla o diariamente si está en uso continuo, se protege de la luz mientras está en uso; el resto del reactivo preparado se guarda en el recipiente color ambar con tapón de vidrio protegido de la luz y bajo refrigeración. También se encuentra en el mercado una solución estabilizada del reactivo de Karl Fisher.

Titulo del Reactivo.- En el caso de titulación se depositan aproximadamente 36 ml. de metanol y suficiente reactivo de Karl Fisher para dar el característico punto final. Rápidamente se agregan 150 a 350 mg. de tartrato de sodio ( $C_4H_4Na_2O_6 \cdot 2H_2O$ ) pesado por diferencia y se titula hasta el punto final. El factor equivalente de agua F, en mg. de agua por ml. de reactivo se obtiene por medio de la siguiente fórmula:

$$F = \frac{0.1566 W}{V}$$

Donde:

W = Es el peso en mg. del tartrato de sodio.

V = Es el volumen en ml. del reactivo empleado.

PROCEDIMIENTO.- En un vaso de titulación se depositan aproximadamente 25 ml. de metanol y se titula hasta el punto final con el reactivo de Karl - Fisher, desechando el volumen consumido, ya que este no entra dentro del cálculo. Se pesa o se mide una porción de la muestra, que contenga de preferencia de 10 a 50 mg. de agua y rápidamente se pasa al vaso de titulación, se agita vigorosamente y se titula con el reactivo de Karl Fisher.

El contenido de agua de la muestra, en mg. es el producto S F, en el cual S es el volumen del reactivo usado para titular la muestra y F es el factor equivalente de agua definido anteriormente.

Método Gravimétrico.- Se procede como se indica en Pérdida al Secado.

13.- POLVOS Y TAMICES.- Para la clasificación y determinación de la finura de los polvos según el grado de pulverización se usan tamices oficiales fabricados con telas de alambre tejidas, no soldadas, con hilos de latón, bronce de acero inoxidable, provistos de placas en que se indican el número de tamiz, las aberturas de las mallas y que tienen generalmente un diámetro de 20 cm. y una profundidad de 5 cm.

Tabla con el número comercial del tamiz y abertura de la luz entre los hilos.

<u>LETRA GUIA</u>	<u>TAMIZ No.</u>	<u>ABERTURAS</u>	
		<u>MM</u>	<u>MICRAS</u>
	2	9,5200	9,520
	4	4,760	4,760
A	8	2,380	2,380
A	10	2,000	2,000
B	20	0.840	840
B	30	0,890	890
C	40	0.420	420
C'	50	0,297	297
D	60	0.250	250
D'	70	0.210	210
E	80	0.177	177
E'	100	0.149	149
F	120	0.125	125
G	200	0.074	74

Método para la determinación de la uniformidad del grado de finura.-

Se aplica para polvos de drogas y sustancias químicas, empleando los tamices tipo indicados, que satisfagan los requisitos señalados y evitando la agitación prolongada que podría aumentar la finura del polvo durante la prueba.

Clasificación del polvo	Drogas vegetales y animales		Sustancias químicas	
	Partículas que pasan a través del		Partículas que pasan a través del	
	Tamiz %	Tamiz %	Tamiz %	Tamiz %
Muy grueso	A 100	D no + del 20	B 100	C no + del 60
Grueso	B 100	D no + del 40	C 100	D no + del 60
Semigrueso	C 100	E no + del 40	E 100	
Fino	D 100	E no + del 40	F 100	
Muy fino	E 100			

Para polvos muy gruesos, y semigruesos. Se pesan de 25 a 100 g. del polvo y se ponen en el tamiz apropiado, previamente colocado en el recipiente de polvos y se coloca su tapa. Se agita el tamiz en forma rotatoria en dirección horizontal y en dirección vertical se golpea suavemente sobre una superficie dura, por lo menos durante 20 minutos o hasta que el tamizado sea completo. Se pesa la cantidad remanente en el tamiz, la que paso a través de él y se calculan los porcentajes.

PARA POLVOS FINOS Y MUY FINOS.- Se procede como en la determinación de los polvos gruesos, excepto que la cantidad de muestra no deberá exceder 25 g. y el tiempo de agitación no será menor de 30 minutos o hasta que el tamizado sea completo.

Cuando se trate de tamizar polvos oleosos o que tapan las mallas del tamiz, se deberá limpiar cuidadosamente la malla, con brocha e intervalos adecuados du

rante la prueba.

Se puede determinar también la finura de los polvos, utilizando un agitador mecánico que reproduzca los movimientos manuales, con la ventaja de su uniformidad y tamizandolos a través de los tamices tipo correspondientes.

14.- TEMPERATURA DE FUSION.- La temperatura de fusión es aquella a la cual una substancia sólida se resblandece y funde completamente.

APARATO.- Consiste en un recipiente de vidrio que contiene un líquido transparente que se utiliza como baño maría, un agitador, un termómetro preciso y una fuente de calor graduada. El líquido del baño se selecciona de acuerdo con la temperatura requerida. Generalmente se emplea petrolato líquido ligero y ciertas mezclas de silicones que son adecuadas para las temperaturas altas. El volumen del líquido en el recipiente debe ser suficiente para sumergir el termómetro de modo que el bulbo quede aproximadamente a 2 cm. del fondo del baño. El calor puede ser proporcionado por un mechero o electrónicamente. Los tubos capilares que se utilizan son aproximadamente de 10 cm. de largo, 0.8 a 1.2 mm. de diámetro interno y con paredes de 0.2 a 0.3 mm. de grueso.

PROCEDIMIENTO.- La muestra se pulveriza finamente y si contiene agua de hidratación se deshidrata a la temperatura especificada en la monografía. Si no contiene agua de hidratación se deseca en un desecador adecuado, por lo menos durante 16 horas.

Un tubo capilar de vidrio, cerrado por uno de sus extremos se llena con suficiente muestra pulverizada, desecada hasta formar en el fondo del tubo una columna de 2.5 a 3.5 mm. de altura, que se empaca uniformemente, golpeando el tubo con moderación sobre una superficie sólida. El baño se calienta hasta una temperatura aproximada a 30°C abajo de la temperatura de fusión estimada. El termómetro se retira y rápidamente se le adhiere el tubo capilar, impregnando ambos con una gota de líquido del baño, ajustandolos de tal manera que la altura de la substancia contenida en el capilar, quede al nivel del bulbo de termómetro. El termómetro se retira y se continúa calentando, con agitación constante, hasta que el ascenso de temperatura sea de 3° por minuto.

Cuando la temperatura ha ascendido hasta cerca de 3° abajo del límite inferior de la temperatura de fusión estimada, el calentamiento se reduce hasta que la temperatura se eleve entre 1° y 2° por minuto, continuándolo hasta que la fusión sea completa. La temperatura a la cual la muestra se funde, en cualquier parte de la columna empacada en el tubo capilar, es el principio de la fusión. Se define como el fin de la fusión la temperatura a la cual la muestra funde completamente. Ambas temperaturas deben quedar dentro de los límites para la fusión.

15.- ARSENICO.- Es un método colorimétrico, basado en la formación de Arsina, que se emplea para investigar el contenido de arsénico en una -- substancia.

APARATO.- Consta de un recipiente de reacción de boca ancha, de fondo plano y de 125 ml. de capacidad, aproximadamente, provisto de un tapón de hule con una perforación, donde se inserta un tubo de vidrio de unos 8 cm. de largo y 1 cm. de diámetro, ensanchado en su parte superior, en forma de ampolla, donde se coloca una torunda de algodón, de manera que ocupe -- cerca de 5 cm. de diámetro y atraviesa el tapón de hule rebasándolo ligeramente. El algodón se humedece uniformemente con solución reactivo de acetato de plomo, secando con cuidado las gotas del reactivo que pudieran haber quedado adheridas a la pared del tubo. En el extremo libre de la parte ensanchada -- del tubo se conecta otro tubo de vidrio de 12 cm. de largo y de 2.5 a 3 mm. de diámetro interior. Inmediatamente antes de iniciar la prueba, en el interior del tubo se coloca una tira de papel indicador de bromuro mercuríco, fijándola con una pinza para mantenerla a 2 cm. de altura de la unión de los dos tubos.

Solución tipo de Arsénico.- En un matríz volumétrico de 1 litro, se diluyen 132 mg. de trióxido de arsénico, previamente pulverizado y desecado sobre ácido sulfúrico en aproximadamente 5 ml. de solución 1:5 de hidróxido de sodio. La solución se neutraliza con ácido sulfúrico diluído, se agrega un exceso de -- 10 ml. de la solución del ácido, se diluye con agua, recientemente hervida y en friada, hasta el azul y se mezcla. De esta solución se toma una alícuota de -- 10 ml. y se depositan en un segundo matríz volumétrico de 1000 ml. Se agregan 10 ml. de ácido sulfúrico diluído, se diluye con agua recientemente hervida

y enriada, hasta el aforo y se mezclan. Cada ml. de esta solución tipo, -- contiene 1 mcg. de arsénico.

Preparación por valorar.- En el recipiente de reacción del aparato se coloca la solución o suspensión preparada como se indica en la monografía correspondiente y, si es necesario, se agrega agua hasta un volúmen de - 3.5 ml.

Preparación de la muestra.- Se pesa 1 g. de muestra por ensayar y se agregan 5 ml. de ácido sulfúrico y algunas perlas de vidrio y se calienta -- suavemente, en una parrilla cubierta dentro de una campana para desprendimiento de gases, hasta que la carbonización se inicia. Terminada la reacción se agrega gota a gota y con precaución, peróxido de hidrógeno al 30% esperando que la reacción debida a cada adición cese antes de efectuar la siguiente. Se calienta y se mezcla con cuidado para evitar cualquier reacción violenta, el calentamiento se suspende en caso de que la formación de espuma sea excesiva. Las condiciones de oxidación se mantienen durante la digestión, agregando pequeñas porciones de peróxido de hidrógeno al 30 -- por ciento, cada vez que la mezcla tome color café o pardo, la digestión se continúa hasta que la substancia ha sido totalmente destruida, lo que se conoce por el desprendimiento abundante de humos de trióxido de azufre y -- por la decoloración total de la solución, se enfría y con precaución se agregan lentamente 10 ml. de agua. Se calienta hasta que aparezcan nuevamente humos de trióxido de azufre y se enfría, se agregan lentamente 10 ml. de a gua, se mezclan, se lavan las paredes del recipiente con algunos ml. de a gua y el volúmen se ajusta a 35 ml.

#### PROCEDIMIENTO:

A la preparación por valorar se agregan 20 ml. de ácido sulfúrico diluido 1:5, 2 ml. de solución reactivo de yoduro de potasio y 0.5 ml. de solución reactivo acidificada, de cloruro estannoso. Se mezclan y se deja reposar durante 35 minutos. Transcurrido el tiempo de reposo se agrega al contenido del recipiente de reacción del aparato, 3 g. de polvo de zinc, colocándole el tapón, lo más rápido posible. El recipiente de reacción se mantiene - en B. M. a  $37 \pm 3^{\circ}$  de temperatura, agitándolo suavemente cada 10 ml. Se puede, agregar una pequeña cantidad de alcohol isopropílico para facilitar -

la uniformidad en la velocidad del desprendimiento de gas. Transcurridos 30 minutos, la tira de papel se retira del tubo y la mancha de arsina depositada en la misma se compara con la producida en la tira de papel correspondiente a la solución tipo de control, que contiene la cantidad de arsénico permitida y las mismas cantidades de los mismos reactivos, tratados de la misma manera que la muestra.

#### 17.- COMBUSTION CON OXIGENO EN MATRAZ.

APARATO.- Consiste en un matr az erlen meyer c nico para yodo, de paredes gruesas, de 500 ml., deber  estar provisto de un tap n de vidrio ajustado, al cual se le ha introducido por fusi n, el extremo de un alambre de platino y por el otro extremo lleva soldada una malla de platino de forma adecuada para contener la muestra por ensayar.

Preparaci n de la muestra.- Si la substancia es s lida, se le pesa en un papel filtro libre de haluros, de 4 cm. por lado, se dobla para formar un peque o paquete, se le inserta el extremo de una tira de papel filtro y se asegura la muestra a la malla de platino.

Cuando la substancia es un l quido, se pesa la cantidad especificada en una c psula a peso constante de metilcelulosa. Se le inserta el extremo de una tira de papel filtro y se asegura la muestra a la malla de platino.

#### PROCEDIMIENTO:

Se humedece el cuello del matr az con agua, se deposita el l quido absorbente especificado, se elimina el aire mediante una corriente r pida y abundante de ox geno y se agita el l quido para oxigenarlo. Se enciende el extremo libre de la tira de papel filtro de una manera adecuada e inmediatamente se queta el tap n con firmeza. Cuando comienza a arder vigorosamente, el matr az se inclina un poco para evitar que caiga material incompletamente quemado dentro del l quido. Cuando la combusti n ha concluido se agita vigorosamente el matr az y se deja reposar durante no menos de 10 minutos, agit ndole ocasionalmente. A continuaci n se procede como se indica en la monograf a respectiva.

## 15. PRUEBAS MICROBIOLÓGICAS:

Son pruebas por medio de las que se estima el número de microorganismos aerobios presentes en especialidades fármacéuticas de todas clases.

Prueba preparatoria.- Consiste en inocular algunas de las muestras que se van a ensayar con cultivos adecuados de Staphilococcus y Pseudomonas, Salmonella y Escherichia Coli, con el fin de determinar si existe o no la posibilidad de desarrollo de dichos microorganismos.

Para las muestras que son suficientemente solubles se emplea el método de placa, o bien el de tubo múltiple. En cualquiera de estos se utilizan 10 g. si la muestra es sólida, o 10 ml. si es líquida, que se disuelven o se suspenden en una solución amortiguadora de fosfato de potasio monobásico, de pH 7.2 hasta 100 ml.

### Método de Placa:

Se hace una dilución posterior, si es necesario, de tal manera que 1 ml. fluido contenga entre 30 y 300 colonias. Se mide 1 ml. de la dilución final y se deposita en cada una de dos cajas de Petri estériles. Rápidamente se agregan a cada una entre 15 y 20 ml. de medio de Agar- digerido de Caseína- Soya, que ha sido previamente fundido y enfriado aproximadamente a 45°. Las cajas se tapan y la muestra se mezcla con el agar, inclinándolas o moviéndolas circularmente sobre una superficie plana. El contenido de cada una se deja solidificar a la temperatura ambiente, se invierten y se incuban durante 48 a 72 horas, observando en seguida el desarrollo que hubiere. El número de colonias se cuenta en las dos cajas y se promedia.

### Método de tubo Múltiple:

En cada uno de 14 tubos de ensayo de 20 x 150 mm, se ponen 9 ml. del medio fluido de Caseína - Soya, esterilizado. Se toman 12 de ellos y se forman cuatro series de tres tubos cada una. Se toma una alicuota de 1 ml. de la solución o de la suspensión de la muestra, se deposita dentro

dentro de cada uno de los tres tubos de la primera serie, que se marca "100" y además en un cuarto tubo marcado "A" (que es el décimo tercer tubo, no incluido en la serie de 12), y se mezcla. Del tubo "A" se toma un ml. y se deposita dentro de otro tubo marcado "B" (que es el décimo cuarto tubo, no incluido en la serie 12) y se mezcla.

El contenido total del tubo "A" es de 100 mg. (0.1 ml.) y el tubo "B" es de 10 mg. (0.01 ml.) de la muestra.

En cada uno de los tres tubos de la segunda serie, marcada "10", se pasa una alícuota de 1 ml. del contenido total del tubo "A" y en cada tubo de la tercera serie marcada "1", se pone, en la misma forma, 1 ml. del contenido del tubo "B". Los contenidos no utilizados de los tubos "A" y "B" se desechan.

La cuarta serie de tres tubos, que únicamente contienen los 9 mls. del medio citado, no se siembran pues se utiliza como serie de control de comparación.

Todos los tubos se tapan y se incuban a 20-25°C durante un período de 5 a 7 días para el desarrollo de hongos o a 35°-37° durante 48 a 72 horas para el cultivo de bacterias, observando subsecuentemente el desarrollo que hubiera: Los tres tubos de control permanecen claros y en las tres series que contienen las diluciones de la muestra se observa que el número de microorganismos, por gramo o por mililitro de la muestra, corresponde a las especificaciones.

## CUENTA TOTAL MICROBIANA

### 1.- Método para materiales solubles en agua.

Preparación de la muestra:

a) Pesar 10 g. o tomar una alícuota de 10 ml. de muestra y colocarlos en un recipiente que contenga aproximadamente 90 ml. de medio de cultivo de "Buffer de Fosfatos."

b) Colocar el recipiente en un agitador mecánico y agite a baja velocidad a -

temperatura ambiente hasta disolución completa de la muestra.

#### FILTRACION:

Usar vacío y arrastrar 5 alicuotas de 10 ml. a través de una membrana estéril de 0.45 micrómetros. Todas las muestras son filtradas usando el mismo matraz y embudo, pero cambiando las membranas entre cada filtración.

Lavar cada membrana 3 veces con aproximadamente 100 ml. de medio de cultivo de solución al 0.1% de Peptona.

#### PRUEBAS ESPECIFICAS:

##### 1.- Cuenta Total Aeróbica:

- a) Colocar 2 membranas sobre medio de cultivo de Agar Pepticasa Soya y cubrir los filtros con aproximadamente 10 ml. de medio de cultivo fundido de Agar Pepticasa Soya.
- b) Incubar una caja petry por un mínimo de 40 horas a 30 - 35°C y la otra por un mínimo de 48 horas a 20-25°C.
- c) Examinar el crecimiento en las cajas y contar las colonias. Calcular los resultados en términos de colonias por gramo ó por ml. de muestra.

##### II.- Estafilococcus aureus:

- a) Colocar un filtro sobre medio de cultivo de Agar Estafilococcus # 110 e incubar por un mínimo de 48 horas a 30-35°C.
- b) Examinar el crecimiento en la caja petry y la tinción de Gram para observar las colonias representativas.
- c) Realizar la prueba de coagulasa para cocos Gram (+).

III.- Pseudomona Aeruginosas:

- a) Colocar un filtro sobre medio de cultivo Agar Pseudosel e incubar por un -  
mínimo de 48 horas a 30-35°C.
- b) Examinar el crecimiento en las placas y las colonias representativas en la  
tinción de Gram.
- c) Realizar la prueba de oxidasa para cocos Gram (-).

IV.- Escherichia Coli y Especies de Salmonela:

- a) Colocar un filtro sobre medio de cultivo de Agar Mac Conkey e incubar -  
por un mínimo de 48 horas a 30-35°C.
- b) Examinar el crecimiento en las placas y las colonias representativas en tin-  
ción de Gram. (Barras Gram negativas).

Método para materiales Miscibles en Agua.

I.- PRUEBA PARA CUENTA TOTAL AEROBICA:

- a) Pesar 10 g. de muestra en un matráz que contenga aproximadamente 90 ml.  
de medio de cultivo de "Buffer de Fosfatos".
- b) Colocar en un agitador mecánico a baja velocidad por aproximadamente 15  
minutos a temperatura ambiente.
- c) Pipetear 1 ml. de muestra en cada una de 4 cajas Petri y después adicio-  
nar de 15 a 20 ml. de medio de cultivo fundido de Agar Pepticasa Soya y en-  
friado a aproximadamente 45°C.

- d) Mezclar por rotación suave la placa, permitiendo que el agar endurezca a temperatura ambiente.
- e) Incubar 2 placas por un mínimo de 48 horas a 30 - 35°C., y 2 placas - por un mínimo de 48 horas a 20 - 25°C.
- f) Examinar el crecimiento en las placas y contar las colonias, calcular los resultados en términos de colonias por gramo de muestra.

## II.- ESTAFILOCOCCUS AUREUS Y PSEUDOMONAS AERUGINOSA.

- a) Pesar 10 g. de muestra en un matríz conteniendo aproximadamente 90ml. de medio Tripticasa Soya Agar.
- b) Agitar y mezclar y después incubar por 16 a 24 horas a 30 - 35°C.
- c) La prueba para Estafilococcus Aureus es por rayado sobre medio de Agar Estafilococcus # 110.

1.- Incubar por un mínimo de 48 horas a 30 - 35°C.

2.- Examinar el crecimiento de la placa y las colonias representativas por tinción de Gram.

3.- Para cocos gram positivos preparar la prueba de coagulasa.

d) La prueba para Pseudomona Aeuroginosa se realiza por rayado sobre medio Agar Pseudosal.

1.- Incubar por un mínimo de 48 horas a 30 - 35°C.

2.- Examinar el desarrollo del crecimiento en la placa y las colonias representativas en tinción de Gram.

3.- Preparar la prueba de oxidasa en caso de barras gram negativas.

4.- Si es positiva la oxidasa inocular en tubo oxiferm.

### III.- PRUEBA PARA ESCHERICHIA COLI.

- a) Pesar 10 g. de muestra en un recipiente que contenga aproximadamente 90 ml. de medio de cultivo de caldo lactosado.
- b) Agitar e incubar por un intervalo de 16 a 24 horas a 30 - 35°C.
- c) Transferir una asada de caldo al medio de cultivo de Agar Mac Con Key.
- d) Incubar por un mínimo de 48 horas a 30 - 35°C.
- e) Examinar el desarrollo del crecimiento en la placa y las colonias representativas en tinción, de Gram.
- f) Si son barras gram negativas inocular en interotubos.

### IV.- Pruebas para Especies de Salmonela.

- a) Pesar 5 g. de muestra en un matr az el cual contiene 100 ml. de medio de cultivo de caldo de tetracionato, el medio de caldo tetracionato es completado para su uso por adici n de 2 ml. de soluci n de yodo.
- b) Pesar 5 g. de la muestra en un matr az conteniendo 10 ml. de medio de cultivo de caldo de Cistina Selenite.
- c) Agite manualmente e incube durante 16 a 24 horas a 30 - 35°C.
- d) Transferir una asada de cada caldo en placas individuales con medio de cultivo de Agar verde brillante, medio de cultivo de Agar Sulfato de Bismuto y medio de cultivo Agar Salmonela-Shigela.
- e) Incubar por un m nimo de 48 horas a 30 - 35°C.
- f) Examinar el crecimiento de las placas y las colonias representativas en tinci n Gram.

g) Si resultan barras gram negativas, inocular en exterior tubo II.

V.- Registre los resultados en la hoja de registro.

VI.- Si es requerida una sobre prueba, repetir de la porción apropiada la prueba por triplicado.

#### METODO PARA CREMAS.

1.- Preparación de la muestra.

a) Pesar 10 g. de la muestra en un recipiente que tenga aproximadamente 90 ml. de medio de cultivo de caldo Tioglicolato Agar Tripticaseína. Las muestras deben ser representativas de todo el volúmen de la muestra para ser sometidas a prueba.

b) Agitar el matrás con la muestra aproximadamente 15 minutos a  $40 \pm 1^\circ\text{C}$ . para dispersar el producto.

c) Pruebas específicas.

I.- CUENTA AEROBICA TOTAL.

1.- Pipetear una alicuota de 1 ml. de cada una de las cuatro cajas Petri y adicionar de 15 a 20 ml. de medio de cultivo fundido de Agar Pepticasa Soya (enfriar a  $45^\circ\text{C}$  aproximadamente).

2.- Incubar las cajas por un período de 16 a 24 horas a  $30 - 35^\circ\text{C}$ .

3.- Inclinar y rotar las placas lentamente y permita que el Agar solidifique a temperatura ambiente.

4.- Incubar dos placas por un mínimo de 48 horas a  $30 - 35^\circ\text{C}$ ., y dos placas por un mínimo de 48 horas a la temperatura de  $20 - 25^\circ\text{C}$ .

5.- Examinar las placas y contar las colonias, calcular los resultados en té

minos de colonias por gramo de muestra probada.

## II.- PRUEBA PARA ESTAFILOCOCCUS AUREUS, PSEUDOMONAS AERUGINOSA, ESCHERICHIA COLI Y ESPECIES DE SALMONELA.

- 1.- Transferir una asada del caldo en placas individuales con medio de cultivo de Agar Estafilococos # 110, medio de cultivo Agar Pseudosel y con medio de cultivo de Agar Mac Con Key.
- 2.- Incubar por un mínimo de 48 horas a 30 - 35°C.
- 3.- Examinar el crecimiento de las placas y las colonias representativas por tinción de Gram.
  - a) En Agar Estafilococos # 100: Serán cocos Gram positivos y se preparará la prueba de coagulasa.
  - b) En Agar Pseudosel: Serán barras Gram negativos y preparar la prueba de oxidasa.
  - c) En Agar Mac Con Key: Serán barras Gram negativos e inocular en Entenotubo II.
- 4.- Registrar resultados.
- 5.- Si se requiere repetir el ensayo realizarlo de la porción apropiada y hacerlo por triplicado.

### Pruebas para Soluciones:

- 1.- Tomar alicuotas iguales de 10 recipientes y mezclarlos en un matríz de - 250 ml. estéril.
- 2.- Filtrar.

Drenar cinco alicuotas de diez mililitros usando vacio a través de membra

nas individuales estériles de 0.45 micrometros. Todas las alicuotas pueden ser filtradas con el mismo matr z y cambiando los filtros entre cada filtra - cion.

Enjuagar cada filtro tres veces con aproximadamente 100 ml. de solu - cion de medio de cultivo de peptona al 0.1%.

Pruebas espec ficas.

### 1.- Cuenta Aer bica Total.

Colocar dos filtros sobre el medio de cultivo de Agar Pepticasa Soya - en dos cajas Petri.

Incubar una placa por un m nimo de 48 horas a 20 - 25°C.

Examinar el crecimiento de las placas y contar las colonias calculando - los resultados en t rminos de colonias por mililitro de muestra probada.

Las pruebas espec ficas se realizan de la misma manera que en los ensa - yos anteriores.

### CALCULOS PARA RESULTADOS DE CUENTA AEROBICA TOTAL.

1.- El resultado final se calcula promediando los valores obtenidos de cada - placa sometida a la prueba.

2.- Para las pruebas en donde fueron sometidas las placas a dos temperatu - ras diferentes ( 30 - 35°C y 20 - 25°C.) rep rtese como resultado final el - mayor valor obtenido.

3.- F rmulas para calcular los resultados finales.

$$\text{Colonias / ml. o gramo} = \frac{\text{Factor de diluci n}}{\text{Volumen de la muestra}} \quad \times \quad \text{No. de Colonias.}$$

### TINCION DE GRAM.

- 1.- Realizar un frotis con una porción de la colonia a probar sobre un portaobjetos limpio.
- 2.- Calentar el portaobjetos para fijar el frotis (ligeramente).
- 3.- Adicionar unas gotas de cristal violeta al frotis y dejar reposando por un minuto.
- 4.- Después lavar con agua destilada.
- 5.- Adicionar unas gotas al frotis de Iodo y dejar reposando un minuto.
- 6.- Enjuagar el frotis con agua destilada.
- 7.- Adicionar unas gotas hasta decoloración parcial.
- 8.- Enjuagar con agua destilada.
- 9.- Adicionar hasta impregnar el frotis con una solución de Safranina y dejar reposando de 15 a 20 segundos.
- 10.- Permitir secar el frotis.
- 11.- Examinar el frotis al microscopio bajo aceite de inmersión. Los organismos Gram positivos retienen el cristal violeta y presentan coloración púrpura o azul oscuro. Los organismos Gram negativos son decolorados y presentan coloración rosa por retener la safranina.

### PRUEBA DE COAGULASA.

- 1.- Incubar aproximadamente 5 ml. de medio de cultivo de Soybean-Casiene con una porción de la colonia sospechosa.
- 2.- De la misma manera incubar un control positivo con cultivo conocido de -

Estafilococos Aureaus y un control negativo con un cultivo conocido de Estafilococos Epidermis.

3.- Incube por un período de 18 a 24 horas a 30 - 35°C.

4.- Pipetee 0.3 ml. de el cultivo apropiado e identifique correctamente en tubos con plasma coagulosa fresca.

5.- Agite lentamente y mezcle e incube los tubos a 37°C + 1° en baño de agua.

6.- Revise los tubos frecuentemente. Cualquier forma de coagulación dentro de un período de 6 horas indica una reacción positiva.

7.- Para que la prueba sea válida deberá presentar coagulación en el control-positivo (Estafilococos Aureno) y no en el control negativo (Estafilococos Espidermis).

8.- Una prueba de coagulasa positiva constituye una prueba positiva para Estafilococos aureus. (Ref. 7).

### IRRITABILIDAD

La prueba de irritabilidad se lleva a cabo en conejos, usando dos conejos por lote de la siguiente manera:

Aplicar 2 gotas de la solución de prueba en el ojo izquierdo del conejo jalando el párpado inferior, permitiendo que la solución se absorba, abriendo y cerrando el párpado, sin que se mueva el conejo.

El registro de los resultados se realiza al observar y comparar el ojo izquierdo con el ojo derecho del conejo que se usa como referencia a las 4, 24 y 48 horas después de la aplicación.

Si se observa enrojecimiento, conjuntivitis u otra anomalía en relación al ojo de referencia la prueba resulta positiva.

A) CONTROL DE CALIDAD PARA MATERIAS PRIMAS  
QUE SE UTILIZAN GENERALMENTE EN LA ELABORACION  
DE TINTES O DECOLORANTES PARA EL CABELLO.

ESPECIFICACIONES Y METODOS DE PRUEBA.

AGUA DESTILADA

1.- Color	Incoloro
2.- Olor	Inodoro
3.- Sabor	Insípido
4.- pH	5.0 - 7.0
5.- Metales pesados	Conforme
6.- Sólidos totales	Máximo 10 p.p.m.
7.- Cloruros	Conforme
8.- Sulfatos	Conforme
9.- Amoníaco	Máximo 0.3 p.p.m.
10.- Calcio	Conforme
11.- Bióxido de Carbono	Conforme
12.- Pureza Bacteriológica	Conforme
13.- Sustancias oxidables	Conforme

1.- Color.- Determinado por observación mediante la vista.

2.- pH.- Determinado potenciométricamente en una solución que se prepara agregando 0.30 ml. de solución saturada de cloruro de potasio de 100 ml. de agua destilada.

3.- Metales pesados.- En un tubo de comparación se depositan 40 ml. de agua destilada muestra, se le agrega suficiente ácido acético diluido para ajustar el pH entre 3 y 4, después agregar 10 ml. de solución reactivo (S.R) de ácido sulfúrico, recientemente preparado, se deja reposar durante diez minutos. El color del líquido observado de arriba a abajo, sobre una superficie blanca, no es mas oscuro que el color de una mezcla de 50 ml. de la misma agua destilada y la misma cantidad de ácido acético diluido que se agregó al primer tubo, contenido en un tubo de comparación igual.

4.- Substancias oxidables.- A 100 ml. de la muestra se agregan 10 ml. de ácido sulfúrico diluido, se calienta hasta ebullición se agregan 0.1 N de permanganato de potasio y se hierve durante diez minutos: el color rosa no desaparece por completo.

5.- Sólidos totales.- En baño maría, se evaporan hasta sequedad 100 ml. de agua destilada depositándolos en una cápsula a peso constante. El resi-duo se deseca a 105°C durante una hora: el peso es, cuando más, de 1 mg.

6.- Cloruros.- A 100 ml. de la muestra se agregan cinco gotas de ácido nitrico y un ml. de solución reactivo de nitrato de plata: No se produce opulencia.

7.- Sulfatos.- A 100 ml. de la muestra se agregan un ml. de solución reactivo de cloruro de bario. No se produce turbides.

8.- Amoníaco.- A 100 ml. de la muestra se agregan 2 ml. de solución reactivo de Nessler, cualquier coloración amarilla producida inmediatamente no debe ser más intensa que la de una solución de agua libre de amoníaco a la que se han agregado 30 mg. de amoníaco.

9.- Calcio.- A 100 ml. de la muestra se agregan 2 ml. de solución reactivo de oxalato de amonio, no se produce turbides.

10.- Mezcla de Carbono.- A 25 ml. de la muestra se agregan 25 ml. de solución reactivo de hidróxido de calcio: La mezcla debe permanecer clara.

11.- Pureza Bacteriológica.- Debe satisfacer las especificaciones de pureza bacteriológica señaladas en el reglamento Sanitario sobre Agua Potable, de la Secretaría de Salud.

## 2. PEROXIDO DE HIDROGENO.

PRUEBA	ESPECIFICACION
1.- Apariencia	Líquido claro
2.- Color	Incoloro
3.- Olor	Inodoro
4.- Densidad	1.01
5.- Acidéz	Máximo 2.5 ml. de NaOH 0.1N
6.- Residuo no volátil	Máximo 30 mg.
7.- Bario	Conforme
8.- Metales pesados	Máximo 5 p.p.m.
9.- Conservadores	Máximo 500 p.p.m.
10.- Valoración	2.5 - 3.5 g. de H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>

### PROCEDIMIENTO:

Apariencia	-	Observación visual.
Color	-	Exámen visual.
Densidad	-	Determinada mediante el procedimiento - descrito anteriormente.
Acidéz	-	A 25 ml. de la muestra se agrega solu- ción indicadora de fenoftaleína y se titu- la con una solución 0.1 N de hidróxido de sodio. Se necesitan cuando más, 2.5 ml. para neutralizar.

Residuo volátil.- En baño de vapor se evaporan hasta sequedad 20 ml. de la muestra previamente agitada y el residuo se deseca a 105°C. durante una hora: pesa cuando más 30 mg.

Bario.- A 10 ml. de la muestra se agregan dos gotas de ácido sulfúrico di- luído no se produce turbidez ni precipitado, dentro del término de diez minu- tos.

Metales pesados.- Se diluyen 5 ml. de la muestra, previamente agitada, con 20 ml. de agua; se agregan 2 ml. de solución reactivo de amoníaco y la solu-

Límite de Conservadores.- En un embudo de separación se extraen 100 ml. de la muestra previamente homogenizada, con tres porciones sucesivas de - 50 ml., a 25 ml., de una mezcla preparada con tres volúmenes de cloroformo y dos volúmenes de éter. En una cápsula de evaporación a peso constante se reúnen los extractos y se evaporan hasta sequedad a la temperatura ambiente. El residuo se deseca sobre silicagel durante dos horas; pesa cuando más 50 mg. (500 p.p.m.).

Valoración.- En un matríz que contenga 20 ml. de agua se depositan 2 ml. de solución de peróxido de hidrógeno. Se agregan 20 ml. de ácido sulfúrico diluido y se valora con solución 0.1 N de permanganato de potasio. Cada ml. de solución 0.1 N de permanganato de potasio equivale a 1.701 mg. de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>.



### ALCOHOL ETILICO

PRUEBAS	Y	ESPECIFICACIONES
1.- Apariencia		Líquido claro volátil y móvil.
2.- Olor		Suave, característico.
3.- Sabor		Ardiente.
4.- Color		Incoloro.
5.- Solubilidad		Miscible con agua, éter y <u>cloroformo</u> .
6.- Densidad		A 15°C. (0.812 - 0.816)
7.- Acidéz		Máximo 0.9 ml. de NaOH 0.02N
8.- Residuo no Volátil		Máximo 1 mg.
9.- Aldehídos e impurezas		Conforme
10.- Alcohol Amílico, Subst. carbonizables y no volátiles		Conforme
11.- Substancias insolubles en agua.		Conforme
12.- Acetona, Alcohol isopropílico y Alcohol butílico terciario		Conforme
13.- Metanol		Conforme
14.- Etanol		94.9 - 96% de $C_2H_5OH$ Correspondientes a no menos de 92.3 93.8% en peso de $C_2H_5OH$ .

#### PROCEDIMIENTO:

- |                 |   |   |
|-----------------|---|---|
| 1.- Apariencia  | - | Examinación visual.   |
| 2.- Color       | - | Examinación visual.   |
| 3.- Solubilidad | - | Determinación como se explica en pruebas para materias primas, descritas anteriormente. |
| 4.- Densidad    | - | Determinada por el procedimiento descrito anteriormente.                                |

- 5.- Acidéz - En un matráz con tapón esmerilado se depositan 50 ml. de agua recientemente hervida y 50 ml. de alcohol, se agregan algunas gotas de S.I. de fenoftaleína y se titula con solución 0.02 N de hidróxido de sodio hasta coloración rosa, el cual debe persistir durante 30 segundos. Para la neutralización son necesarios cuando más 0.9 ml. de solución 0.02 N de hidróxido de sodio.
- 6.- Residuo no volátil - En una cápsula a peso constante se evaporan 40 ml. de alcohol en baño maría y se deseca a 105°C durante una hora, el peso del residuo no es máximo a 1 mg.
- 7.- Aldehídos e impurezas orgánicas - En una probeta con tapón esmerilado lavada con ácido clorhídrico, enjuagada con agua finalmente con una porción de la muestra, se depositan 20 ml. de alcohol por ensayar, se enfría el contenido aproximadamente a 15°C. y se agrega con pipeta 0.1 ml. de solución 0.1 N de permanganato de potasio, anotando exactamente el tiempo de adición. Se mezcla en seguida invirtiendo la probeta y se deja reposar a 15°C durante cinco minutos; la coloración rosa no desaparece por completo. Oxidación de aldehído con  $\text{KMnO}_4$ .
- 8.- Metanol.- - Sobre un mosaico blanco se deposita una gota de alcohol y se agrega una gota de agua, una gota de ácido fosfórico diluido 1:20 y una gota de solución acuosa 1:20 de permanganato de potasio. Se mezcla, se deja reposar durante un minuto y se agrega solución acuo

sa 1:20 de sulfito ácido de sodio, gota a gota, hasta que desaparezca la coloración del permanganato de potasio. Si persiste coloración café, se agrega una gota de ácido fosfórico diluido. A la solución incolora resultante se agregan 5 ml. de solución reactivo recién preparada de ácido - cromotrópico y se calienta en baño maría a 60°C, durante 10 minutos: no aparece coloración violeta.

PROPILPARABENO

PRUEBA

ESPECIFICACION

1.- Apariencia	Cristales pequeños
2.- Color	Incoloro a blanco
3.- Solubilidad	Conforme
4.- Identidad	Conforme
5.- Temperatura de fusión	95°C - 98°C.
6.- Valoración	99 - 100.5% de $C_{10}H_{12}O_3$

- |                             |   |  |
|-----------------------------|---|--|
| 1.- Apariencia.-            | - | Determinación por observación visual.  |
| 2.- Color.-                 | - | Determinado por medio del uso del sentido de la vista.   |
| 3.- Solubilidad.-           | - | Mezclar una cantidad de propilparabeno en un volumen determinado de agua, agua hirviendo, alcohol y éter. Siendo insoluble en agua hirviendo, muy soluble en el alcohol y en éter.   |
| 4.- Identidad.-             | - | Se disuelven aproximadamente 500 mg. de propilparabeno en 10 ml. de solución reactivo de hidróxido de sodio, se hierve durante 30 minutos dejando evaporar la solución hasta un volumen aproximado de 5 ml. Se enfría y se acidifica lentamente con ácido sulfúrico diluido. El precipitado ya frío se recoge en un filtro, se lava varias veces con pequeñas porciones de agua y se deseca en un desecador sobre sílica-gel el ácido p-hidróxi benzoico así obtenido funde entre 212°C y 217°C. |
| 5.- Temperatura de fusión.- | - | Realizar conforme se explica en pruebas para materia prima, descritas anteriormente.   |
| 6.- Valoración.-            | - | En un matríz se depositan 2 g. de propilparabeno, se agregan 40 ml. de solución 1N   |

de hidróxido de sodio, lavando con agua las paredes del matríz. Se tapa con un vidrio de reloj, se hierve suavemente durante una hora y se enfría, se agregan cinco gotas de S.I. de azul de bromotimol y se valora el exceso de hidróxido de sodio con solución 1 N de ácido sulfúrico hasta igualar el color de una solución amortiguadora de fosfato con pH 6.6 que contenga la misma proporción de blanco. Cada ml. de solución 1 N de hidróxido de sodio equivale a 180.2 mg. de  $\text{C}_{10}\text{H}_{12}\text{O}_3$ .

METILPARABENO

PRUEBAS	Y	ESPECIFICACIONES
1.- Apariencia		Cristales pequeños o polvo
2.- Color		Incoloro
3.- Temperatura de fusión		125°C - 128°C.
4.- Identidad		Conforme
5.- Valoración		99 - 100.5% $C_8H_8O_3$
1.- Apariencia.-	-	Determinada por medio de observación visual.
2.- Color.-	-	Se determina por medio de uso del órgano de la vista.
3.- Temperatura de Fusión.-	-	Determinada según la técnica descrita anteriormente.
4.- Identidad.-	-	Se disuelven 500 mg. de la muestra en 10 ml. de solución reactivo de hidróxido de sodio y se hierve durante 30 minutos, dejando evaporar la solución a un volumen aproximado de 5 ml. Se enfría la solución se acidifica con ácido sulfúrico diluido y se filtra para separar los cristales. Estos se lavan con pequeñas porciones de agua y se desecan sobre sílica-gel durante dos horas: el ácido p-hidroxibenzoico así obtenido, funde entre 212° y 214°C.
5.- Valoración.-	-	En un matrás se depositan aproximadamente 2 g. de metilparabeno muestra y se agregan 40 ml. de solución 1 N de hidróxido de sodio, enjuagando con agua las paredes del matrás. Se tapa con un vidrio de reloj, se hierve suavemente durante una hora y se enfría. Se agregan cinco gotas de S.I. de azul

de bromotimol y se valora el exceso de hidróxido de sodio con solución 1 N de ácido sulfúrico hasta igualar el color de una solución amortiguadora de fosfato con pH 6.6 que contenga la misma proporción del indicador. Se hace una prueba en blanco para verificar las correcciones necesarias. Cada ml. de solución 1 N de hidróxido de sodio equivale a 152.2 mg. de  $C_8H_8O_3$ .

NITRATO DE PLATA

PRUEBA	ESPECIFICACION
1.- Apariencia	Cristales
2.- Color	Blancos e incolores que al exponerse a la luz, en presencia de materia orgánica adquieren color gris o negro grisáceo.
3.- Solubilidad	Conforme
4.- Identidad	Conforme
5.- Claridad y color de la solución	Conforme
6.- Cobre	Conforme
7.- Valoración	99.8 100.5% de Ag NO <sub>3</sub>

PROCEDIMIENTO:

Los pruebas 1 y 2 se determinan por medio de los órganos de los sentidos.

- 3.- Solubilidad.- Al agregar el nitrato de plata en agua, se solubiliza y en mayor grado en agua caliente, es poco soluble en alcohol; fácilmente soluble en alcohol hirviente; ligeramente soluble en éter.
- 4.- Identidad.- Una solución 1:50 de nitrato de plata da positivos los ensayos de identidad para el ión de plata. En un tubo de ensayo se mezcla una solución 1:10 de nitrato de plata con una gota de solución reactivo de difenilamina y en seguida se estratifica cuidadosamente sobre ácido sulfúrico: en la zona de contacto aparece una coloración azul oscura.

- 5.- Claridad y color de la solución.- - Una solución de 2 g. de nitrato de plata en 20 ml. de agua es clara e incolora.
- 6.- Cobre.- - A 5 ml. de una solución 1:10 de nitrato de plata se agrega, gota a gota solución reactivo de amoníaco, hasta que el precipitado formado se disuelva: no se produce coloración azul.
- 7.- Valoración.- - Un gramo de nitrato de plata se pulveriza y se deseca en la obscuridad sobre sílica gel durante cuatro horas. De esta muestra desecada se pesan aproximadamente 700 mg., se disuelven en 50 ml. de agua, se agregan 2 ml. de solución reactivo de sulfato férrico amoniacal y se valora con solución 0.1 N de sulfocianuro de amonio: cada ml. de solución 0.1 N de sulfocianuro de amonio equivale a 16.99 mg. de  $\text{Ag NO}_3$ .

## GOMA ARABIGA

PRUEBA	ESPECIFICACION
1.- Apariencia	Lágrimas esferoides o fragmentos angulosos translúcidos.
2.- Color	Blancos o blanco amarillento.
3.- Solubilidad	Muy soluble en agua a temperatura ambiente, insoluble en el alcohol.
4.- Reacción	Acida
5.- Identidad	Conforme
6.- Pérdida al secado	Máximo 1.5%
7.- Residuo de ignición	Máximo 4%
8.- Substancias insolubles en agua	Máximo 50 mg.
9.- Arsénico	Máximo 3 ppm.
10.- Plomo	Máximo 10 ppm.
11.- Metales pesados	Máximo 40 ppm.
12.- Almidón o Dextrina	Conforme
13.- Gomas que contienen taninos	Conforme

### PROCEDIMIENTO:

- |                   |   |  |
|-------------------|---|--|
| 1.- Apariencia.-  | - | Determinada por observación visual.                          |
| 2.- Color.-       | - | Prueba determinada por observación visual.                   |
| 3.- Solubilidad.- | - | Determinarla como se describe en pruebas para materia prima. |

- 4.- Reacción.- - Humedecer un papel tornasol en una solución de 1 g. de la muestra en 2 ml. de agua.
- 5.- Identidad.- - A una solución acuosa 1:50 de goma arábica se agregan 0.2 ml. de solución reactivo diluida de subacetato de plomo: se produce un precipitado de color blanco - fluculento, o de masas compactas. A muestra se agregan de una a dos gotas de solución acuosa 1:20, neutra de cloruro férrico produce un precipitado que es soluble en exceso de reactivo.
- 6.- Perdida al Secado.- - Desecada a 105°C durante cinco horas, un gramo de muestra. Pierde cuando más el 15% de su peso. Técnica seguida en pruebas para materia prima.
- 7.- Residuo de la Ignición.- - Realizarla según se especifica en pruebas para materia prima.
- 8.- Substancias in solubles en agua.- - En un matráz de 250 ml. se disuelven 5 g. de goma arábica pulverizada en 100 ml. de agua, se agregan 10 ml. de ácido clorhídrico diluido y la mezcla se hierve suavemente durante 15 minutos. Se filtra con ayuda de succión, mientras está caliente a través de un crisol filtrante previamente a peso constante. El residuo se lava con agua caliente, se deseca a 105°C durante una hora y se pesa: cuando más 50 mg.
- 9.- Arsénico.- - Como se describe en pruebas para materia prima.
- 10.- Plomo.- - Como se describe en pruebas generales pa-

ra materia prima.

- 11.- Metales pesados - Se determina por el método II descrito en pruebas para materia prima.
  
- 12.- Almidón o Dextrina - Una solución 1:50 de goma arábica se hierva, se enfría y se agrega solución reactivo de yodo: no se produce coloración rojiza o azulosa.
  
- 13.- Gomas que contienen Taninos.- A 10 ml. de una solución acuosa 1:50 de goma arábica, se agregan 0.1 ml. - de solución reactivo de cloruro férrico: no se produce ninguna coloración ni -- precipitado de color negruzco.

### AZUFRE PRECIPITADO

PRUEBAS	ESPECIFICACIONES
1.- Apariencia	Polvo fino, amorfo o microcristalino.
2.- Color	Amarillo pálido.
3.- Solubilidad	Casi insoluble en agua; poco soluble en aceite de olivo, muy poco soluble en alcohol.
4.- Identidad	Conforme
5.- Agua	Máximo 0.5%
6.- Reacción	Neutra
7.- Residuo de la ignición	Máximo 0.3%
8.- Otras formas de azufre	Conforme
9.- Valoración	99.5 - 100.5% de Solución

#### PROCEDIMIENTO:

- 1.- Apariencia.- - Determinada por observación visual.
- 2.- Color.- - Prueba determinada por observación visual.
- 3.- Solubilidad.- - Determinada de acuerdo a la técnica descrita en pruebas para materia prima.
- 4.- Identidad.- - En el aire arde, formando bióxido de azufre, que puede reconocerse por su olor característico.

- 5.- Agua.- - Prueba determinada por el procedimiento del método de Karl-Fischer.
- 6.- Reacción.- - En 10 ml. de agua se agitan 2 g. de azufre y se filtra: el filtrado es neutro al humedecer un papel tornasol.
- 7.- Residuo de Ignición.- - Determinado por el procedimiento descrito en pruebas para materia prima.
- 8.- Otras formas de azufre.- - En 5 ml. de disulfuro de carbono se agita 1 g. de azufre: se disuelve rápidamente, excepto una pequeña cantidad de materia insoluble que generalmente se halla presente.
- 9.- Valoración.- - Se pesan aproximadamente 30 mg. de azufre precipitado y se procede como se indica en combustión con oxígeno en matrás, que se describe en las pruebas generales, utilizando como líquido de absorción una mezcla de 5 ml. de agua y 2.5 ml. de solución reactivo de peróxido de hidrógeno. Cuando la combustión es completa se agrega agua hasta el borde del matrás, y se enjuagan el tapón, la muestra contenida y las paredes del matrás con agua y se retira el tapón. Se calienta el contenido del matrás hasta ebullición y se hierve durante dos minutos, se enfría a la temperatura ambiente, se agrega S.I. de fenoftaleína y se titula con solución 0.05<sub>5</sub>N de hidróxido de sodio. Cada ml. de solución 0.05<sub>5</sub>N de hidróxido de sodio equivale a 0.8016 mg. de azufre.

CERA DE CARNAUBA

PRUEBAS	ESPECIFICACIONES
1.- Apariencia	Polvo prácticamente libre de partículas extrañas.
2.- Color	Amarillo pálido a amarillo ligeramente verdoso.
3.- Tamíz	El 99% pasa la malla #80
4.- Rango de Ignición	81° - 86°C
5.- Residuos de Ignición	Volátiles sin emitir olor acres y el peso del residuo no excede de 0.25%
6.- Metales pesados	Máximo 0.004%
7.- Valor de ácido	2 - 7
8.- Valoración de Saponificación	80 - 95
9.- Cuenta Microbiana	Conforme

PROCEDIMIENTO:

- 1.- Apariencia.- - Por observación visual.
- 2.- Color.- - Por observación visual.
- 3.- Tamíz.- - Realizada de acuerdo a la técnica descrita en pruebas para materia prima.
- 4.- Rango de fusión.- - Determinada como se indica en pruebas para materia prima.
- 5.- Residuos de Ignición.- - Realizada según la técnica descrita en -

pruebas para materia prima.

- 6.- Metales pesados.- - Proseguir como se especifica en la técnica descrita en pruebas para materias primas.
- 7.- Valor de ácido.- - Pesar aproximadamente 3 g. y depositarlos en un matr az de 250 ml. y colocarlo a reflujo en un condensador, adicionarle 50 ml. de una mezcla formada por 5 partes de alcohol isoprop lico y 4 partes de tolueno, y calentar hasta disoluci n completa de la cera. Mueva el matr az del condensador y adicione cerca de 1 ml. de indicador fenoftaleina, y titule con soluci n de Hidr xido de Potasio alcoh lica 0.5 N hasta un cambio amarillo rojizo. Calcular el valor del  cido como el n mero de mg. de Hidr xido de Potasio requeridos para neutralizar los  cidos libres en 1 g. de cera de carnauba.
- 8.- Valor de Saponificaci n.- - La soluci n para la prueba del valor del  cido adicionarle 15 ml. de soluci n de Hidr xido de Potasio Alcoh lica 0.5 N, refluja por 3 horas y titular el exceso de alcali con  cido clorh drico 0.5 N hasta vire de un color amarillo ambar. Realice un blanco. El valor de Saponificaci n se obtiene sumando el valor de  cido obtenido y el valor obtenido en el valor de Saponificaci n.
- 9.- Cuenta Microbiana.- - Conforme al control microbiol gico descrito anteriormente en pruebas generales, la muestra es negativa para Salmonela, Esche

richia Coli, Pseudomonas acuroginosa y Estafilococcus aureus, la cuenta microbiana no debe exceder por gramo de muestra.

CARBOXIMETIL CELULOSA. SAL SODICA

PRUEBAS	ESPECIFICACIONES
1.- Apariencia	Polvo higroscópico
2.- Color	Blanco a crema
3.- Solubilidad	Solución viscosa, coloidal - clara.
4.- Pérdida por secado	Máximo 10%
5.- Metales pesados	Máximo 0.004%
6.- Viscosidad Marcada	25 - 50 cps. para una solución al 2%.
7.- Viscosidad	80 - 120% de la viscosidad - marcada en una solución al 2%
8.- Ensayo	6.5 - 9.5% sodio
9.- Identidad	Conforme
10.- pH	6.5 - 8.5
11.- Cuenta microbiana	Conforme

PROCEDIMIENTO:

- 1.- Apariencia.- - Por observación visual.
- 2.- Color.- - Por observación visual.
- 3.- Solubilidad.- - Hacer una solución mezclando dos gramos de carboximetil celulosa en 100 ml. de agua destilada.
- 4.- Pérdida por secado.- - Proseguir como se indica en pruebas para materia prima.
- 5.- Metales pesados.- - Determinarlos según la técnica indicada en pruebas para materia prima.

- 6.- Viscosidad Marcada.- - La etiqueta indica la viscosidad de las soluciones cuyas concentraciones sean 1% (p/p) o 2% (p/p).
- 7.- Viscosidad.- - Determinar la viscosidad en una solución acuosa a la concentración marcada en la monografía, usando carboximetil celulosa sódica desecada, pesar exactamente una cantidad equivalente a 200 g. Adicionar la substancia en pequeñas cantidades a 180 ml. de agua con agitación en un matríz a peso constante, continuar agitando hasta que el polvo esté bien disuelto, añadir suficiente agua hasta que la mezcla pese 200 g. y repose con agitación ocasional, hasta que la solución esté lista. Ajuste la temperatura a  $25^{\circ} \pm 0.2^{\circ}$  y determine la viscosidad usando un viscosímetro de tipo rotacional. La viscosidad de las soluciones con una concentración del 2% no es menor del 80% y no mayor que el 120% de la que marca la etiqueta la viscosidad de las soluciones con una concentración al 1% no es menor del 15% y no mayor que 140% de lo que marca la etiqueta.
- 8.- Ensayo.- - Transfiera a un vaso aproximadamente 500 mg. de carboximetil celulosa sódica, adicione 80 ml. de ácido acético glacial, calentar la mezcla sobre un baño de agua cerca de 2 horas, enfríe a temperatura ambiente, y titular con ácido perclórico 0.1 N determinando el punto final potenciométricamente. Cada ml. de ácido perclórico 0.1 N equivale a 2.999 mg. de sodio.

- 9.- Identidad.- - Adicionar aproximadamente 1 g. de polvo de carboximetil celulosa sódica a 50-ml. de agua, agitar hasta producir una dispersión uniforme, continúe la agitación hasta producir una solución clara.
- a) A un ml. de solución diluida con un volumen igual de agua, en un pequeño tubo de prueba adicionar 5 gotas de 1-naftol solución reactivo. Incline el tubo de prueba y cuidadosamente introduzca por un lado del tubo 2 ml. de ácido sulfúrico hasta formar una capa arriba. - Se desarrolla un color rojo púrpura en la interfase.
- b) A 5 ml. de la solución adicionarle un volumen igual de cloruro de bario (solución de prueba): un fino precipitado es formado.
- 10.- pH.- - Forme una solución con 1 g. de carboximetil celulosa sódica en 100 ml. de agua y determine potenciométricamente.
- 11.- Cuenta Microbiana.- - Seguir el método descrito en pruebas generales, la muestra debe ser negativa para Salmonella, Escherichia Coli, Pseudomonas acuroginosas y Estafilococcus aureus, y la cuenta microbiana no debe exceder de 1000 colonias por gramo.

GLICERINA

PRUEBAS	ESPECIFICACIONES
1.- Apariencia	Limpia y líquida
2.- Color.-	Conforme
3.- Reacción	Neutra
4.- Identidad	Conforme
5.- Solubilidad	Miscible con agua, solución clara, densa.
6.- Cloruros	Máximo 0.001%
7.- Arsénico	Máximo 1.5 ppm.
8.- Sulfatos	Máximo 0.002%
9.- Residuo de Ignición	Máximo 0.001%
10.- Densidad	Máximo 1.249
11.- Sustancias fácilmente carbonizables	Conforme
12.- Esteres y ácidos grasos	No más de 1 ml. de NaOH 0.5N
13.- Metales pesados	Máximo 5 ppm.
14.- Acroleína, glucosa y compuestos de amonio	Conforme
15.- Ensayo	95 - 101.0% de $C_3H_8O_3$ .
16.- Compuestos clorados	Máximo 0.003% de Cl
17.- Cuenta microbiana	Conforme

PROCEDIMIENTO:

- 1.- Apariencia.- - Determinada por examinación visual.
- 2.- Color.- - Se determina en tubos de comparación - de vidrio de 50 ml. comparando con una solución de estandar hecha con una dilu<sup>o</sup> ción 0.40 ml. de cloruro férrico solución reactivo con agua y llevados a 50 ml. - La muestra se coloca en un tubo de com<sup>o</sup> paración hasta el aforo el color de la gli<sup>o</sup> cerina no debe ser más fuerte que la - producida por el estandar.
- 3.- Reacción.- - Determine la reacción de la muestra al - humedecer papel limus.
- 4.- Identidad.- - El espectro de absorción infraroja exhibe una banda sencilla a 2.7  $\mu$ m. 3.3  $\mu$ m. u- no doble cerca de 3.4  $\mu$ m. un máximo de 6.1  $\mu$ m. (una región gruesa de absorción entre 6.7  $\mu$ m y 8.3  $\mu$ m. y teniendo a -- 7.1  $\mu$ m, 7.6  $\mu$ m y 8.2  $\mu$ m) y una muy - gruesa en la región de bandas a 9.0  $\mu$ m. 9.6  $\mu$ m 10.1  $\mu$ m. 10.9  $\mu$ m. y 118  $\mu$ m.
- 5.- Solubilidad.- - Seguir el procedimiento descrito anterior<sup>o</sup> mente en pruebas para materia prima.
- 6.- Cloruros.- - Una muestra de 10 g. no debe tener más cloruros que los contenidos en 10 ml. de una solución de ácido clorhídrico 0.02 N- (0.001%).
- 7.- Arsénico.- - Diluya 2 g. de la muestra con agua a 35 - ml. y no tendrá más color que el produci-

do por un estandar que se prepara según monografía de Arsénico. El límite es de 1.5 ppm.

- 8.- Sulfatos.- - Una porción de 10 g. de la muestra no debe tener más sulfatos que los contenidos en 0.20 ml. de una solución 0.02 N de ácido sulfúrico (Cerca de 0.002%).
- 9.- Residuo de Ig  
nición.- - Caliente 50 g. en una cápsula de porcelana de 100 ml. hasta ignición, enfríe y humedezca el residuo con 0.5 ml. de ácido sulfúrico y carbonice hasta peso constante, el peso del residuo no debe exceder de 5 mg. (0.01%).
- 10.- Densidad.- - Determinar por medio del procedimiento descrito en pruebas generales.
- 11.- Substancias fácil-  
mente carbonizables.- - Enjuagar en tubo de 25 ml. con solución de prueba de ácido sulfúrico y permitir que se seque durante 10 minutos. Adicione 6.25 g. de glicerina y 5 ml. de solución de prueba de ácido sulfúrico, agite vigorosamente durante un minuto y permita que repose durante una hora. La mezcla no debe ser más oscura que el fluido.
- 12.- Esteres y ácidos  
grasos.- - Mezclar 50 g. con 50 ml. de agua hervida y 5 ml. de hidróxido de sodio 0.5 N lleve a ebullición la mezcla por 5 minutos, enfríe, adicionar indicador de fenoftaleina y titular, el exceso de alcalis con solución de ácido clorhídrico 0.5 N. Preparar un blanco. No más de 1 ml. de hidróxido de sodio 0.05 N. es consumido.

- 13.- Metales pesados.- - Mezclar 4.0 g. con 2 ml. de ácido clorhídrico 0.1 N y diluir con agua a 25 ml. y determinar como se indica en pruebas generales. El límite es 5 ppm.
- 14.- Acroleína, glucosa y compuestos de amonio.- - Una mezcla de 6.25 g. con 5 ml. de solución de hidróxido de potasio (1 en 10) no debe colorearse de amarillo al calentarse a 60°C por 5 minutos, ni emitir olor de amoníaco.
- 15.- Ensayo.- - Transfiera cerca de 3 g. de glicerina, pesados exactamente a un matríz volumétrico de 500 ml. Diluir con agua al volúmen y mezclar. Transfiera una alicuota de 3-ml. a un matríz, adicionar 100 ml. de una solución de periodato de potasio. (Prepararlo por disolución de 3 g. de periodato de potasio en aproximadamente 500 ml. de agua, enfriar a temperatura ambiente y después diluir con agua a 1000 ml.), agitar y permitir el reposo a temperatura ambiente durante 10 minutos. Adicionar 4 g. de bicarbonato de sodio y 2 g. de yoduro de potasio, y titular inmediatamente con solución de arseniato de potasio 0.1 N, adicionar 3 ml. de almidón y preparar un blanco. Cada ml. de arseniato de potasio 0.1 N es equivalente a 2.303 mg. de  $C_3H_8O_3$
- 16.- Compuestos clorados.- - Pesar aproximadamente 5 g. en un matríz de 100 ml. Adicionar 15 ml. de morfolina y conectar el matríz a un condensador y someterlo a reflujo durante 3 horas. Enjuagar el condensador con 10 ml. de agua, recibiendo el lavado en el matríz, y cuida-

dosamente acidificar con ácido nítrico.- Transferir la solución a un tubo de comparación, adicionar 50 ml. de nitrato de plata 0.1 N. y diluir con agua hasta 50 ml. y mezclar. La turbidez producida no es mayor que la de una solución patrón preparada con 0.2 ml. de ácido -- clorhídrico 0.02 N (0.003%).

17.- Cuenta Microbiana.-

- Someter una muestra al control microbiológico para prueba acorde a procedimiento descrito en pruebas generales y la muestra debe resultar negativa para Salmonella Escherichia Coli, y Estafilococcus aureus. La cuenta total microbiana no debe exceder de 1000 colonias por ml.

CAPITULO VIII

PROCESO DE MANUFACTURA

## PROCESO DE MANUFACTURA

El proceso que se lleva a cabo en la fabricación de un tinte depende de la forma de presentación del mismo, ya sea en crema o en "shampoo" pero sea cual sea su presentación su contenido constará de los siguientes componentes:

- 1.- Excipientes o vehículos
- 2.- Sustancias activas
- 3.- Sustancias correctivas
- 4.- Sustancias conservadoras
- 5.- Colorantes

### 1.- Excipientes o vehículos:

Existe una gran variedad de estos elementos que van a determinar la forma del producto terminado, sirviendo para acelerar o disminuir los efectos de las sustancias activas.

La forma fisicoquímica del excipiente puede ser ya sea un sistema monofásico, es decir, soluciones verdaderas, o bien un sistema polifásico como soluciones coloidales, emulsiones o suspensiones.

La selección adecuada del excipiente o vehículo dará la consistencia, volumen y forma de presentación del tinte.

De acuerdo a lo anteriormente expresado se enlistan algunos de los vehículos y excipientes más usados en la industria:

### EXCIPIENTES

Cera de abejas  
Esperma o Cetide Ballena  
petrolato sólido  
Tween 60

### VEHICULOS

Agua destilada  
Solución hidroalcohólica  
Solución hidroglicérica  
Solución hidroalcohólica-glicerina  
Solución Acuosa-Amóniacal

## 2.- Sustancias Activas:

Las sustancias activas, son aquellas a las que se les atribuye la acción definida, como en el caso de los tintes cosméticos, la sustancia activa será - el color agregado en el vehículo o excipiente, o el compuesto de origen vegetal, mineral u orgánico determinado.

## 3.- Sustancias correctivas:

Son las sustancias que se adicionan dentro de la formulación para ejercer una consistencia, favorecer la disolución de una sustancia, darle un mayor volumen, pero sin tener una acción directa. A continuación se nombran algunas de las sustancias correctivas más usadas en la fabricación de tintes.

- a) Mordientes.- Que ayudan a fijar el color como el Pirogalol.
- b) Aceleradores.- Son sustancias que actúan activamente la acción de las sustancias activas, como el amoniaco y la trietanol amina.
- c) Soluciones amortiguadoras.- Son las que contienen sustancias que ayudan a mantener la consistencia de la reacción global durante la aplicación del tinte, manteniendo el pH de la reacción, como solución de tartrato, - citrato o cloruro de amonio.
- d) Agentes tensoactivos.- Son sustancias que poseen acción emulsificante, como el oleato de sodio, trietanol amina.

## 4.- Sustancias conservadoras:

Son aquellas sustancias que van a ejercer una cierta acción para brindar la protección al cosmético. Ya que puede sufrir la agregación de los microorganismos, especialmente de hongos, que producen alteraciones de color, formación de precipitados y la aparición de malos olores. O como en el caso de tintes de oxidación que tienden a sufrir alteraciones oxidándose en la fase de preparación.

Los conservadores más empleados en tintes son:

Antioxidantes.- Sulfito de magnesio y de amonio, o sales amor

tiguadoras de amonio.

Conservadores.- Esteres del ácido p-oxibenzoico, alcohol etílico y glicerina al 20%.

#### 5.- Colorantes ó Sustancias coloridas:

En este tipo de cosméticos el colorante es un elemento básico, que está constituido por pigmentos de tipo inorgánico y lacas de tipo orgánico.

Los colorantes o aditivos del color son generalmente compuestos orgánicos o inorgánicos, pigmentos u otras sustancias coloridas o mezcla de dos de ellas que se aplican solas o mediante reacción con otras sustancias, para impartir color.

Se obtienen por un proceso de síntesis o por extracción o separación, o en alguna otra forma, con o sin cambios intermedios o finales de identidad. Su origen como ya se indicó, puede ser vegetal, animal o mineral.

Color puro.- Es el colorante contenido en un aditivo de color, separado de cualquier intermediario, como diluentes, sustratos, u otros componentes que estén contenidos en el aditivo del color.

Diluyente.- Es cualquier componente de una mezcla de aditivos de color que aunque por sí mismo no imparta color, se agrega para facilitar el empleo de la mezcla, y a la vez puede tener otras aplicaciones como emulsionante, estabilizador, edulcorante, etc.

Lacas.- Es la combinación, suspensión o precipitación de algún colorante sobre un compuesto insoluble. En cualquier caso el nombre de la laca debe incluir las siglas del grupo del colorante y el nombre del metal de com -- puesto insoluble o del propio compuesto insoluble.

Los colorantes que se han de emplear en la fabricación de cosméticos requieren autorización expresa de la Secretaría de Salud y por la FDA (Federal de Alimentos, Medicamentos y Cosméticos) que los han clasificado en tres

grupos:

I.- Colorantes permitidos para uso en alimentos, medicamentos y cosméticos.  
Cuyas siglas son A M y C.

II.- Colorantes permitidos para uso en medicamentos y cosméticos.

III.- Colorantes permitidos únicamente para uso en medicamentos y cosméticos aplicados externamente ( M y C Ext.).

Para que los componentes anteriormente mencionados puedan ser usados en la formulación de un tinte para el cabello deben cumplir con ciertas condiciones:

- a) Estabilidad frente a agentes exteriores.
- b) Cubrir una concentración adecuada.
- c) No tener propiedades tóxicas, irritantes y sensibilizantes.
- d) Tener una afinidad por la piel.
- e) Tener un pH adecuado.

#### I.- TINTES EN CREMA:

Son cosméticos emulsionados y de consistencia pastosa a los cuales se les han agregado ciertos pigmentos o compuestos colorantes.

Componentes:

De una forma general los compuestos que forman parte de un tinte en crema son los siguientes:

- a) Agentes tensoactivos.
- b) Ingredientes grasos.
- c) Espesantes.
- d) Conservadores.
- e) Colorantes.

PROCESO:

- a) Emulsificación Inicial.
- b) Enfriamiento.
- c) Homogenización.

a).- La fase de emulsificación es la de formar las fases acuosas y oleosas e incorporarlas añadiendo la fase oleosa en la acuosa a una temperatura de 70°C., teniendo la fase acuosa a una temperatura mayor que la oleosa en unos 5°C.

b).- El enfriamiento se realiza por medio de recirculación de agua fría gradualmente al rededor del tanque.

c).- Homogenización es el proceso de agitación constante y continua hasta obtener una consistencia homogénea.

II.- TINTES EN " SHAMPOO "

Son cosméticos que contienen en su formulación agentes tensoactivos, con una cierta cantidad de colorantes incorporados.

Componentes:

- a) Agentes tensoactivos.
- b) Espesantes.
- c) Agentes Acondicionadores.
- d) Estabilizadores de espuma.
- e) Colorantes.
- f) Conservadores.

PROCESO:

Se realiza la adición de cada uno de los componentes hasta lograr una homogenización completa, a base de una agitación lenta y continua.

DEFECTOS E INCOMPATIBILIDADES DE LOS  
TINTES COSMETICOS.

Los tintes para el cabello pueden presentar imperfecciones, por incompatibilidades químicas o por presentarse físicamente imperfectos.

Los productos líquidos se observan alguna vez precipitados o floculaciones, las emulsiones pueden tender al afloramiento y a la rotura. Pero los defectos e incompatibilidades mayores se manifiestan, después de se aplicación y están en relación con su estabilidad ambiental y de contacto con el sustrato, con la entidad del valor estético y con la toxicidad.

El cabello teñido con un tinte persistente deberá tener un aspecto lo más parecido posible al natural y permanecer liso y brillante. Al mismo tiempo los cabellos teñidos, vistos al microscopio, presentar un tallo deteriorado y opaco. La opacidad se presenta con frecuencia cuando el colorante recubre únicamente el pelo sin penetrar en la estructura queratínica o combinarse con ella; es por tanto, un defecto de las pinturas metálicas y también de los tintes de oxidación mal preparados y aplicados.

En el proceso de teñido, normalmente se verifica un cierto grado de hidrólisis de la queratina durante el cual aparecen en las funciones químicas polares produciéndose modificaciones físicas que permiten a los colores fijarse en el sustrato.

Sin embargo, tales modificaciones están controladas con el fin de no dañar el cabello y que no sean demasiado activas.

Los tratamientos hidrolisantes y oxidantes energéticos, desnaturalizan la queratina capilar rompiendo los enlaces disulfídicos transversales y atacan otras agrupaciones moleculares de modo que el tinte se puede fijar de manera opuesta a la normal.

Cuando se presentan indicios de metales pesados sobre los cabellos pueden reaccionar con los colores y dañar profundamente el cabello catalizando la descomposición de los colorantes.

En condiciones normales de hidrólisis, los colores de oxidación de - peso molecular pequeño penetran más fácilmente; por el contrario, cuando el peso molecular aumenta, la solubilidad, la rapidez de difusión en el - sustrato queratínico y la eficacia colorante tienden a cero.

Se ha demostrado que con el aumento de la posibilidad de penetración se acentúa también la toxicidad.

Un buen tinte no poseerá un grado de toxicidad normal, continuo o - progresivo tanto sobre el cabello como sobre el cuero cabelludo; no deberá tener propiedades irritantes primarias o propiedades sensibilizantes, y deberá conferir a la cabellera una coloración estable, a los agentes atmosféricos, principalmente al aire, sol y agua marina.

## C O N C L U S I O N E S

Es bien sabido que en la industria farmacéutica el Control de Calidad de los medicamentos es sumamente estricto, lo cual, según mis investigaciones no acontece así en la industria de los cosméticos particularmente en la de los tinte para el cabello. Por esta razón me parece importante conjuntar una serie de parámetros básicos que influyen en la calidad de los tintes, ya que estos, si bien no son un medicamento, su aplicación se realiza directamente sobre un tejido vivo y sin la colaboración, en muchos casos de un especialista.

Los tintes deben cumplir como requisito mínimo indispensable las especificaciones establecidas por la Secretaría de Salud, las cuales en combinación con las normas particulares que se encuentren implementadas en las empresas productivas, deben ofrecer al consumidor un producto que satisfaga sus necesidades a la vez que sea inocuo.

La calidad en los tintes para el cabello se debe basar en los siguientes parámetros que a continuación se mencionan en forma enunciativa más no limitativa:

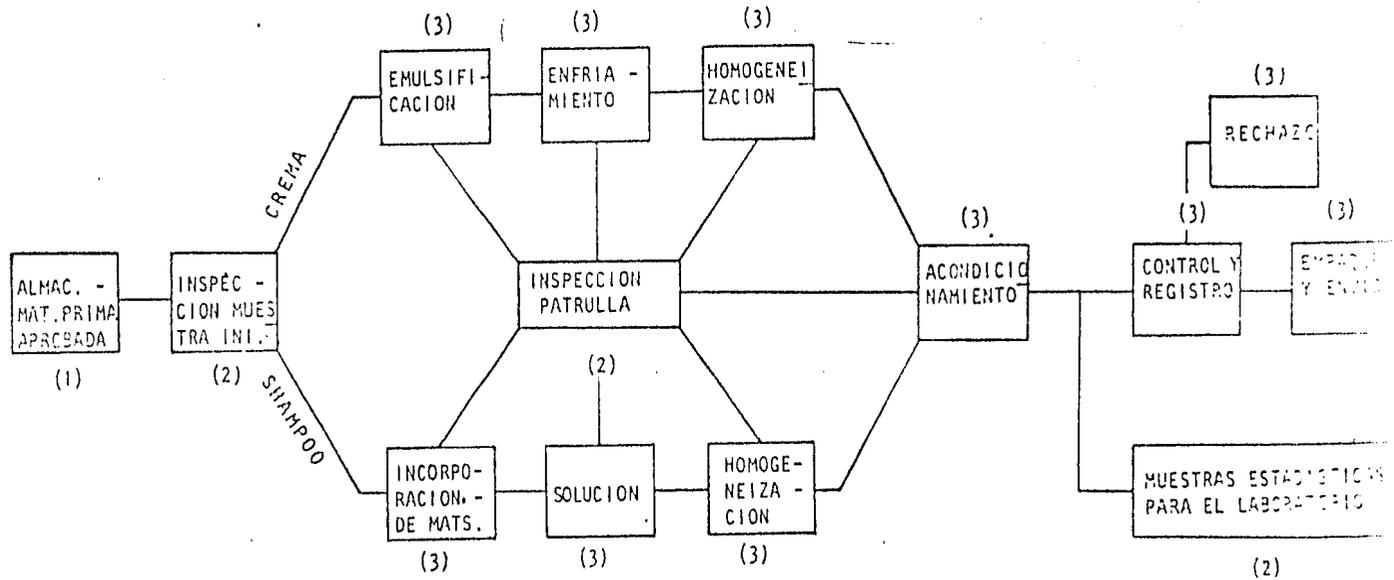
- a) Tinción.
- b) Inocuidad.
- c) Duración y resistencia.
- d) Uniformidad de tono.
- e) Facilidad de aplicación.
- f) Apariencia.
- g) Costo.

Dichos parámetros se lograrán al elaborar un programa de Control de Calidad y llevarlo a cabo en cada una de las etapas de la producción.

El programa ha establecer para el Control de Calidad en un tinte sea cual sea su presentación contempla los siguientes puntos:

- 1) Selección adecuada de las materias primas y equipo de producción.

DIAGRAMA DE FLUJO PARA FABRICACION DE TINTES



(1) ALMACENAMIENTO. GUARDA

(2) LAB. DE CONTROL DE CALIDAD. VERIFICA

(3) PRODUCCION. ELABORA

(4) ALMACENAMIENTO. TRANSPORTA

\*\*\* B I B L I O G R A F I A \*\*\*

- 1.- CONTROL TOTAL DE LA CALIDAD.  
Feigenbaum.  
Continental, S.A.  
México, D.F.                    1975.
  
- 2.- COSMETICOS EXTRACUTANEOS. COSMETOLOGIA ESTETICA -  
E HIGIENICA.  
Bonadeo Iginio  
Científico - Médica.  
Barcelona                        1964.
  
- 3.- DICCIONARIO DE QUIMICA.  
Miall Stephen and Miall L. Mackenzie.  
Atlante, S.A.  
México, D.F.                    1973.
  
- 4.- COSMETICA DERMATOLOGICA PRACTICA.  
Quiroga L. Marcial  
El Ateneo.  
Buenos Aires                    1980.
  
- 5.- CODIGO SANITARIO DE LOS ESTADOS UNIDOS MEXICANOS.  
Ediciones Andrade  
2a. Edición.  
México, D.F.                    1972.
  
- 6.- DIARIO OFICIAL.
  
- 7.- FARMACOPEA NACIONAL DE LOS ESTADOS UNIDOS MEXICANOS.  
Talleres Gráficos de la Nación.  
4a. Edición.  
México, D.F.                    1974.

\*\*\* BIBLIOGRAFIA \*\*\*

- 8.- NUEVO RECETARIO DE FARMACIA.  
Eugenio Dieterich  
Gustavo Geli.  
Barcelona. 1970.
- 9.- COSMETIC SCIENCE AND TECHNOLOGY.  
Balsam M.S., Saganin Edward.  
Awiley Interscience Publication.  
U.S.A. 1974.
- 10.- ISOLATION AND IDENTIFICATION OF DRUG CLARKE E.G.C.  
The Pharmaceutical Preas.  
Vol. 1.  
London 1974.
- 11.- MANUAL OF PHARMACEUTICAL LAW.  
Petit William  
The Mac Millian Company.  
New York 1960.
- 12.- THE CHEMISTRY AND MANUFACTURE OF COSMETICS.  
G. de Navarre Maison  
Continental Press. Vol IV. 2a. Edición.  
U.S.A. 1975.
- 13.- THE PRINCIPLES AND PRACTICE OF MODERN COSMETICS.  
HARRY'S COSMETICOLOGY.  
Harry G. Ralph.  
Leonard Hill Books. Vol. 1.  
U.S.A. 1973.
- 14.- ANALISIS QUIMICO CUANTITATIVO.  
Orozco D. Fernando.  
Pornea, S.A.  
México, D.F. 1970.