



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO

FACULTAD DE QUIMICA

LA CROMATOGRAFIA DE GASES COMO
UN AUXILIAR EN LA DETERMINACION
DE FINALES DE REACCION

T E S I S

Que para obtener el Título de:
INGENIERO QUIMICO
p r e s e n t a
JUAN MANUEL VALENCIA MONTEJO

México, D. F.

1980

M-23770



Universidad Nacional
Autónoma de México



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

Jurado Asignado Originalmente
al tema

PRESIDENTE	Francisco Fernández Noriega
VOCAL	Antonio Frías Mendoza
SECRETARIO	Victor Coronado Bravo
1er. SUPLENTE	Carlos Romo Medrano
2do. SUPLENTE	Pedro Villanueva González

SUSTENTANTE

Juan Manuel Valencia Montejo

SITIO DONDE SE DESARROLLO EL TEMA

Química Lucava, S. A.

● A mis padres que me
guiaron por el buen camino
y me dieron una profesión
de la que me siento orgulloso
y deseo ejercer con orgullo.

Gracias a mi esposa
e hijos por su comprensión
durante la elaboración de
este trabajo

Por la verdad venceremos
nuestro premio la victoria

J. M. Valencia
Octubre 1968

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO

FACULTAD DE QUIMICA

TESIS PROFESIONAL

LA CROMATOGRFIA DE GASES
COMO UN AUXILIAR EN LA
DETERMINACION DE FINALES
DE REACCION.

JUAN MANUEL VALENCIA MONTEJO

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

G E N E R A L I D A D E S

E X P E R I M E N T A C I O N

A N A L I S I S D E R E S U L T A D O S

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

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

INTRODUCCION

La eficacia de los productos industriales, cualesquiera que sea tu tipo, es uno de los elementos más importantes en el sistema económico de la sociedad actual y en los estándares del trabajo que aplica elementos industrializados. En el primer caso, porque la buena o mala calidad de los productos industriales se traduce tanto en la posibilidad de altos o bajos rendimientos económicos, como en los efectos que tiene en otros aspectos de la economía la utilización de productos industriales. En el segundo porque altos estándares de eficiencia en el trabajo dependen de la eficacia de los mismos que se emplean.

La producción de insecticidas para el combate de plagas es, precisamente, una de las ramas industriales que más tiene que ver con lo anteriormente expuesto. En unos casos porque la productividad económica de ciertas ramas, la agrícola por ejemplo, dependen buena parte del uso de insecticidas adecuados. En otros casos porque el nivel sanitario de la población y por lo tanto su capacidad para el trabajo y las relaciones sociales, depende de la salubridad del medio ambiente.

Por las razones expuestas se ha escogido en este estudio de control de calidad, el análisis cromatográfico de un insecticida muy utilizado en nuestros días como auxiliar en la erradicación de ciertas plagas domésticas. En este sentido el objetivo ha sido conocer: (1) el punto final de la

reacción, (2) el momento en el cual llegaban los reactivos a su punto de equilibrio y, (3) la falta de progreso de la reacción y, por lo tanto, la aparición de algunas impurezas.

La utilización de la Cromatografía de Gases como método de análisis se debe a su eficacia, que lo hace uno de los más utilizados en la actualidad, especialmente después de compararlo con otros ya conocidos. (1)

GENERALIDADES

Desde luego existen varios métodos más que se utilizan para conocer los resultados finales de una reacción. Sin embargo, ellos no dan idea exacta, del tipo de impurezas que se forman en el momento en que empiezan a producirse. Resulta evidente que este es un hecho importante que se debe conocer, ya que puede auxiliar en el intento de eliminar más eficazmente esos subproductos, que en muchos casos alteran la calidad del producto.

Algunos de los métodos más conocidos son: el índice de refracción la variación en la conductividad térmica o resistencia eléctrica; el calor de reacción y el grado de alcalinidad o acidez del producto en formación. (2)

Entre otros métodos se seleccionó el calor de reacción, ya que la reacción es exotérmica lo cual es de mucha ayuda. Ahora bien, este método tiene como inconveniente que es necesario muestrear grandes cantidades del producto en el reactor para poder hacer la determinación y esto implica pérdida de tiempo y del producto. Por otra parte, la exactitud no corresponde a la deseada para estos casos, ya que existe un alto residuo de uno de los reactivos.

La solución parecía ser una destilación fraccionada, pero la cantidad de "colas" y "cabezas" que era necesario cortar para obtener productos del 94% al 98% de 2.2. Diclorovinil Dimetil Fosfato era muy alta, lo cual implicaba un costo mayor por servicios y personal.

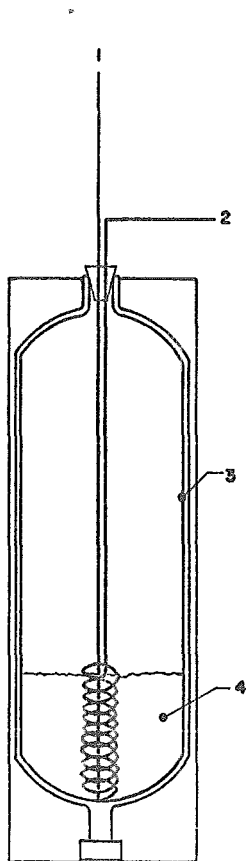
Por medio de la cromatografía de gases la concentración del producto, reactivos e impurezas se cuantifican normalmente y debido a esto se trata de controlar toda la reacción y por lo tanto conocer más precisamente su punto final.

Al utilizar el método calorimétrico se realiza también un conteo del exceso de los reactivos, resultando que siempre ambos se encontraron presentes. El análisis se lleva a cabo utilizando un volumen determinado del producto (2.2. diclorovinil dimetil fosfato) y se le agrega uno de los reactivos para producir la reacción, midiendo correlativamente la elevación de la temperatura. Esta temperatura, expresada gráficamente, mostrará la concentración del otro reactivo buscado.

En el primer análisis se buscaba tricloro acetaldehído (Cloral) y se agregaba como reactivo fosfito de trimetilo (Fosfito). En el segundo análisis se buscaba fosfito de trimetilo (Fosfito) y se agregaba como reactivo tricloro acetaldehído (Cloral).

Este tipo de análisis mostró siempre ser muy inexacto, ya que invariablemente se encontraron en el producto los dos reactivos, cuando sólo debía existir exceso de uno de ellos.

Fue esta la razón por la cual, constatándose el grado de error existente, se optó por utilizar la cromatografía de gases, incrementando con ello la confiabilidad y validez del análisis, ya que por este método se cuantificaba la prueba del producto terminado.



FACULTAD DE QUIMICA

UNAM

TESIS PROFESIONAL

APARATO PARA MEDICION POR CALOR
DE REACCION

JUAN MANUEL VALENCIA M.

APARATO PARA MEDICION DE CALOR DE REACCION.

1. - TERMOMETRO DE DECIMALES
2. - AGITADOR DE ACERO INOXIDABLE
3. - FRASCO DEWAR
4. - PRODUCTO MAS REACTIVO

Al emplear este último método, se procedió de la siguiente manera: se buscó una columna adecuada al tipo de producto, seleccionándose el tipo de soporte, el tipo del material del tubo, la longitud y diámetro óptimos y la fase líquida adecuada, de tal manera que se pudiese obtener una separación lo más clara posible de los componentes existentes. A continuación se buscaron las temperaturas de trabajo más favorables y la cantidad de muestras necesarias para obtener la respuesta deseada del producto; los reactivos y las impurezas.

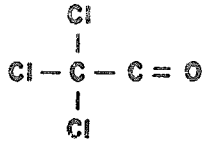
La columna seleccionada para el caso fue de 6 pies de longitud - por 1/8 de pulgada de diámetro interno empacada con Apiezon L al 3% en Cromosorb W. H. P. 80/100 mallas.

Las temperaturas utilizadas fueron de 190. C en el inyector 185. C en la columna, y 195. C en el detector.

El detector utilizado fue de conductividad térmica al cual se le suministraron 90 miliampers de corriente con Helio, como gas de acarreo a un flujo de 30 ML/MIN y haciéndose inyecciones de 5 MI (Microlitros).

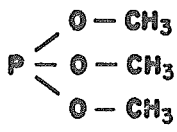
Se seleccionó helio debido a que su conductividad térmica es más alta que la del nitrógeno que es el gas de acarreo más comunmente utilizado en cromatografía.

Cromatógrafo utilizado Varian Aerograph modelo 1520, con su respectivo registrador modelo A - 30.



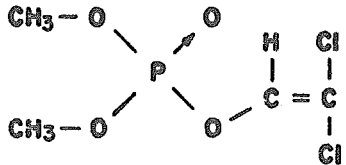
Tricloro acetaldehido (cloral)

Fosfito de Trimetilo (Fosfito)



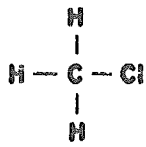
PRODUCTO

2.2. Diclorovinil dimetil fosfato (DDVP)

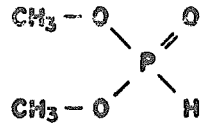


SUB'PRODUCTOS

Cloruro de Metilo



DIMETIL FOSFITO



EXPERIMENTACION

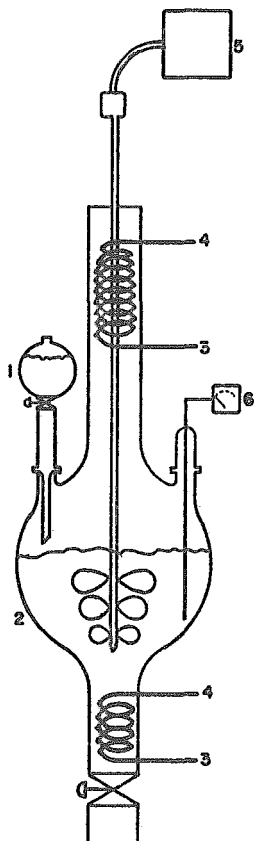
Como se mencionó anteriormente, este tipo de reacción es muy exotérmica, razón por la cual debió refrigerarse todo el sistema. Además para llevar a cabo el experimento, se utilizaron reactivos de grado técnico ya que ésta era la única forma de poder reproducir las condiciones normales de operación en la planta de fabricación.

En la planta la producción se lleva a cabo en un reactor de vidrio agitado, dentro del cual existe un serpentín de inmersión para controlar la temperatura de la reacción. Debe contarse además, con un condensador a fin de controlar la fuga de cualquiera de los reactivos, que poseen un mal olor característico y puntos de ebullición muy bajos.

Los pasos mismos del experimento son los siguientes:

1. - Adicional al reactor de vidrio agitado fosfito de trimetilo en la cantidad deseada.
2. - Adicionar lentamente tricloro acetaldehido a fin de provocar la reacción, cuidando evitar una pérdida excesiva de reactivos a causa del sobrecalentamiento.

En esta parte del proceso va a aparecer, además de subproducto de la reacción, un componente que no afecta el poder letal del insecticida, pero que en el 99% de los casos nunca puede eliminarse. Ello se debe a -



FACULTAD DE QUIMICA	UNAM
TESIS PROFESIONAL	
REACTOR DE PLANTA	
JUAN MANUEL VALENCIA M.	

REACTOR NORMAL DE LA PLANTA
PARA PRODUCIR D. D. V. P.

1. - TRICLORO ACETALDEHIDO (CLORAL)
2. - FOSFITO DE TRIMETILO
3. - ENTRADA DE AGUA FRIA
4. - SALIDA DE AGUA CALIENTE
5. - MOTOR Y MOTO REDUCTOR
6. - TERMOMETRO

que si el tricloroacetaldehido está un poco ácido se producirá invariable - mente la aparición de este subproducto. Otra razón para su aparición pue de ser la elevación de la temperatura por falta de control en el sistema de enfriamiento.

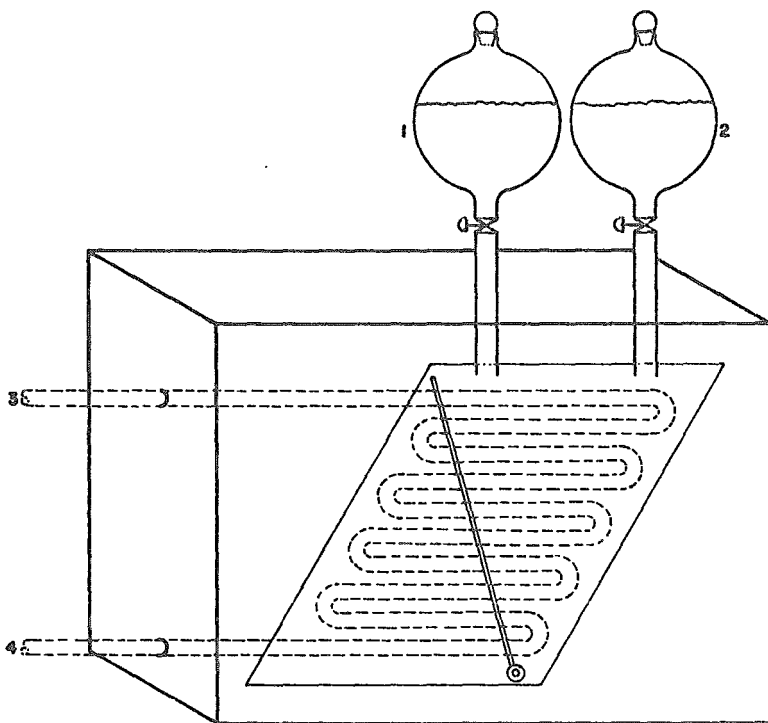
Existe otro método para la producción, el reactor de película, pa ra la obtención del 2.2. Diclorovinil Dimetil fosfato (DDVP).

Sin que se produzca tanto 2. clorovinil dimetil fosfato (CDVP), pe ro es muy complicado ya que requiere de la fabricación de equipo especial que tiene alto costo. Por otra parte este aspecto no es tan importante, pues to que productos de 90-96% son más que suficientes para la formulación de insecticidas no muy críticos.

El funcionamiento del reactor de película actúa como una limpia parabrisas. En efecto, se cuenta con una plumilla de teflón que posee un movimiento de vaivén muy lento, que corre sobre una placa de vidrio que se encuentra enfriada por la parte baja y a su vez se halla colocada en un sistema cerrado para la recolección del producto, evitando también la fuga de reactivos.

La pluma se halla en movimiento continuo y los reactivos se dejan caer uno a cada lado de la plumilla, con lo cual la reacción se realiza por contacto directo en una película muy fina y con mucho mejor enfriamiento.

3.- Para el caso del experimento se utilizó un matrás de 1/2 lt;



FACULTAD DE QUIMICA

UNAM

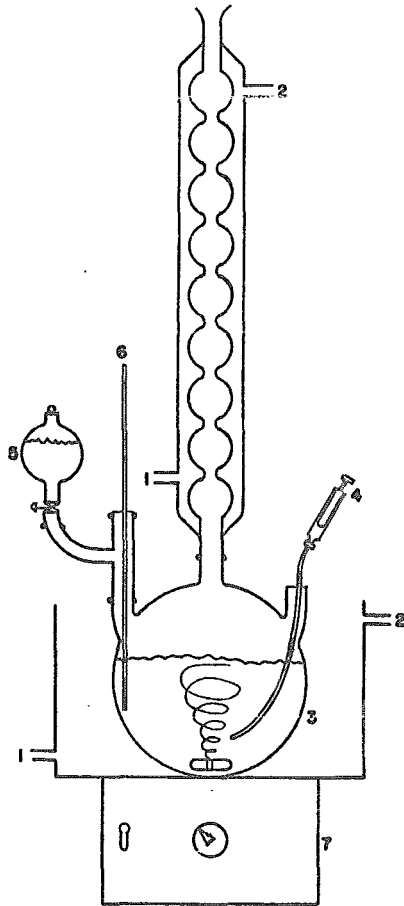
TESIS PROFESIONAL

REACTOR DE PELICULA

JUAN MANUEL VALENCIA M.

REACTOR DE PELICULA PARA PRODUCIR
D.D. V. P.

1. - FOSFITO DE TRIMETILO
2. - TRICLORO ACETALDEHIDO (CLORAL)
3. - ENTRADA DE AGUA FRIA.
4. - SALIDA DE AGUA CALIENTE



FACULTAD DE QUIMICA	UMAM
TESIS PROFESIONAL	
REACTOR DE LABORATORIO	
JUAN MANUEL VALENCIA M.	

REACTOR DE LABORATORIO PARA SEGUIR LA
VELOCIDAD DE LA REACCION DE D. D. V. P.

1. - ENTRADA DE AGUA FRIA
2. - SALIDA DE AGUA CALIENTE
3. - FOSFITO DE TRIMETILO
4. - EXTRACCION DE LA MUESTRA
5. - TRICLORO ACETALDEHIDO (CLORAL)
6. - TERMOMETRO
7. - AGITADOR ELECTROMAGNETICO

que posefa tres bocas esmeriladas, una boca contenfa un refrigerante en friado con agua de 3°C, y el reactor era a su vez enfriado también por medio del mismo baño de agua de flujo continuo a la misma temperatura. Una boca del matráz era para la obtención de la muestra que se debfa inyectar al cromatógrafo la otra era para un embudo de adición colocado en una (YE), junto con el termómetro. Todo este mecanismo debfa agitarse constantemente.

Esta reacción se llevó a ritmo continuo con toma de la muestra cada diez minutos, de la cual se inyectaron en el cromatógrafo cinco microlitros.

ANALISIS DE RESULTADOS

La primera muestra fue inyectada en los diez minutos iniciales obteniéndose un pico de concentración más grande que los demás, y el cual correspondía al Fosfito de Trimetilo, y unos picos pequeños correspondientes a la impureza de Fosfito de Trimetilo y al Tricloro Acetaldehído utilizado como el otro reactivo.

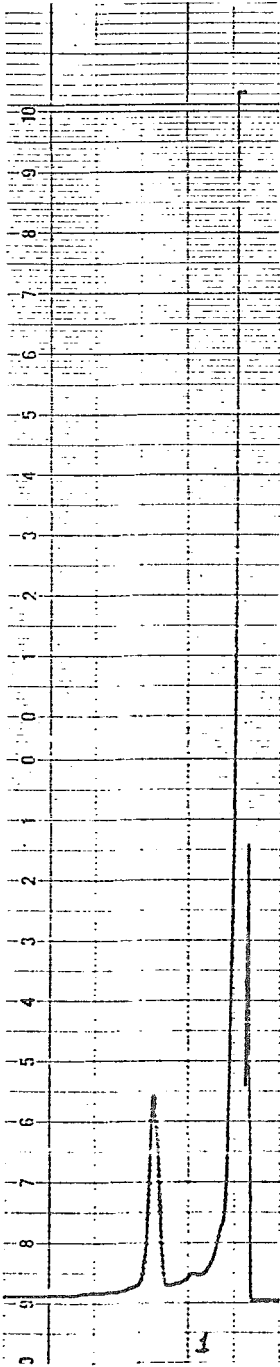
CROMATOGRAMA I

En la primera inyección se encuentran cinco picos correspondientes al total de la muestra inyectada.

Como puede observarse en este cromatograma, empieza ya la aparición de la impureza secundaria de la fabricación del insecticida, no pudiendo cuantificarse el fosfito de dimetilo debido a que no se realizó una buena separación en este punto.

1) Tricloro acetaldehído.	12.00%
2) Fosfito de Trimetilo.	73.87%
3) Fosfito de dimetilo.	Indeterminable
4) 2. Clorovinil dimetil fosfato.	0.28%
5) 2.2 diclorovinil dimetil fosfato.	13.83%

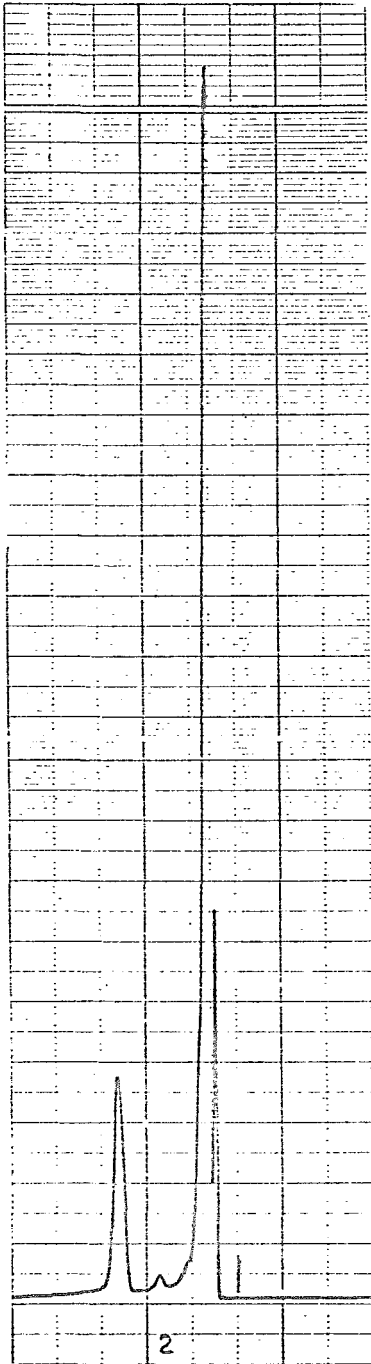
TOTAL: 99.98%



CROMATOGRAMA 2

En esta otra inyección se notará que se dió más tiempo del pre-fijado y el consumo del cloral fue mayor ya que existe en el pico una diferencia notaria con su similitud de la inyección 1. Además la impureza se define mejor y el producto de interés aumenta su concentración, Aquí el pico 3, tampoco es cuantificable.

1) Tricloro acetaldehido	9.06%
2) Fosfito de Trimetilo	70.13%
3) Fosfito de Dimetilo.	Indeterminable
4) 2, Clorovinil dimetil fosfato	0.78%
5) 2.2. Diclorovinil dimetil fosfato.	20.00%
	<hr/>
TOTAL:	99.97%

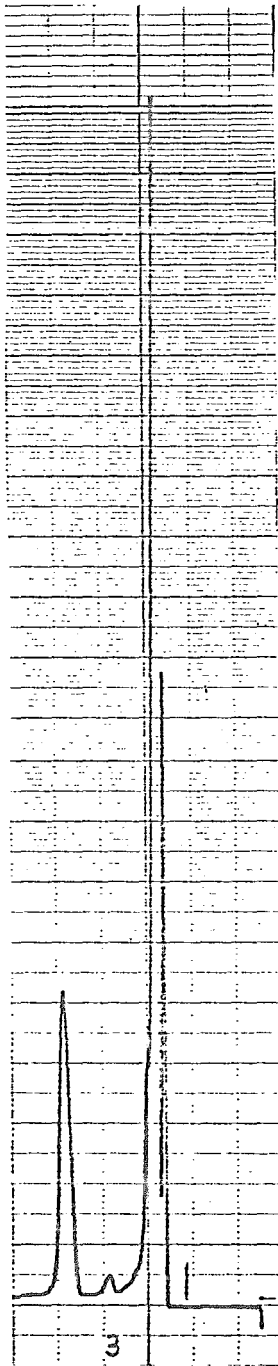


CROMATOGRAMA 3

En esta inyección se tuvo más cuidado para seguir la secuencia de tiempos y adición. Se notará que el pico 1 correspondiente a Cloral ya posee una proporción más real respecto a la reacción, así como la impureza y el producto se ven aumentados en concentración. Con respecto al pico 3 aun no se puede definir bien, por lo cual tampoco es cuantificable por el momento, la razón se debe a que es tan fuerte la señal del fosfito de trimetilo que no le da tiempo para separarse correctamente.

1) Tricloro Acetaldehido.	11.32%
2) Fosfito Trimetilo.	65.02%
3) Fosfito Dimetilo	Indeterminable
4) 2. Clorovinil dimetil fosfato	0.88%
5) 2.2. Diclorovinil dimetil fosfato.	22.70%

TOTAL: 99.98%

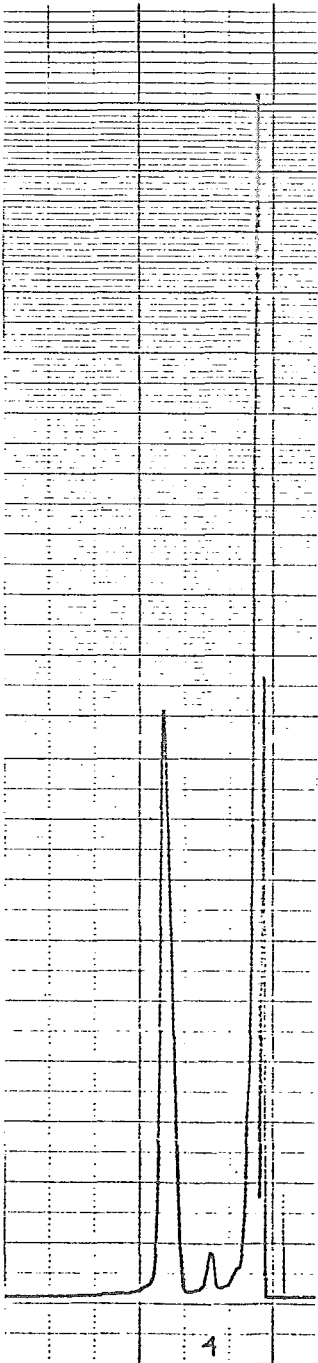


CROMATOGRAMA 4

En esta inyección se notará que la secuencia de tiempo se ha mantenido correcta, ya que el pico 1 correspondiente al cloral mantiene aproximadamente su altura y concentración y los picos 4 y 5 aumentan en relación directa al tiempo de la reacción.

Respecto al pico 3 aun no se puede calcular por falta de definición.

1) Tricloro Acetaldehído.	9.32%
2) Fosfito Trimetilo.	45.46%
3) Fosfito Dimetilo	Indeterminable
4) 2. Clorovinil Dimetil fosfato	1.53%
5) 2.2. Diclorovinil Dimetil fosfato	43.67%
	<hr/>
TOTAL:	99.99%

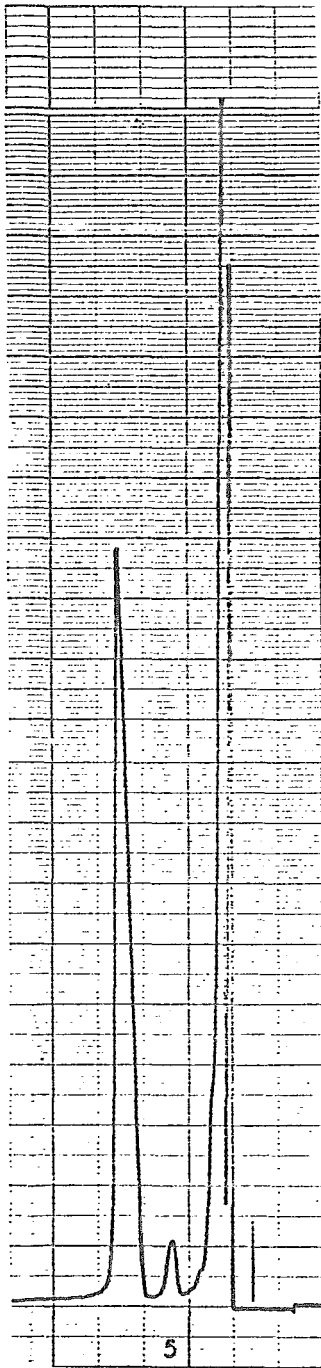


CROMATOGRAMA 5

En esta inyección el pico correspondiente al cloral aumenta debido a que se ha muestreado antes para conocer la realidad de la reacción. El pico 3 aun no puede separarse.

El pico 4 y 5 continúan desarrollándose normalmente, lo cual es inicio de que la reacción procede hacia el punto deseado.

1) Tricloro acetaldehido	12.84%
2) Fosfito Trimetilo.	33.49%
3) Fosfito Dimetilo.	Indeterminable
4) 2. Clorovinil dimetil fosfato.	2.79%
5) 2.2. Diclorovinil dimetil fosfato	50.86%
	<hr/>
TOTAL:	99.98%

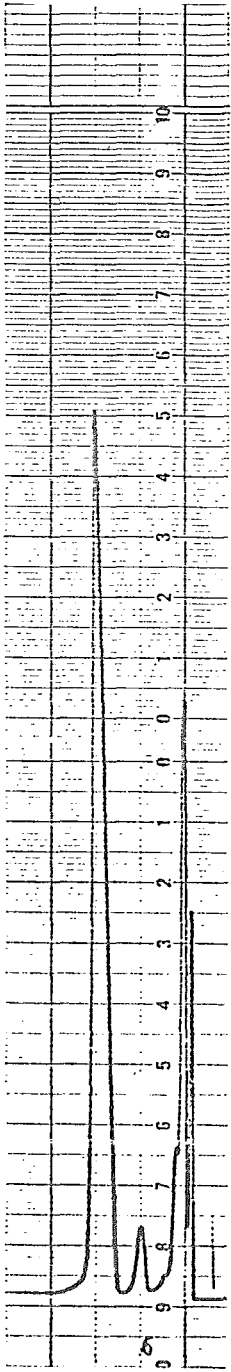


5

CROMATOGRAMA 6

En esta inyección se observa como los picos 1 y 2, correspondientes a los reactivos casi son iguales. El pico 3 hasta este momento no se ha definido bien. El pico de la impureza permanece constante o se nota un aumento muy pequeño y el producto de interés, que está representado por el pico 5, ya posee una concentración muy superior a la suma total de los reactivos.

1) Tricloro Acetaldehido.	6.22%
2) Fosfito Trimetilo.	18.17%
3) Fosfito Dimetilo.	4.93%
4) 2. Clorovinil dimetil fosfato.	3.81%
5) 2.2. Diclorovinil dimetil fosfato.	66.85%
	<hr/>
TOTAL:	99.98%

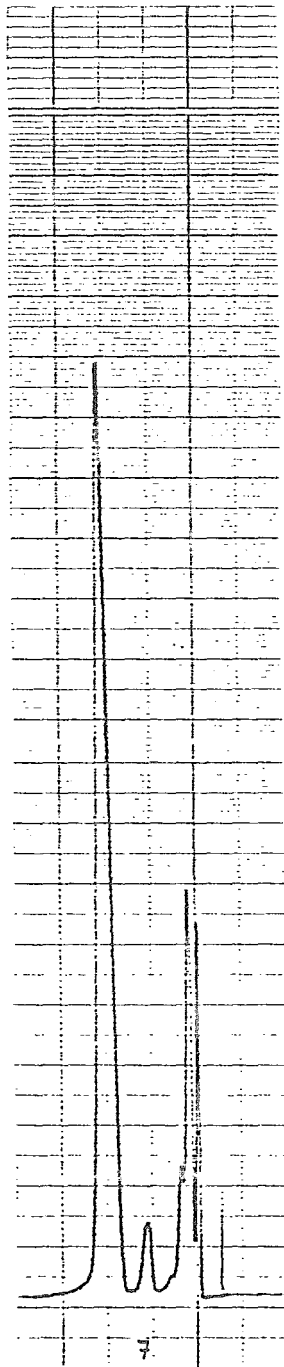


CROMATOGRAMA 7

Para este caso los reactivos casi se han igualado. La impureza que está representada por el pico 3 se define un poco mejor que en el anterior cromatograma. El pico 4, que es un subproducto de poco interés, aumenta ahora su concentración pero sin que la variación sea muy alta.

En cuanto al producto de interés, ya está aproximándose a su máxima concentración, de la que no será posible hacerlo cambiar notablemente.

1) Tricloro Acetaldehido.	6.19%
2) Fosfito Trimetilo.	5.70%
3) Fosfito dimetilo.	2.49%
4) 2. Clorovinil dimetil fosfato.	4.01%
5) 2.2. Diclorovinil dimetil fosfato.	81.58%
<hr/>	
TOTAL:	99.97%

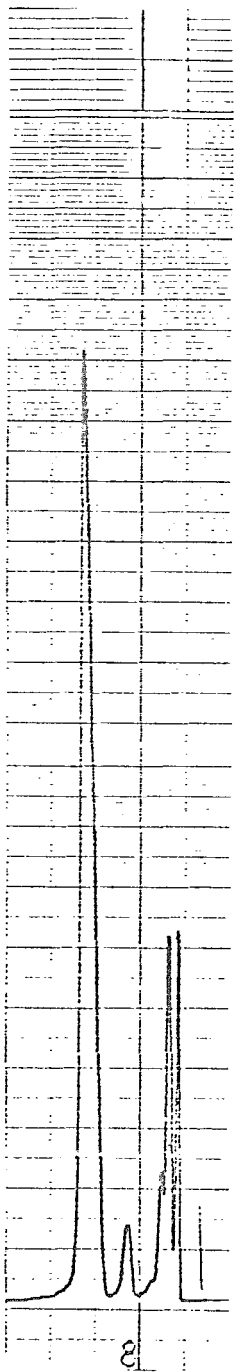


CROMATOGRAMA 3

En el siguiente análisis se encontró que el pico 3, correspondiente al fosfito de dimetilo, aumentaba y disminuía con el tiempo lo cual hace suponer que está reaccionando con el cloral, para dar otro insecticida que es un sólido blanco llamado difterex, pero el que se disuelve en el producto de la reacción. Este hecho puede suponerse ya que si fuera otra impureza ésta tendría un aumento proporcional con el tiempo de la reacción, y no es así. Este producto nuevo no aparece separado ya que con la temperatura alta de la inyección se descompone a 2.2. diclorovinil dimetil fosfato.

Respecto a los picos 1,2, y 4. no se nota un gran cambio, pero el pico 5 del producto continúa aumentando su señal respecto al aumento en la concentración.

1) Tricloro Acetaldehido	4.61%
2) Fosfito de Trimetilo.	5.53%
3) Fosfito de dimetilo.	2.68%
4) 2. Clorovinil dimetil fosfato.	4.09%
5) 2.2. Diclorovinil dimetil fosfato.	82.99%
	<hr/>
TOTAL:	99.99%

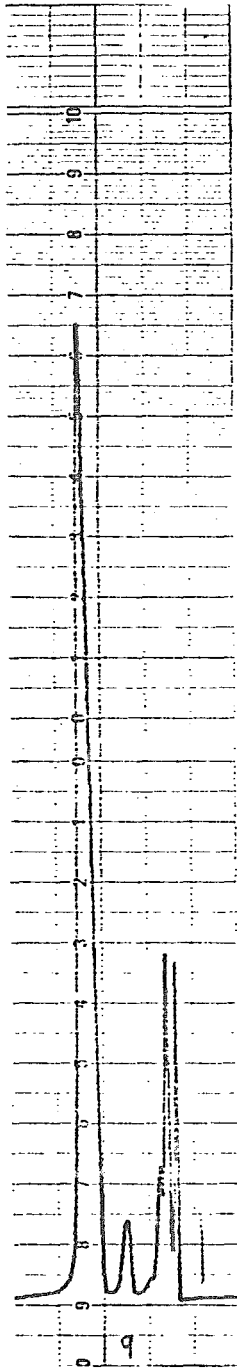


CROMATOGRAMA 9

En esta inyección se nota que los reactivos están reaccionando cons tantemente. El pico 3, ya se define un poco mejor, pero su concentración no varía notablemente. Con respecto a la impureza, ésta casi permanece, pero el producto de interés continúa aumentando. Se había señalado que el pico 3, correspondería al fosfito de dimetilo, lo que ayudaría a la formación del difterex, que al momento de ser inyectado en un cromatógrafo se descompone - formando 2.2. diclorovinil dimetil fosfato, debido a que es un producto termo sensible y la temperatura a la que se inyecta es muy alta.

1) Tricloro Acetaldehido	4.21%
2) Fosfito de Trimetilo	6.07%
3) Fosfito de dimetilo	2.86%
4) 2. Clorovinil dimetil fosfato.	4.17%
5) 2.2. Diclorovinil dimetil fosfato	82.66%

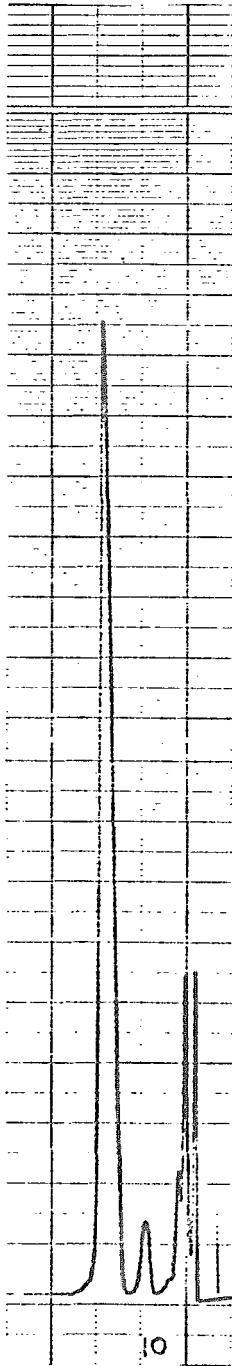
TOTAL: 99.97%



CROMATOGRAMA 10

En esta inyección no se nota ninguna variación en las reacciones de los picos. La variación en la concentración del 2,2. diclorovinil dimetil fosfato es ya muy pequeña al igual que en reactivos e impurezas.

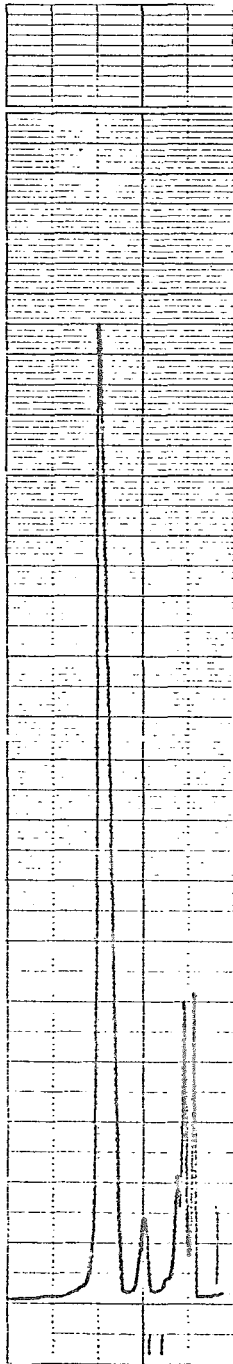
1) Tricloro Acetaldehido	3.99%
2) Fosfito de Trimetilo	6.07%
3) Fosfito de dimetilo	2.88%
4) 2. Clorovinil dimetil fosfato	3.90%
5) 2.2. Diclorovinil dimetil fosfato	83.14%
	<hr/>
TOTAL:	99.98%



CROMATOGRAMA 11

En esta muestra no se observa ningún cambio en los primeros 4 picos, aunque el pico correspondiente al producto continúa aumentando.

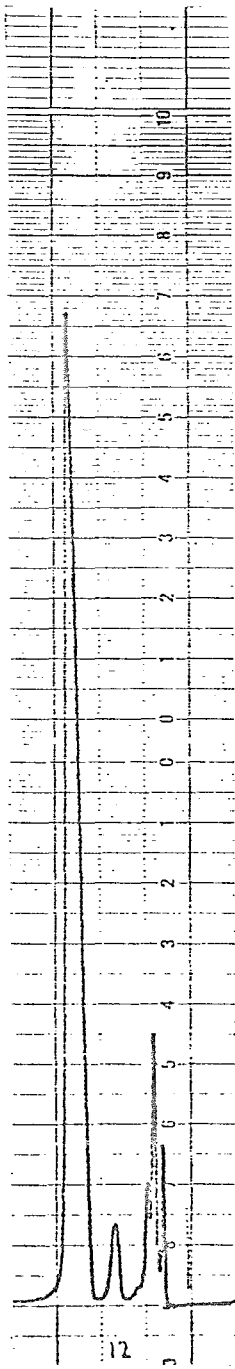
1)	Tricloro Acetaldehido	4.00%
2)	Fosfito de Trimetilo	5.99%
3)	Fosfito de Dimetilo	2.80%
4)	2. Clorovinil dimetil fosfato	3.95%
5)	2.2. Diclorovinil dimetil fosfato	83.28%
TOTAL:		<hr/> 100.02%



CROMATOGRAMA 12

En el cromatograma II, se dejó de adicionar cloral y se notó que se presenta rápidamente una reducción en su concentración que no corresponden a la real, ya que tendría que existir una disminución del fosfito de trimetilo en la misma proporción. Este hecho comprueba la teoría de que el cloral está reaccionando con algún otro reactivo en el proceso y por esta razón cae rápidamente su concentración mientras que los otros productos no se alteran.

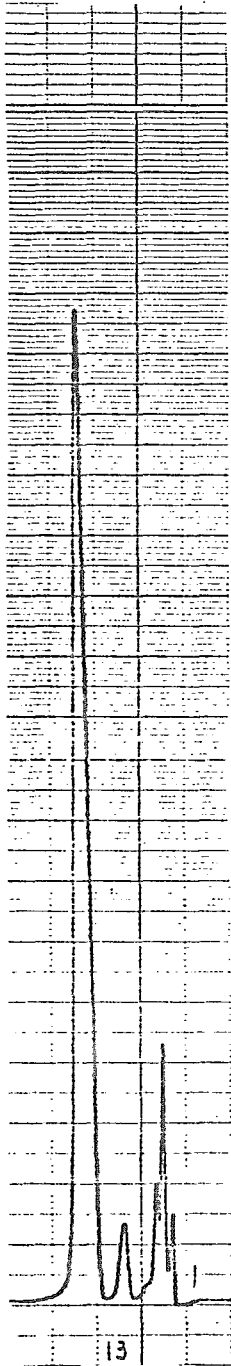
1) Tricloro Acetaldehido	3.17%
2) Fosfito de Trimetilo	5.97%
3) Fosfito de dimetilo	2.54%
4) 2. Clorovinil dimetil fosfato	4.06%
5) 2.2. Diclorovinil dimetil fosfato.	84.23%
	<hr/>
TOTAL:	99.97%



CROMATOGRAMA 13

Puede verse que en este cromatograma se presenta una pequeña disminución en el pico 2 y una reducción de la mitad del pico 1, lo cual es indicio de que el cloral sigue reaccionando, mientras que, los otros productos y los picos casi no se verán alterados cuando termine la reacción.

1) Tricloro Acetaldehido	1.98%
2) Fosfito de Trimetilo	5.93%
3) Fosfito de Dimetilo	2.71%
4) 2. Clorovinil dimetil fosfato	5.00%
5) 2.2. Diclorovinil dimetil fosfato.	84.35%
	<hr/>
TOTAL:	99.99%



Como se ha podido apreciar en la serie de cromatogramas presentados, la reacción se lleva a cabo continuamente y se nota el consumo de los reactivos, además de la aparición de ciertas impurezas junto con el producto de interés.

Es posible que en el cálculo real de las concentraciones exista un error de $\pm 1.5\%$ debido a que el cálculo de las áreas en forma manual puede inducir a un error alto para una persona con cierta experiencia. Si se hubiera contado con un sistema más fino para el manejo de los datos cromatográficos, el error en los cálculos hubiera sido aproximadamente de $\pm 0.25\%$, por otra parte estos sistemas nos dan los datos de tiempo de retención de cada componente, con lo cual es mucho más fácil identificar cada uno de los picos.

Otra ventaja de estos sistemas es que tienen la posibilidad de mover válvulas salenoides, por lo que se puede muestrear automáticamente el producto e introducirlo en el cromatógrafo eliminando otro error como el de la inyección, además de que ahorra mucho tiempo al calcular los picos, indicando las concentraciones de cada uno.

CONCLUSIONES

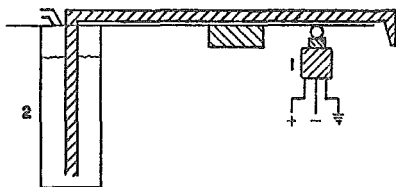
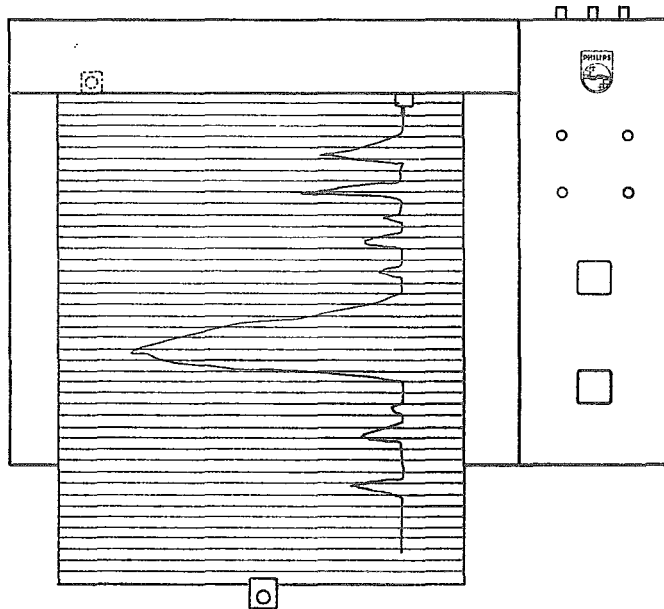
Resumiendo la experimentación analizada en este trabajo, a continuación se indican los principales pasos seguidos:

1) Inyección de los reactivos solos para conocer su tiempo de retención y así ver si no se sobremontan; si esto pasara, se buscaría una columna adecuada al tipo de trabajo a desarrollar.

2) Introducción en la columna del producto que debe obtenerse para ver si posee el mismo tiempo de retención de algún reactivo. Estando bien definida esta parte del proceso, se puede iniciar el trabajo y obtener un producto final de más alta calidad, sin necesidad de hacer otros pasos de purificación.

3) Instalar en el registrador un switch que reaccione con un toque de la base de la pluma, cuando ésta llegue a la altura adecuada, es decir, correspondiente a la máxima concentración, que es posible obtenerse. Este switch deberá mandar una señal, la cual pararía todo el proceso.

Aquí la inyección tendría que ser manual y por lo tanto existiría error en el cálculo final de concentración del producto. Si se dispusiera de un sistema de manejo de datos cromatográficos esta operación sería mas sencilla, ya que este sistema controlaría válvulas solenoides para los reactivos y una válvula solenoide para muestrear el producto, (sean gases o -



FACULTAD DE QUIMICA	UNAM
TESIS PROFESIONAL	
DIAGRAMA PARO DE PROCESO POR ALTURA PICO CARACTERISTICO	
JUAN MANUEL VALENCIA M.	

DIAGRAMA DEL PARO DEL PROCESO POR
ALTURA MAXIMA DEL PICO CARACTERISTICO.

1. - MICROSWITCH

2. - PLUMA

líquidos) e introducirlo al cromatógrafo.

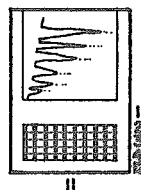
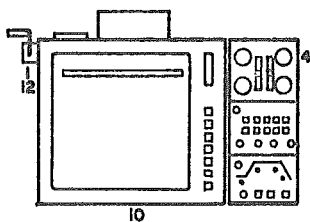
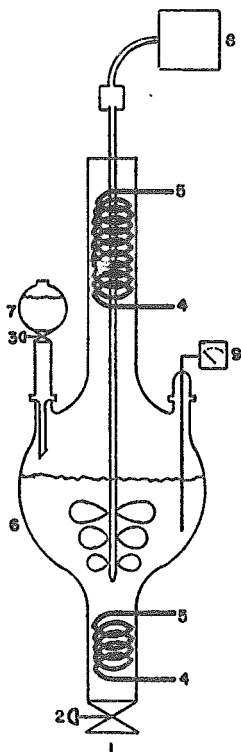
A éste mismo sistema se le indican proporciones permisibles de impurezas y de productos de interés y cuando llegue a las condiciones prefijas para todo el proceso.

Se considera que una gran cantidad de los procesos que existen actualmente, en la industria química podrían controlarse por este medio analítico, ya que es muy rápido, además de que puede cubrir un rango muy amplio de sustancias para analizar .

Si el proceso fuese en forma gaseosa, estos aparatos pueden tener válvulas adecuadas para inyectar gases, o pueden trabajar en forma criogénica para hacer más fácil el proceso analítico.

Si estuviesen más de dos reactivos, la única condición a seguir es que primero cada uno debe ser determinado por separado para conocer su colocación dentro de un proceso cromatográfico, pudiendo a continuación inyectar ya las sustancias del proceso.

Existen ciertos tipos de productos que se descomponen con la temperatura al ser inyectados en un cromatógrafo de gases. En este caso se recomiendan dos cosas: (a) trabajar con un cromatógrafo líquido de alta presión y escoger el detector adecuado a las necesidades; (b) derivar la muestra a través de una silylación o de una metilación y de esta manera ya poder inyectarla para conocer nuestro producto.



FACULTAD DE QUIMICA	UNAM
TESIS PROFESIONAL	
PROCESO CONTROLADO AUTOMATICAMENTE POR UN CROMATOGRFO E INTEGRADOR	
JUAN MANUEL VALENCIA M	

PROCESO CONTROLADO AUTOMATICAMENTE
POR UN CROMATOGRUFO E INTEGRADOR.

1. - DESCARGA Y TOMA DE MUESTRA EN FORMA AUTOMATICA.
2. - VALVULA SOLENOIDE CONTROLADA POR INTEGRADDOR -1
3. - VALVULA SOLENOIDE CONTROLADA POR INTEGRADDOR -2
4. - ENTRADA DE AGUA FRIA
5. - SALIDA DE AGUA CALIENTE
6. - FOSFITO DE TRIMETILO
7. - TRICLORO ACETALDEHIDO (CLORAL)
8. - MOTOR Y MOTOREDUCTOR
9. - TERMOMETRO
10. CROMATOGRUFO
11. INTEGRADOR-GRUFIGADOR
12. VALVULA MUESTREADORA CONTROLADA POR INTEGGRADOR -3

La serie de experimentos aquí presentados permite concluir que en una compañía de mediano o limitado capital, que no se encuentra capacitada para poder controlar automáticamente un proceso, este sistema es adecuado por su bajo precio y su alta exactitud.

Por lo tanto se propone que así como este instrumento analítico tan poderoso se utiliza para controlar calidad, también se llegue a utilizar como un método para determinar el final de una reacción. Ello contribuirá a aumentar la producción y calidad, al mismo tiempo que se disminuye una gran cantidad de procesos secundarios de purificación existentes en la actualidad.

En nuestro proceso este sistema se trató de implantar pero por la adquisición de nuevo equipo y la construcción de la nueva planta no fué posible adquirir el integrador que se nos ofrecía, pero esto nos benefició ya que en la actualidad existen equipos con mayor capacidad de control y manejo de datos muy necesarios en el control de procesos.

Siendo tan importante este tipo de sistema en el control de calidad e investigación, con más de 500 cromatógrafos funcionando en la actualidad y un promedio de 40 a 50 que se venden anualmente en la República pienso que muchos de estos equipos se podrían utilizar para control de proceso directamente y así poder encontrar el punto final de una reacción.

Al determinar estos finales de reacción con una mayor exactitud ahorraremos en pasos secundarios y por lo tanto los costos se abajen dando lugar a una disminución en el precio de venta, con lo cual la economía general se beneficia, teniendo nosotros una buena utilidad.

1. - ZWEIG GUNTER., ANALITICAL METHODS FOR PESTICIDES, PLANT GROWTH REGULATOR AND FOOD ADDITIVES, U.S.A. 1970-1973.
I 189-225, II 199-208, 561-679.
2. - DABRIO B.M.V., CROMATOGRAFIA DE GASES, ALHAMBRA, MEXICO 1975.
I 65-82, 98-106, 44-48; II 41-46, 58-66, 93-98.
3. - MC. NAIR H. BASIC GAS CHROMATOGRAPHY, VARIAN AEROGRAPH U.S.A. 1976.
64-66, 71-79, 180, 247-258.
4. - GASCOL; TEORIA Y PRACTICA DE LA CROMATO-
GRAFIA EN FASE GASEOSA PUBLICACIONES DE LA
JUNTA DE ENERGIA NUCLEAR. ESPAÑA 1970.
100-112, 331-347, 355-378.
5. - HADEN N; GAS CHROMATOGRAPHY APLICATIONS,
VARIAN AEROGRAPH. U.S.A. 1973.
8-1-c, 8-2-b, 8-3-c, 8-4-c, 8-5-c, 8-7-c, 8-6-c.
6. - TRANCHANT J; MANUAL PRACTICO DE CROMATO-
GRAFIA EN FASE GASEOSA, MASOON ET CIE
PARIS FRANCIA 1972.
86-98, 121-126, 131-133, 262-165, 267-269, 289-290.
7. - HAMMARSTRAND K; GAS CHROMATOGRAPHIC
ANALISIS OF PESTICIDES VARIAN AEROGRAPH
U.S.A. 1976.
21, 22.
8. - J. CHROMATOC. SCI
11, 11-136 (1973); 14, 68-345 (1973).

9. - A GUIDE TO THE ANALYSIS OF PESTICIDES BY GAS
CHROMATOGRAPHY POLYSCIENCE CORPORATION
U.S.A. 1969.
25, 85.

10. - HAND BOOK OF CHROMATOGRAPHY II, UNITED
PRESS U.S.A. 1975
425-512.