



CURSO EL CONTROL DE CALIDAD EN FABRICACION TECNICAS Y EQUIPOS



ING. QUIMICO ESTUARDO MONROY

GUATEMALA, C. A.

ingmonroy@inteln.net.gt

CONCEPTOS DEL CONTROL DE CALIDAD AZUCARERO DEL MANUAL DE CAÑA Y AZUCAR, Spencer-Meade

- El Químico equivale en la fabrica al auditor en el departamento de contabilidad.
- Es deber del químico seguir la trayectoria de la Sacarosa (Pol) y localizar las pérdidas para su inmediata corrección
- A menudo se requiere de realizar investigación, en conexión a mejoras con el equipo o en los procesos
- El laboratorio debe ser un centro de entrenamiento para los futuros superintendentes.
- Es imperativo que todas las muestras de control sean representativas y que su integridad este fuera de toda duda u objeción.
- Los instrumentos y los métodos deben ser los adecuados al trabajo que se va a efectuar.
- En aquellos casos en los que se requiera la exactitud practicable mas elevada, como en el caso de las materias primas y los productos, no se debe omitir detalle alguno.

ORGANIZACIÓN TÍPICA DE CONTROL DE CALIDAD



CONTROL DE CALIDAD DE LA CAÑA



Puntos críticos del Control de calidad en la caña

Punto óptimo de madurez

- Determinación de Brix
- Determinación de Pol (Sacarosa)
 - Determinación de pH
 - Determinación de Acidez
- Determinación de Azúcares reductores
- Determinación de Dextrana

Calidad al ser cosechada

- Determinación de Brix
- Determinación de Pol (Sacarosa)
 - Determinación de pH
 - Determinación de Acidez
- Determinación de Azúcares reductores
- Determinación de Dextrana

Equipos y Tecnologías típicas en laboratorio de caña



Tomamuestras de caña



Desfibradora de caña



Prensa Hidráulica



Molino "cubano"

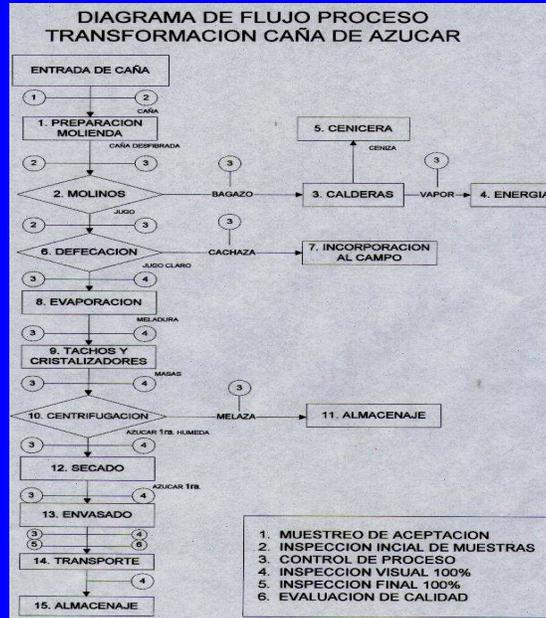


Sistemas Near



Polarímetro y Refractómetro

Puntos críticos del Control de calidad en el proceso en fabricación



AREAS DE CONTROL DE CALIDAD EN FABRICACION POR TIPO DE PRODUCTO

JUGOS

MASAS, MAGMAS Y MIELES

BAGAZO Y CACHAZA

AGUA CALDERAS

AZUCAR

Análisis típicos en fabricación

POL

BRUX HIDROMETRICO
O REFRACTOMETRICO

pH

% AZUCAR REDUCTOR

TURBIDEZ

VITAMINA A

GRANULOMETRIA

CENIZAS

HUMEDAD

COLOR ICUMSA

Equipos y tecnologías típicas en laboratorio de fabricación



Polarímetro y Refractómetro



Cristalería en Gral.



Hidrómetro Brix y Polarímetro de cañón



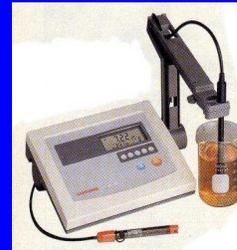
Colorímetro Azúcar



Refractómetro Brix



Espectrofotómetro



pH metro

Equipos y tecnologías típicas en laboratorio de fabricación



Destilador



Horno-Balanza-Desecador



Mezcladores



Desfibrador de bagazo



Mezclador



Turbidímetro



Titulador

Metodologías comunes ... Análisis de humedad en azúcar

• **Propósito:**

Estandarizar las determinaciones de humedad en muestras de azúcar, aplicando los diferentes métodos existentes en los laboratorios de control de calidad de la industria azucarera.

• **Definiciones:**

Humedad: Cantidad de agua no molecular que contiene una sustancia dada, para este caso, el agua presente en el azúcar granulada.

• **Humedad de Azúcar Método Horno convencional:**

Materiales y equipo:

- Balanza analítica con precisión de 0.0001 g.
- Cápsula de aluminio o caja especial para humedad
- Desecadora con sílica con indicador de humedad
- Espátula
- Horno convencional

Procedimiento:

- 1 Colocar en un horno convencional, tres cápsulas previamente numeradas.
 - 2 Calentar el horno a 105 °C durante 30 minutos.
 - 3 Sacar los recipientes y colocarlos en una desecadora hasta que se enfríen, (15 minutos).
 - 4 Pesar los recipientes (tara) y anotar el resultado de cada recipiente.
- Pesar en cada recipiente, entre 25.0000 ± 0.0001 gramos de muestra. Anotar la masa de cada muestra pesada. La "masa inicial" es la suma de la tara más la masa de la muestra. Calentar 3 horas en el horno a 105 °C.
- 6 Sacar los recipientes del horno y colocarlos en una desecadora hasta que se enfríen, esto lleva alrededor de 15 minutos.
 - 7 Pesar en balanza analítica. Anotar la masa de cada recipiente, debiendo denominarle "masa final".

Cálculos:

$$\% \text{ humedad} = \frac{\text{masa inicial} - \text{masa final}}{\text{masa muestra}} \times 100$$

Promediar el resultado de los 3 análisis.

Metodologías comunes ... Análisis de Brix Refractométrico

- **Propósito:**

Estandarizar los análisis de Brix por refractómetro en los diferentes materiales del proceso de fabricación de azúcar.

- **Definiciones:**

Brix: es una medida del % en peso de sólidos disueltos en una solución. Esto es, gramos de sólidos disueltos por cada 100 g de solución. En el caso de la determinación de brix por refractómetro, se le denominan a los sólidos disueltos, sólidos refractométricos.

Refractómetro: aparato que mide ópticamente el grado Brix de la solución.

- **Brix por refractómetro:**

Materiales y equipo:

Balanza semi analítica
Beaker de 100 ml
Embudo.
Gotero plástico.
Papel filtro (grado 226)
Papel suave
Pizeta con agua destilada
Refractómetro.
Vasos de acero inoxidable de 1 L.

- **REFRACTOMETRO**

Nota importante: asegurarse que el refractómetro se encuentre en un ambiente estable, conectado preferiblemente al tomacorriente con protección UPS y con un sistema de circulación de agua a temperatura constante. La limpieza del prisma del refractómetro es indispensable para obtener una buena lectura. Por lo general, basta hacerla con un paño suave, limpio y humedecido con agua destilada. No usar ningún otro tipo de líquido para su limpieza.

Generalmente para la operación del aparato se deben seguir los siguientes pasos: encender el refractómetro, limpiar el prisma del refractómetro, agregar agua destilada y oprimir la tecla de lectura debiendo dar un resultado de cero Brix, si no da ese resultado, volver a limpiar. Este procedimiento de regulación del aparato es aplicable a cada uno de los diversos materiales a analizar (jugos, meladuras, masas, magmas, azúcar, etc.)

Metodologías comunes ... Análisis de Brix Refractométrico

- **Procedimiento:**

- Ver en la Tabla 1 según el tipo de producto, si es o no necesario preparar previo una solución 1:1 peso / peso. Una solución 1:1 se prepara pesando iguales cantidades de muestra y agua. Agitar suficiente hasta que la muestra se disuelva perfectamente.
- Colocar en la unidad óptica del refractómetro, la cantidad de muestra necesaria para tomar la lectura.
- Leer el Brix indicado en el refractómetro.
- Anotar el resultado
- Ver los cálculos que deben hacerse en la Tabla No. 1.

- **Cálculos:**

Los cálculos que aparecen en la Tabla No. 1, se han elaborado de acuerdo a la siguiente fórmula:

$$\text{Brix} = \text{Factor de dilución} \times [\text{Lectura Brix} + (\text{Temperatura} - 20) \times 0.03]$$

Tabla No. 1:

| Producto | Dilución | Fórmula para el cálculo |
|---|----------------------|--|
| Jugos y Meladuras | 1:1 No se efectúa | $\text{Brix} = \text{Lectura Brix} + (\text{Temperatura} - 20) \times 0.03$ |
| Masas, Cristalizados, Magmas, Miel 1a., Miel 2a. y Miel final | Se hace | $\text{Brix} = 2 \times [\text{Lectura Brix} + (\text{Temperatura} - 20) \times 0.03]$ |

Metodologías comunes ... Análisis de vitamina A

- 1. Propósito:**
Estandarizar la determinación de vitamina A en el azúcar fortificada, por espectrofotometría.
- 2. Definiciones:**
Enriquecimiento de azúcar con vitamina "A" para ayuda de la desnutrición de la niñez.
- 3. Principio del método:**
Este método es una adaptación simplificada del método usado por el Laboratorio Unificado de Control de Alimentos (LUCAM) del Ministerio de Salud de Guatemala, que se basa en el propuesto por Arroyave y Funes (1974). El procedimiento como está descrito utiliza 5-10 veces menos cantidad de reactivos que el original, tiene una exactitud y recuperación semejantes, y su precisión aunque un poco menor, es muy satisfactoria (<3 %). Consiste en la extracción del palmitato de retinol en hexano. La concentración de retinol es determinada por su absorbancia a 325 nm. El método usualmente no requiere la destrucción del retinol por irradiación con la luz, porque la absorbancia a 325 nm del extracto orgánico es debida esencialmente al retinol presente en el azúcar.
- 4. Puntos Críticos y Precauciones:**
Se recomienda el uso de tubo de ensayo con rosca o balones color ámbar para que no se degrade el retinol. Una vez que el palmitato de retinol se ha extraído en la fase orgánica, el análisis no debe interrumpirse. Además debe trabajarse rápidamente para evitar la evaporación de los solventes. Se requieren campanas de extracción de gases.
El método usualmente no requiere la corrección de la absorbancia por una segunda lectura después de la destrucción del retinol por luz ultravioleta. Sin embargo, es preciso preparar un blanco experimental con azúcar sin fortificar de la misma procedencia que el azúcar fortificada. Este blanco debería dar una absorbancia menor a 0.050.
- 5. Equipo:**
Agitador tipo Vortex
Baño de Agua (50-60°C)
Espectrofotometro UV/Vis (325 ó 340 nm)
- 6. Materiales:**
Balones volumétricos de 50 y 100 ml color ámbar
Beaker de 50 y 100 ml
Celdas de cuarzo 1 mm
Erlenmeyer de 250 ml
Pipetas volumétricas de 5 y 10 ml
Pipetas pasteur
Tubo de ensayo de 20 ml con tapón
Varillas de vidrio

Metodologías comunes ... Análisis de vitamina A

- 1. Reactivos:**
Etanol Absoluto p.a. 99.8%
Fenoltaleína p.a. 1 % p/v
n-hexano p.a.
Hidróxido de Sodio 0.1 N
- 2. Preparación de Reactivos:**
Solución de Fenoltaleína. Pesar en un beaker de 50 ml 2.5 gramos de fenoltaleína y disolver en etanol absoluto y transferir la solución a un balón de 250 ml aforar hasta la marca con etanol.
Guardar la solución en frasco de vidrio color ámbar, en un lugar fresco.
- 3. Hidróxido de Sodio 0.1 N.**
Solución de Hidróxido de Sodio 0.1 N (NaOH). Pesar en un beaker de 50 ml, 4.0 gramos de Hidróxido de sodio en perlas, disolver con agua destilada completamente y transferir la solución a un balón de 1000 ml, aforar hasta la marca con agua destilada.
Guardar en frasco polietileno en un lugar fresco.
- 4. Procedimiento:**
En un beaker de 100 ml pesar 20.0000 gramos de azúcar, registrando el peso exacto, y disuelva con 60-70 ml de solución de hidróxido de sodio 0.1N. Disolver completamente. Prepare un blanco de reactivos solamente con hidróxido de sodio 0.1N y llevándolo a través de los mismos pasos del procedimiento que las muestras.
Incube en baño de agua a 50-60 °C por 15 min. Deje en reposo a temperatura ambiente hasta que las soluciones se enfrien. Agregue 2-3 gotas de fenoltaleína 1 % p/v.
Transfiera cuantitativamente a un balón volumétrico de 100 ml. Lavar varias veces el beaker con pequeñas cantidades de solución de hidróxido de sodio 0.1 N y transfiera los lavados al balón y afore hasta la marca.

Metodologías comunes ... Análisis de vitamina A

Transfiera 4 ml de la solución preparada en el paso (4) a cada uno de tres tubos de ensayo de 20 ml con tapón. Con el propósito de analizar cada solución por triplicado.

Agregar 4 ml de etanola absoluto a cada tubo. Mezclar bien por 5 segundos.

Medir 5 ml de hexano con una pipeta volumétrica y luego agregarlo cuidadosamente a cada uno de los tubos del paso (6). Tapar inmediatamente y agitar con suficiente intensidad por tiempo de 30 segundos, para asegurar la extracción completa del retinol. Destape ligeramente los tubos para aliviar la presión de los gases. La fase acuosa es de color fucsia y mientras que la fase orgánica es incolora. A la mayor brevedad posible, transfiera con una pipeta pasteur la solución de hexano a una celda de espectrofotómetro de 1 cm de paso de luz, y lea su absorbancia a 325 nm. Ajuste continuamente el cero del instrumento con hexano. Si no se dispone de un espectrofotómetro con luz ultravioleta, puede leerse en un espectrofotómetro de luz visible que alcance longitudes de onda inferiores a 360 nm, aunque en este caso la sensibilidad del método se reduce (ver cuadro 1).

1. Cálculos:

Sustraiga la absorbancia promedio del blanco de reactivos de la absorbancia de las muestras.

La concentración de retinol en las muestras de azúcar se calculan según la ecuación siguiente:

$$P. \text{ de retinol } (\mu\text{g/g}) = \frac{\text{Abs}_{\text{correctada}}}{e} \times \frac{V_h}{V_{\text{az}}} \times \frac{V_i}{P} \times \frac{FC_{\text{exp}}}{R} \times FC$$

en donde;

$$\text{Abs}_{\text{correctada}} = \text{Abs}_{\text{muestra}} - \text{Abs}_{\text{blanco}}$$

$\text{Abs}_{\text{blanco}}$ es el promedio de tres lecturas, y que debería ser menor de 0.050

Metodologías comunes ... Análisis de cenizas sulfatadas

• PROPOSITO

Determinar mediante gravimetría las cenizas sulfatadas de azúcar crudo, blanco, y relinado, jugos, Jarabes y mieles.

• PRINCIPIOS

Las cenizas se determinan gravimétricamente después de incineraciones sucesivas a 550 °C y 650 °C con ácido sulfúrico. Se necesita una doble sulfatación para asegurar la conversión de las cenizas a la forma sulfatada. El resultado que incluye las cenizas solubles, e insolubles en agua se expresa como cenizas sulfatadas.

■ REACTIVOS

Crisol de Porcelana o Platino.
Plato de calentamiento.
Mufa.
Desecador.

C. PREPARACIÓN DE SOLUCIONES:

Solución de ácido sulfúrico. Se adiciona cuidadosamente 100 ml de ácido sulfúrico conc.(p20 = 1,84 g/ml) a 300 ml de agua destilada y se mezclan bien.

Solución de ácido clorhídrico. Cuidadosamente se adicionan 100 ml de ácido clorhídrico conc (P20 =1.18 g/ml) a 500 ml de agua destilada y se mezclan bien.

• APARATOS Y EQUIPO

- Cápsula de platino o porcelana de 50 ml y de una superficie mínima de trabajo de 15 cm² la cual puede depender del producto que se analiza.
- Mufa con ajuste y control de temperatura que permita la incineración en un rango de 500-650 ± 25 °C.
- Mechero Bunsen o plancha de calentamiento.
- Desecadora y un agente desecante.
- Balanza analítica
- Pinza para crisol.
- Pipeta graduada de 10 ml.

4.5 MUESTRA

- Azúcar Relino
- Azúcar Estándar
- Azúcar Crudo
- Jugo Primario
- Jugo Diluido
- Meladura Evaporada
- Meladura Clarificada
- Miel Final

Metodologías comunes ... Análisis de cenizas sulfatadas

- PROCEDIMIENTO**

Se utiliza un extractor para todas las etapas que generen gases.

Preparación de la cápsula. Se limpia la cápsula con la solución caliente de ácido clorídrico y se lava posteriormente con agua destilada. Se calcina durante en la mufla a 550 °C durante 30 min, se deja enfriar a temperatura ambiente en el desecador y se pesa con una aproximación de ± 0.2 mg. (m₀).

- Preparación de la muestra.**

Mieles o Jarabes: se pesan alrededor de $5 \text{ g} \pm 1 \text{ mg}$ en una cápsula y se adicionan 2 ml de la solución de ácido sulfúrico (4.2)

Jugo: Se pesan alrededor de $30 \text{ g} \pm 1 \text{ mg}$ en una cápsula y se evapora el agua hasta obtener un jarabe o meladura. Luego, se adicionan 2 ml de la solución de ácido sulfúrico (4.2)

Azúcares. Se pesan entre 5 y 10 gramos en una cápsula y se adicionan 2 ml de la solución de ácido sulfúrico (4.2)

Nota: la masa de la muestra en cada caso se designa como (m)

- Pre-incineración.**

Con mucho cuidado y en forma progresiva se calienta la cápsula empleando un mechero Bunsen o una plancha de calentamiento hasta que la muestra esté completamente carbonizada.

- Incineración**

Se coloca la cápsula en la mufla a 550 °C durante un periodo de 2 horas. Se deja enfriar y se adicionan 2 ml de la solución de ácido sulfúrico, permitiendo que el agua se evapore en una plancha de calentamiento o mediante un mechero Bunsen.

A continuación se realiza una segunda incineración a 650 °C hasta obtener peso constante (aproximadamente 30 minutos) . se deja enfriar a temperatura ambiente colocando la cápsula en un desecador. Se pesa con una aproximación de ± 0.2 mg (m₂).

- EXPRESION DE RESULTADOS**

- CALCULOS**

El peso de las cenizas residuales se expresa como % de ceniza sulfatadas con relación a la muestra original.

$$\% \text{ de ceniza sulfatadas} = \frac{m_2 - m_0}{m_1} \times 100$$

donde:

m₀ = peso de la cápsula limpia y seca (g)

m₁ = Peso de la muestra (g)

m₂ = Peso de la cápsula + cenizas de la muestra (g)

Algunos análisis de Aguas de calderas

| <u>MEDICIONES</u> | <u>PRODUCTOS</u> | <u>TECNOLOGIA</u> | <u>AREAS</u> |
|--------------------|--|-----------------------|-------------------------|
| <u>SDT</u> | <u>Agua calderas, desmineralizada, efluente industrial</u> | <u>Conductimetría</u> | <u>Calderas, Turbos</u> |
| pH | <u>Agua calderas, desmineralizada, efluente industrial</u> | pH metria | <u>Calderas, Turbos</u> |
| Conductividad | <u>Agua calderas, desmineralizada, efluente industrial</u> | Conductimetría | <u>Calderas, Turbos</u> |
| Alcalinidad OH y P | <u>Agua calderas, desmineralizada, efluente industrial</u> | Colorimetría | <u>Calderas, Turbos</u> |
| Fosfatos | <u>Agua calderas</u> | Colorimetría | <u>Calderas</u> |
| Sulfitos | <u>Agua calderas</u> | Colorimetría | <u>Calderas</u> |
| Cloruros | <u>Agua calderas</u> | Colorimetría | <u>Calderas</u> |