

CENTRO DE INVESTIGACIÓN EN PALMA DE ACEITE

**MANUAL DE LABORATORIO
PLANTAS DE BENEFICIO PRIMARIO PARA
FRUTO DE PALMA DE ACEITE**



CENTRO DE INVESTIGACIÓN EN PALMA DE ACEITE
CENIPALMA

423

**MANUAL DE LABORATORIO
PLANTAS DE BENEFICIO PRIMARIO PARA
FRUTO DE PALMA DE ACEITE**



Centro de Investigación en palma de Aceite Cenipalma

Colaboraron en esta publicación:

JAIRO ANTONIO PRADA P.
Manuelita S.A. - Presidente Comité Asesor Zona Oriental
CARLOS ALBERTO ECHEVERRY O.
Manuelita S.A.
JESÚS ALBERTO GARCÍA N.
Cenipalma - Coordinador Área Procesos y Usos
FRANCISCO DELGADO
Guaicaramo S.A.
JOSÉ ANTONIO RANGEL
Unipalma S.A.
GERMAN RUBIANO
Palmar de Manavire
NORBERTO GALVIS
Palmas de Casanare
IVÁN MONCADA
Palmeras Santana
DIEGO ENRIQUE CORTÉS
Tecnintegral
JOSÉ SANTOS
Palmar del Oriente
DAIRO ZÚÑIGA
Hacienda La Cabaña
DENIS A. PEDRAZA
Asesor de CENIPALMA
EVARISTO AYUSO
Director de Investigación de la Universidad de la Sabana

Además los Ingenieros de plantas, académicos, personal operativo y de laboratorio de las plantas mismas de las diferentes zonas palmeras del País.

Coordinación editorial:	Denis Pedraza; Jesús A. García - Cenipalma
Apoyo logístico:	Denis Pedraza - Asesor Cenipalma
Diseño y diagramación:	Bilma Camargo Rodríguez - Cenipalma
Portada:	Bilma Camargo Rodríguez - Cenipalma
Fotografía portada:	Jesús A. García - Cenipalma
Derechos reservados:	Cenipalma

JUNTA DIRECTIVA 1998-1999

PRINCIPALES

Rubén Dario Lizarralde Montoya
Ricardo Buenaventura Pineda
Argemiro Reyes Rincón
Silvia Margarita García Arrazola
Fernando Bernal Niño

SUPLENTES

José María Obregón Esguerra
Luis Francisco Barreto Solano
Guillermo Londoño Gómez
Víctor Manuel Abello Lacouture
Francisco Puccini Wunderlin

ESPECIALES

Jorge Ortíz Méndez
Armando Samper Gnecco
Jens Mesa Dishington
Carlos Murgas Guerrero
Alvaro Uribe Calad

**COMITÉ ASESOR NACIONAL DE PLANTAS EXTRACTORAS
1998-1999**

Carlos Beltrán Roldan*	Palmar de Oriente - Palmas de Tumaco
Jairo Antonio Prada**	Presidente Comité Zona Oriental
Elfride Meta de Muller	Miembro Comité Ejecutivo
Omar Cadena	Presidente Comité Zona Central
Augusto Hoyos	Presidente Comité Zona Occidental
Melchor Ochoa	Presidente Comité Zona Norte
Jorge Eduardo Corredor	Miembro Comité Ejecutivo
León Dario Uribe***	Oleaginosas Las Brisas
José Miguel Díaz***	Industrias AVM
German Rubiano***	Palmar de Manavire
Carlos Mario Pelaez***	Hacienda Las Flores
Denis Pedraza***	Asesor Cenipalma

* Presidente
** Vicepresidente
*** Invitados Especiales

COMITÉS ASESORES REGIONALES DE PLANTAS EXTRACTORAS 1998-1999

ZONA NORTE

Melchor Ochoa*	Palmeras de la Costa
Sergio Amaya**	El Roble
Samuel E. Barba P.***	Gradesa
Germán Bonilla	Palmeras de Alamosa
Federico Bayona	Gradesa
Alvaro Suarez	Extractora Bella Esperanza
José Luis Martínez	Palmag
Pablo Díaz	Patuca
Jairo Rojas	Padelma
Carlos Mario Peláez	Oleoflores
Miguel Gutiérrez	Extractora Tequendama

ZONA CENTRAL

Omar Cadena *	Agroince
Héctor Muñoz**	Industrial Agraria La Palma S.A.
Gerardo Caballero H.	Palmas del Cesar
Alonso Céspedes A.	Extractora Monterrey
Luis Villarreal	Palmas Oleaginosas Las Brisas
Jaime Humberto Acero	Palmas Oleaginosas Bucarelia
Augusto Carrillo	Palmeras de Puerto Wilches
José Miguel Díaz***	Industrias AVM

ZONA ORIENTAL

Jairo Antonio Prada*	Manuelita
José Guillermo Lagos**	Entrepalmas S.A.
Jairo Jerez Jiménez	Unipalma S.A.
José Dairo Zuñiga	Hacienda La Cabaña
Norberto Galvis D.	Palmas de Casanare
William J. Nieto P.	Guaicaramo
German Rubiano	Palmar de Manavire
Julian Villegas	Extractora La Paz
Francisco Delgado	Palmeras Santana
Diego Enrique Cortes***	Tecnintegral
Alejandro Castillo	Palmeras La Mejorana

ZONA OCCIDENTAL

Augusto Hoyos*	Palmas de Tumaco Ltda.
Javier Dueñas**	Palmar Santa Elena
Iván Hoyos	Astorga S.A.
Nelson Guarín	Oleaginosas Araki
Carlos Angel Palmas	Santafé Ltda.
William Chaverra	Palmas El Mira
Gildardo Zapata	Palmeiras S.A.

* Presidente
** Vicepresidente
*** Invitado

**PLANTA DE PERSONAL
1998-1999**

PERSONAL EJECUTIVO

Director Ejecutivo
PEDRO LEON GOMEZ CUERVO

Asistente Dirección Ejecutiva
MARTHA LIGIA GUEVARA

Subdirector Técnico
HUGO CALVACHE GUERRERO

Subdirector Administrativo y Financiero
CARLOS ALBERTO ADOLPHS GARZÓN

Investigadores

Area de Entomología
HUGO CALVACHE GUERRERO
JORGE ALDANA DE LA TORRE
ROSA ALDANA DE LA TORRE
JUAN CARLOS SALAMANCA

Area Manejo de Suelos, Aguas y Nutrición Vegetal
FERNANDO MUNÉVAR MARTINEZ
ALVARO ACOSTA GARCIA
DUMAR FLAMINIO MOTTA VALENCIA
MONICA CÚELLAR SANCHEZ
JOSE HUGO LONDOÑO ARDILA
JULIAN MEJÍA OROZCO

Area de Difusión
PEDRO NEL FRANCO BAUTISTA
VICTOR HUGO AGUIRRE FORERO

Area de Fitomejoramiento y Fisiología
VICTORIA VILLEGAS GALVIZ
RODRIGO RUÍZ ROMERO
PAOLA CALDERON MATEUS
EDWIN RESTREPO SALAZAR

Area de Fitopatología
LUIS EDUARDO NIETO PÁEZ
ALICETH AYALA SAMACÁ
DIANA CASTAÑEDA PEÑA
JUAN PABLO TOVAR MOLANO

Area de Procesos y Usos
JESUS ALBERTO GARCIA NUÑEZ
KATJA OCHOA KITLER
MONICA TENORIO BRAENDLE
EDGAR EDUARDO YAÑEZ ANGARITA

CONTENIDO

PRESENTACIÓN	
GLOSARIO DE TÉRMINOS	
SECCIÓN 1. GENERALIDADES Y ASPECTOS DE SEGURIDAD	14
1. GENERALIDADES DEL LABORATORIO DE LA PLANTA DE BENEFICIO PRIMARIO	14
1.1 OBJETIVOS	15
1.2 REGISTROS	15
1.3 INVENTARIO DE EQUIPOS Y REACTIVOS	15
1.4 CUIDADOS Y LIMPIEZA	15
1.5 ASPECTOS DE SEGURIDAD	15
1.6 ELEMENTOS DE PROTECCIÓN	17
ANEXO 1. CLASIFICACIÓN DEL RIESGO SEGÚN LA NFPA.	18
ANEXO 2. CLASIFICACIÓN DE PELIGROS ESPECIALES (NORMAS R)	21
ANEXO 3. ELEMENTOS, MATERIALES Y EQUIPOS USADOS EN EL LABORATORIO DE LA PLANTA DE BENEFICIO	24
SECCIÓN 2. CONTROL DE PROCESO EN LA PLANTA DE BENEFICIO	27
2. MÉTODOS DE MUESTREO Y ANÁLISIS	28
2.1 DETERMINACIÓN DE LA FRECUENCIA DE MUESTREO	28
3. RECEPCIÓN DE FRUTO	30
3.1 ANÁLISIS DE RACIMOS EN PLATAFORMA	30
4. ESTERILIZACIÓN	32
4.1 ACEITE EN RACIMOS VACÍOS O TUSAS (MÉTODO STANDARD)	32
4.2 ACEITE EN RACIMOS VACÍOS O TUSAS (MÉTODO DE LAS ESPIGAS)	34
4.3 HUMEDAD EN RACIMOS VACÍOS Ó TUSAS	36
4.4 FRUTO ADHERIDO A LOS RACIMOS VACÍOS Ó TUSAS	37
4.5 ACEITE EN CONDENSADOS DE ESTERILIZACIÓN	38
4.6 RACIMOS MAL DESFRUTADOS	40
5. PRENSADO	41
5.1 ACEITE EN FIBRAS	41
5.2 HUMEDAD EN FIBRAS	43

5.3	ACEITE EN NUECES	44
5.4	NUECES ROTAS EN FIBRAS	46
6. CLARIFICACIÓN		47
6.1	ACEITE EN AGUAS LODOSAS	47
6.2	HUMEDAD EN AGUAS LODOSAS	49
7. TRITURACIÓN		50
7.1	PÉRDIDAS DE ALMENDRAS	50
8. CONTROL CALIDAD DE ACEITE		51
8.1	PREPARACIÓN DE LA MUESTRA	51
8.2	ÁCIDOS GRASOS LIBRES	52
8.3	HUMEDAD Y MATERIA VOLÁTIL	54
8.4	HUMEDAD CON DESECADOR INFRARROJO (ANÁLISIS OPCIONAL)	56
8.5	IMPUREZAS INSOLUBLES	57
8.6	INDICE DE PERÓXIDOS	58
8.7	INDICE DE DETERIORO A LA BLANQUEABILIDAD (DOBI)	60
9. CONTROL DE CALIDAD DE LAS ALMENDRAS		61
9.1	TOMA DE MUESTRAS	61
9.2	ÁCIDOS GRASOS LIBRES	63
9.3	HUMEDAD DE LAS ALMENDRAS	65
9.4	IMPUREZAS DE LAS ALMENDRAS	66
9.5	ALMENDRAS ROTAS	67
9.6	COLOR DE LAS ALMENDRAS	68
9.7	CONTENIDO DE ACEITE EN ALMENDRAS	69
9.8	HISTOGRAMA DE NUECES	71
10. ANÁLISIS RÁPIDOS		72
10.1	GENERALIDADES	72
10.2	ELEMENTOS, MATERIALES Y EQUIPOS	72
10.3	PROCEDIMIENTO ANALÍTICO	72
10.4	CÁLCULOS	73
ANEXO 4.	RECOMENDACIONES PARA LA DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE ACEITE MEDIANTE EXTRACCIÓN SOXHLET	74
ANEXO 5.	DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE ACEITE EN MUESTRAS MEDIANTE EXTRACCIÓN CON UN APARATO DEAN STARK	75
ANEXO 6.	RECOMENDACIONES PARA EL SECADO DE MUESTRAS EN HORNO MICROONDAS	77

SECCIÓN 3. BALANCE DE MASAS Y EFICIENCIA	78
11. PROCEDIMIENTO UNIFICADO PARA HACER UN BALANCE DE MASAS	79
11.1 BALANCE DE MASAS O FLUJO MÁSSICO DE LOS EFLUENTES DE LAS PLANTAS DE BENEFICIO	79
12. CÁLCULO DE EFICIENCIAS	81
12.1 EFICIENCIA DE EXTRACCIÓN DE ACEITE (BASES HÚMEDAS)	81
12.2 EFICIENCIA DE EXTRACCIÓN DE ACEITE (BASES SECAS NO ACEITOSAS)	82
12.3 EFICIENCIA DE RECUPERACIÓN DE ALMENDRAS	84
SECCIÓN 4. ANÁLISIS DE AGUAS Y PREPARACIÓN DE REACTIVOS	85
13. ANÁLISIS DE AGUAS RESIDUALES	86
13.1 ALCALINIDAD	86
13.2 ACIDOS GRASOS VOLÁTILES (MÉTODO DE LA DESTILACIÓN)	88
13.3 ACIDOS GRASOS LIBRES (MÉTODO VOLUMÉTRICO)	90
13.4 CAPACIDAD BUFFER	91
13.5 DEMANDA QUÍMICA DE OXÍGENO (DQO)	93
14. ANÁLISIS PARA EL TRATAMIENTO DE AGUA DE CALDERAS	96
14.1 RESIDUAL DE SULFITOS	96
14.2 SÓLIDOS DISUELTOS TOTALES	97
14.3 OXÍGENO DISUELTO (MODIFICACIÓN DEL NITRURO)	98
14.4 HIERRO TOTAL (MÉTODO DE LA FENANTROLINA)	100
14.5 DUREZA (MÉTODO EDTA)	102
15. PREPARACIÓN DE REACTIVOS	103
15.1 VALORACIÓN DEL HIDRÓXIDO DE SODIO CON FTALATO ACIDO DE POTASIO	103
15.2 VALORACIÓN DEL HIDRÓXIDO DE SODIO CON ACIDO SULFÚRICO 0.1 N	104
15.3 PREPARACIÓN DE ACIDO SULFURICO 0.1 N	105
15.4 PREPARACIÓN DE ACIDO SULFÚRICO 1: 1	106
15.5 PREPARACIÓN DE LA FENOLFTALEINA AL 1% EN ETANOL AL 95%	107
15.6 PREPARACIÓN DEL HIDRÓXIDO DE SODIO 0.1 N	108
15.7 NEUTRALIZACIÓN DEL ALCOHOL ETÍLICO	109
15.8 SOLVENTIZACIÓN DE GASOLINA BLANCA	110
15.9 SOLUCIÓN STANDARD DE CARBONATO DE SODIO 0.1 N	111
15.10 ACIDO SULFÚRICO 0.1 N	112
15.11 TIOSULFATO DE SODIO 0.1 N	113
15.12 PREPARACIÓN DEL DICROMATO DE POTASIO 0.25 N	114
15.13 SULFATO DE PLATA EN ACIDO SULFÚRICO	115
15.14 SOLUCIÓN DE SULFATO FERROSO AMONIACAL (FAS) 0.25 N	116
15.15 VALORACIÓN DEL SULFATO FERROSO AMONIACAL (FAS) 0.25 N	117

P PRESENTACION

Durante el diagnóstico tecnológico de plantas de beneficio de la palma de aceite, que CENIPALMA realizó en el año 1996, se observó que la falta de conocimiento de los procesos, de las condiciones de operación que deben mantenerse durante el procesamiento y de los controles que deben realizarse periódicamente, pueden provocar pérdidas de aceite y deficiencias en la calidad de los productos, que colocan a la industria nacional en desventaja en los mercados internacionales. Una de las prioridades que se definieron como resultado de ese diagnóstico fue la necesidad de establecer un procedimiento unificado para hacer un balance de masas, para mejorar la eficiencia de las plantas y disminuir los niveles de pérdidas de aceite en los distintos efluentes.

Teniendo en mente esta necesidad, el comité regional de plantas de la zona oriental consideró conveniente iniciar la difusión de la metodología para llevar un verdadero control de proceso y para ello se hacía necesario elaborar un Manual de Laboratorio con los ensayos y la metodología internacionalmente aceptada para esta industria, que a la vez sirviera para evitar la ocurrencia de errores, tanto en la toma de datos, como en los ensayos mismos.

Para facilidad en la presentación y también, para permitir su actualización permanente con nuevas hojas que contengan metodologías corregidas ó nuevas ediciones, se ha encontrado útil dar una presentación a este manual en forma de hojas separadas. Las correcciones y actualizaciones que sean sugeridas por escrito a CENIPALMA serán tenidas en cuenta para las nuevas ediciones. El manual está dividido en cuatro secciones, y en cada una de ellas se incluyen los anexos respectivos. El contenido de cada una de estas partes es el siguiente:

Sección 1. Generalidades, Objetivo del laboratorio. Registros, equipos y reactivos, cuidados y limpieza, aspectos de seguridad, Clasificación de riesgos, precauciones contra el fuego y elementos de protección, Recomendaciones de seguridad en el laboratorio. Clasificación NFPA del riesgo, Productos químicos usados en el laboratorio, Clasificación de peligros especiales (Normas R), Precauciones aconsejables (Normas S), Elementos, materiales y equipos usados en el laboratorio de la planta de beneficio.

Sección 2. Métodos de muestreo y análisis. Frecuencia de muestreo. Control de calidad del aceite, Control de calidad de las almendras y Análisis rápidos. Recomendaciones para la determinación del contenido de aceite mediante extracción Soxhlet. Determinación del contenido de aceite en muestras mediante extracción con un aparato Dean Stark. Recomendaciones para el secado de muestras en el horno microondas.

En esta sección, para mayor facilidad en la consulta, los ensayos se presentan por separado para cada una de las etapas del proceso: Recepción. Esterilización, Prensado, Clarificación y Trituración.

Sección 3. Procedimiento unificado para hacer un balance de masas para mejorar la eficiencia de las plantas y disminuir los niveles de pérdidas de aceite en los distintos efluentes. Metodología para el cálculo de las eficiencias de extracción de aceite de palma y la recuperación de almendras.

Sección 4. Análisis en aguas residuales, Análisis para el tratamiento de agua de calderas, preparación de reactivos.

El procedimiento para hacer los balances de masas para mejorar la eficiencia de las plantas y disminuir los niveles de pérdidas de aceite en los distintos efluentes, consignado en la Sección 3, ha estado utilizándose por más de un año en las plantas de beneficio de las zonas Central y Norte, con la guía permanente por parte de CENIPALMA y ha sido una herramienta valiosa para llevar un control estricto del proceso que necesariamente ha permitido mejorar los resultados de las plantas.

Durante la elaboración de este manual se contó con la experiencia de muchos ingenieros de plantas, académicos, personal operario y de laboratorio de las plantas mismas de las diferentes zonas palmeras del país, al igual que con la colaboración de los miembros de los cuatro comités regionales de plantas, destacándose entre ellos, el Ing. Jairo Prada P. de la empresa MANUELITA, actual presidente del comité regional de plantas de la zona Oriental, quién impulso desde un comienzo los trabajos; el Ing. Carlos Alberto Echeverry O. de la empresa MANUELITA, en la recopilación de los métodos y procedimientos; el Ing. Jesús Alberto García N. de CENIPALMA, en la organización de los métodos para el análisis de los efluentes y en la divulgación y revisión en los diferentes comités regionales de Plantas de Beneficio; el Ing. Francisco Delgado, de la empresa GUAICARAMO, por la coordinación del análisis del documento en la plantas de Beneficio del Depto. Casanare; el Ing. José Antonio Rangél, de la empresa UNIPALMA, quien aportó buena parte de la información sobre seguridad, riesgos, precauciones en el laboratorio; el Ing. Sergio Amaya , actual presidente del comité regional de plantas de la Zona Norte, el Ing. Jaime Humberto Acero, actual presidente del comité regional de plantas de la Zona Central, el Ing. Omar Cadena, anterior presidente del comité regional de plantas de la Zona Central, el Ing. Jairo Iván Hoyos, actual presidente del comité regional de plantas de la Zona Occidental; el Ing. Augusto Hoyos, anterior presidente del comité regional de plantas de la Zona Occidental; el Ing. Denis A. Pedraza, Asesor de CENIPALMA, quién participó en la revisión de la metodología y terminación del documento final y el Dr. Evaristo Ayuso, Director de Investigación de la Universidad de la Sabana, durante la revisión final del manual.

Esperamos que el presente manual contribuya al mejoramiento del sector, logrando la mejor eficiencia de las plantas y disminuyendo los niveles de pérdidas de aceite en los distintos efluentes. De esta manera, consideramos que se han cubierto las expectativas planteadas cuando se emprendió este trabajo y será el fruto del esfuerzo de todo el grupo de personas que en él han participado.

PEDRO LEON GOMEZ CUERVO
Director Ejecutivo

GLOSARIO DE TERMINOS

ACEITE EN AGUAS LODOSAS: Contenido de aceite en una muestra de aguas lodosas (fase pesada de la mezcla aceite, agua, sólidos) de la clarificación.

ACEITE EN FIBRAS: Medición del contenido de aceite en una muestra de fibras del mesocarpio de los frutos.

ACEITE EN NUECES Medición del contenido de aceite en una muestra de nueces de los frutos de palma.

ÁCIDOS GRASOS LIBRES DEL ACEITE DE ALMENDRA O PALMISTE: Los ácidos grasos libres del aceite de almendra ó palmiste son medidos como porcentaje (%) de ácido láurico en la muestra.

ÁCIDOS GRASOS VOLÁTILES (MÉTODO DE DESTILACIÓN): Técnica empírica que sirve para determinar el contenido de Ácidos Grasos Volátiles (A.G.V.) en aguas residuales.

ÁCIDOS GRASOS VOLÁTILES (MÉTODO VOLUMÉTRICO): Técnica analítica donde los A.G.V son convertidos desde su forma ionizada hasta su forma disociada a pH neutros. Los equivalentes de A.G.V. se calculan a partir del volumen de ácido utilizado en la titulación.

ALCALINIDAD: Medida en las aguas residuales que representa la capacidad de neutralizar los ácidos, debido principalmente a sales de ácidos débiles ó bases fuertes.

ALMENDRAS ROTAS: Almendras rotas ó trituradas, contenidas en una muestra. Un contenido alto de almendras rotas causa el detrimento de la calidad del aceite de almendra ó palmiste.

ANALISIS EN AGUAS RESIDUALES: Determinación de la calidad de las aguas residuales ó efluentes del proceso.

ANALISIS RÁPIDOS: Determinación rápida de la composición volumétrica de los principales flujos del proceso de extracción de aceite.

BALANCE DE MASA: Estimación que se hace del flujo de salida de las principales fuentes donde se presentan las pérdidas del producto, necesaria para poder calcular las eficiencias del proceso.

CAPACIDAD BUFFER: Capacidad de amortiguamiento de un sistema acuoso, incluidas las aguas residuales, está dada por la existencia en el agua de compuestos carbonatados, que impiden fluctuaciones bruscas de pH.

CLARIFICACIÓN: Etapa del proceso donde se trata de separar al agua, el aceite y los sólidos contenidos en el aceite crudo que sale del prensado.

COLOR DE LAS ALMENDRAS: Color que adquieren las almendras dependiendo de cómo se han efectuado los procesos de esterilización y prensado. Las almendras pueden ser oscuras, amarillas y blancas.

CONDENSADOS DE ESTERILIZACIÓN: Mezcla de líquido, sólidos y aceite que son productos de la condensación del vapor durante el proceso de la esterilización, que normalmente contiene algo de aceite y sólidos (arena, lodos, impurezas, etc.).

CONTENIDO DE ACEITE EN ALMENDRAS: Cantidad de aceite que se puede extraer de las almendras.

CONTENIDO DE ÁCIDOS GRASOS LIBRES EN EL ACEITE DE PALMA: Ácidos grasos libres (A.G.L.) del aceite obtenido en el proceso o despachado, medidos como porcentaje (%) de ácido palmítico en la muestra.

DEMANDA QUÍMICA DE OXÍGENO (DQO): La demanda química de oxígeno es la medida del equivalente en oxígeno de la fracción de materia orgánica presente en la muestra, que es susceptible de oxidación en medio ácido, por parte del dicromato de potasio. La DQO representa casi un valor límite de posibilidad de oxidación total de un residuo; por ello generalmente el valor de la DBO última o la DBO₂₀ se debe aproximar a la DQO.

DILUCIÓN DEL ACEITE: Estado de mezcla del aceite con agua.

EFICIENCIA DE EXTRACCIÓN DE ACEITE Y DE RECUPERACIÓN DE ALMENDRA: Porcentaje calculado luego de dividir la cantidad de producto obtenido entre el producto obtenido más las pérdidas del producto en el proceso, es decir entre el potencial de producto que se podría obtener. La eficiencia es una medida del comportamiento del proceso de extracción del aceite y de recuperación de las almendras.

EFLUENTES LÍQUIDOS: Fase líquida que sale del proceso de clarificación ó de las trampas de grasa hacia el sistema de tratamiento de aguas residuales ó efluentes.

ESPIGAS: Parte externa de los racimos, donde se fijan los frutos.

FRUTOS ADHERIDO A LOS RACIMOS VACIOS: Frutos que aún permanecen en los racimos vacíos.

HISTOGRAMA DE NUECES: Análisis del tamaño de las almendras que permite establecer el punto óptimo de clasificación de las nueces, para ajustar las condiciones del proceso de trituración.

HUMEDAD DE LAS ALMENDRAS: Contenido de agua de las almendras de palma.

HUMEDAD EN FIBRAS: Medición del contenido de humedad en una muestra de fibras del mesocarpio de los frutos

HUMEDAD EN RACIMOS VACIOS: Medición del contenido de humedad que tiene una muestra de los racimos vacíos, tusas ó ráquis.

IMPUREZAS DE LAS ALMENDRAS: Se consideran impurezas en la almendra, las cáscaras, fibras, piedras y otros elementos extraños.

IMPUREZAS DEL ACEITE: Se consideran impurezas del aceite, la arena, fibras, otros sólidos y elementos extraños, contenidos en el aceite..

ÍNDICE DE DETERIORO A LA BLANQUEABILIDAD (DOBI): Medida de la calidad del aceite crudo de palma que será sometido al proceso de blanqueo y refinación.

ÍNDICE DE PERÓXIDOS ó VALOR DE PERÓXIDOS: Medida de las sustancias que oxidan el yoduro de potasio bajo las condiciones del análisis, expresadas en términos de miliequivalentes de oxígeno activo por kilogramo.

Manual de Laboratorio Plantas de Beneficio

LODOS LIVIANOS: Fase liviana que se coloca entre el aceite y el agua, en la separación estática del aceite crudo ó en una prueba de centrifugación de una muestra.

LODOS PESADOS: Fase pesada que se sedimenta por debajo del agua, en la separación estática del aceite crudo ó en una prueba de centrifugación de una muestra.

MATERIA VOLÁTIL: Son las sustancias volátiles contenidas en el aceite.

NUECES ROTAS: Nueces quebradas ó trituradas, en el proceso.

PEDÚNCULO LARGO: Racimo en el que su pedúnculo tiene con una longitud superior a cinco (5) cm en su parte más alta, contados a partir del hombro del racimo.

PEDÚNCULO: Parte interna de los racimos, que sirve de sostén de las espigas del racimo.

PÉRDIDAS DE ALMENDRA: Cantidad de almendras que no son recuperadas en los diferentes equipos del proceso.

PRENSADO: Etapa del proceso donde el fruto saliente de la digestión se somete a presión para extraer los líquidos (aceite y agua) de la masa sólida.

RACIMO PODRIDO: Racimo que ha desprendido más del 50% de los frutos de su primera capa, pero adicionalmente, presenta el pedúnculo blando por efecto del envejecimiento del racimo.

RACIMO SOBREMADURO: Racimo que ha desprendido más del 50 % de los frutos existentes en la primera capa de frutos.

RACIMO VERDE: Racimo en el cual no se encuentran alvéolos vacíos, por frutos que se hayan separado en forma natural.

RACIMOS MAL DESFRUTADOS: Racimos que después de pasar por la etapa de desfrutado en el proceso, aún contienen frutos adheridos ó que no han sido desprendidos.

RACIMOS VACIOS: Los racimos vacíos son los que quedan luego del desprendimiento de los frutos. Usualmente denominados Tusas ó ráquis.

SOLIDOS SECOS NO ACEITOSOS: Cantidad de sólidos contenidos en una muestra, en estado seco y sin aceite. Denominadas también sólidos secos sin aceite.

TRITURACIÓN: Etapa del proceso donde se tratan las nueces de palma para triturarlas y procurar separar las almendras contenidas en las nueces y las cáscaras.

SECCIÓN 1.

GENERALIDADES Y ASPECTOS DE SEGURIDAD



1. GENERALIDADES DEL LABORATORIO DE LA PLANTA DE BENEFICIO PRIMARIO

1.1. OBJETIVOS

Las principales funciones del laboratorio de la planta de beneficio primario son:

- ◆ Evaluar la calidad del fruto, el aceite, las almendras y demás productos obtenidos diariamente y dar a conocer sin demora cualquier anomalía al Gerente de Planta, para tomar los correctivos apropiados.
- ◆ Evaluar en forma regular las pérdidas de aceite y almendra del proceso, determinando así la eficiencia de la planta. Esto permite tomar oportunamente las medidas correctivas en caso de que se presenten pérdidas de productos por fuera de los valores establecidos.
- ◆ Analizar muestras de agua cruda de calderas y sistemas de tratamiento de efluentes.
- ◆ Determinar la composición de los principales flujos del proceso, mediante la realización de análisis rápidos, que permitirán tomar medidas correctivas inmediatas.
- ◆ Realizar análisis para determinar el potencial de aceite en racimos de fruto.
- ◆ Solamente debe sacarse los equipos y reactivos según las necesidades inmediatas del laboratorio. La existencia remanente debe permanecer almacenada en un sitio adecuado para este fin. Cada reactivo acompañado de su respectiva carta de toxicología.
- ◆ En cada análisis se indicará los equipos y reactivos necesarios para la realización del mismo.

1.4. CUIDADOS Y LIMPIEZA

El laboratorio debe permanecer siempre limpio y ordenado. El equipo que no esté en uso debe ser almacenado en armarios y después de usado debe limpiarse adecuadamente. Algunos instrumentos son delicados y de precisión por lo tanto deben tratarse con gran cuidado.

1.5. ASPECTOS DE SEGURIDAD

1.2. REGISTROS

- ◆ Todos los registros deben llevarse con tinta en forma nítida, legible, ordenada y aseada. Es recomendable usar libros de gran tamaño con pasta dura, numerados y fechados.
- ◆ Uno o más libros en los que se registren todas las pesajes, titulaciones y resultados de los cálculos realizados de los análisis, tal y como son efectuados.
- ◆ Emplear una página para el resumen mensual, usando una línea para los resultados de cada día. Al cierre del mes se deben promediar ponderadamente (teniendo en cuenta el fruto procesado) o totalizar los resultados, según sea necesario.

1.3. INVENTARIO DE EQUIPOS Y REACTIVOS

- ◆ Una existencia apropiada de aparatos y reactivos, garantiza la operación exitosa del laboratorio.
- ◆ Se deben seguir todas las normas de higiene y seguridad existentes.
- ◆ El personal de laboratorio debe seguir estrictamente las reglas establecidas en cada caso. Si surge alguna duda consulte al jefe inmediato.
- ◆ Mantenga siempre un chorro de agua corriente en los condensadores de los equipos de extracción soxhlet.
- ◆ No almacene gasolina, éter, alcohol o material inflamable semejante, sobre mesas, bancos de trabajo o debajo de ellos, donde se usen llamas.
- ◆ Las canecas de productos químicos cáusticos o corrosivos (ácido sulfúrico, soda cáustica) deben ser vaciados y enjuagados con agua por las personas que las usen, una vez han sido desocupados, tomando las precauciones correspondientes.
- ◆ Nunca use su boca para succionar por medio de pipetas o mangueras, ninguna clase de líquido, utilice siempre un ayudante de micropipeteado o una pera universal.
- ◆ No use equipos de vidrio que tenga fisuras o desper-



fectos en los bordes.

- Los empleados de laboratorio deben conocer la localización y operación de todos los equipos de seguridad contra incendios.
- El orden y la limpieza constituyen parte esencial del trabajo de los laboratoristas, la mayor parte de los accidentes se evitan si las áreas de trabajo se mantienen libres de material y otros utensilios.
- Todo equipo eléctrico de laboratorio debe estar convenientemente conectado a tierra.
- Antes de usar un producto químico consulte los códigos de riesgos y almacenamientos que se presentan en la Tabla 1.
- El Anexo 1 muestra la Clasificación del riesgo según la NFPA donde se presenta la escala de valores, que usualmente se gráfica en forma de diamante, para los productos de mayor uso en el laboratorio.
- En el Anexo 2 se encuentra la clasificación de peligros especiales (Normas R) y algunas precauciones aconsejables (Norma S) para los productos indicados en el Anexo 1.
- Las salpicaduras de productos químicos en la piel o en los ojos, deben ser lavadas inmediatamente con abundante agua durante un tiempo no menor de 10 minutos. En caso de salpicaduras en la ropa cámbiela si es necesario.
- Cuando se estén ejecutando en el laboratorio, operaciones con reactivos con índice de toxicidad y reactividad altos que impliquen peligro, debe usarse en todo momento gafas de seguridad, tapa bocas y guantes de protección.

Tabla 1. Clasificación de riesgos

PRODUCTO	CÓDIGO	Toxicidad ppm	Inflamabilidad rtao	Reactividad ambulio
GASOLINA BLANCA	INFLAMABLE	2	3	0
HIDROXIDO DE SODIO 0.1 N	CORROSIVO	1	0	1
SODA CAUSTICA 96%	CORROSIVO	3	0	2
SULFATO DE ALUMINIO	GENERAL	1	0	0
HIPOCLORITO DE CALCIO	MUY REACTIVO	2	0	3
ACIDO SULFURICO 96%	CORROSIVO	3	0	3
ACIDO SULFURICO 0.1 N	CORROSIVO	1	0	2
ACIDO SULFURICO 1:1	CORROSIVO	3	0	3
SULFATO DE PLATA	MUY REACTIVO	2	0	0
DICROMATO DE POTASIO	TOXICO	4	0	3
CLOROFORMO	TOXICO	3	0	1
AMONIO E HIERRO SULFATO-HIDRATADO	GENERAL	1	0	0
YODURO DE POTASIO	GENERAL	2	0	1
TIOSULFATO DE SODIO	GENERAL	0	1	1
TIMOLFTALEINA	INFLAMABLE	3	3	2
FENOLFTALEINA	GENERAL	1	1	1
ALCOHOL ETILICO 95%	INFLAMABLE	3	3	2
FTALATO ACIDO DE POTASIO	GENERAL	1	0	0
SULFATO DE MAGNESIO	GENERAL	0	0	0
CARBONATO DE CALCIO	GENERAL	0	0	0
CLORURO DE CALCIO	GENERAL	1	0	0
MANGRANESO (II) SULFATO -1- HIDRATADO	GENERAL	1	0	0
CLORURO DE HIERRO HEXA-HIDRATADO	GENERAL	1	0	1
HIDROXIDO DE POTASIO	CORROSIVO	3	0	1
ACIDO GLUTAMICO	GENERAL	0	1	0
CROMATO DE POTASIO	TOXICO	4	0	2
FOSFATO DE POTASIO MONOBASICO	GENERAL	0	0	0
SOLUCIÓN INDICADORA DE FERROINA	GENERAL	2	0	1
FOSFATO DE SODIO DIBASICO	GENERAL	0	0	0
SODIO AZOTURO	GENERAL	0	0	0
TRICLOETILENO	TOXICO	3	1	2
HEXANO	INFLAMABLE	2	3	0



1.5.1 PRECAUCIONES CONTRA EL FUEGO

- El peligro de fuego existe en cualquier laboratorio en el que se use éter de petróleo, solventes o vapores metilados, a menos que se tomen las precauciones apropiadas.
- Cualquier descuido puede ocasionar una sorpresa llama la cual puede herir a las personas o dañar las propiedades.
- Las extracciones en donde se usa éter de petróleo o cualquier otro solvente se deben hacer sobre baño de vapor o sobre planchas de calentamiento eléctrico.
- Todos los tapones usados en los aparatos de destilación y extracción deben ser ajustados apropiadamente y reemplazados cada vez que sea necesario. Para este propósito se debe mantener una existencia conveniente de tapones de tamaños adecuados, preferiblemente en equipos de vidrio con uniones esmeriladas.
- La destilación de residuos de vapores metilados solamente debe llevarse a cabo usando un calentamiento eléctrico suave, o en un vaso de vidrio para destilación calentado en baño de vapor o plancha de calentamiento eléctrico.
- La cantidad de solventes en el laboratorio nunca debe ser mayor de 5 Lt y debe mantenerse en recipientes cerrados. No se deben almacenar debajo de una banca o mesón donde se está llevando a cabo la destilación, esta precaución debe tenerse por si ocurre un incendio, y el solvente encendido se derrama,

presentándose la posibilidad de que el fuego se propague en el solvente almacenado.

- Es estrictamente prohibido fumar, almacenar, consumir alimentos y bebidas en el laboratorio.
- Las destilaciones con solventes deben realizarse bajo campanas extractoras de vapores.
- En el laboratorio no son permitidas las llamas directas por existir líquidos y vapores inflamables.

1.6. ELEMENTOS DE PROTECCIÓN

El laboratorio debe contar como mínimo, con los siguientes elementos para la protección de los operarios, los cuales deben utilizarse de acuerdo a las labores que se vayan a realizar:

- Batas de laboratorio
- Gafas de seguridad
- Careta de polvo o careta de vapores
- Guantes industriales
- Guantes de Caucho
- Protectores Auditivos
- Capa de caucho
- Botas de cuero

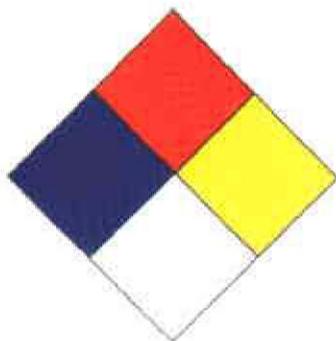
ANEXO 1. CLASIFICACIÓN DEL RIESGO SEGÚN LA NFPA

La Norma NFPA 704 es un sistema normalizado para la identificación de los riesgos de Incendios de los materiales, la cual establece códigos que indican el tipo de riesgo inherente de cualquier material y el orden de severidad de esos riesgos en relación con la prevención de incendios, su exposición y control. Su representación se hace con una escala de valores, localizada en un gráfico en forma de diamante, el cual está dividido en cuatro secciones de diferente color en las cuales se indica:

- a) Riesgo para la salud Color AZUL
- b) Riesgo de inflamabilidad Color ROJO
- c) Riesgo de reactividad Color AMARILLO
- d) Riesgos específicos Color BLANCO

Los primeros tres aspectos se califican con un valor comprendido en el rango 0-4, cuyo significado es el siguiente:

CÓDIGO NFPA	SIGNIFICADO
4	Severo
3	Alto
2	Moderado
1	Bajo
0	Insignificante



Para el campo relacionado con riesgo específico se utilizan las abreviaturas o símbolos convencionales según la naturaleza del material químico. La clasificación del riesgo se hace de acuerdo con la norma 704 de la NFPA

ANEXOS

Relación de abreviaturas y significado:

ABREVIATURA O SÍMBOLO	SIGNIFICADO
OXI	Oxidante
ACID	Ácido
ALC	alcalino
CORR	Corrosivo
W	No usar agua
R	Radioactivo

RELACIÓN DE PRODUCTOS QUÍMICOS USADOS EN EL LABORATORIO DE LA PLANTA DE BENEFICIO

Ácido Acético Glacial

Formula: CH₃COOH
Densidad: 1L = 1.05 Kg.

Peligro específico: Corrosivo

Peligro especial (Norma R): R: 10-35
Precauciones Aconsejables (Norma S): S: 23-26-45

Ácido Clorhídrico

Formula: HCl
Densidad: 1L = 1.19 Kg.

Peligro específico: Corrosivo

Peligro especial (Norma R): R: 34-37
Precauciones Aconsejables (Norma S): S: 26-45

Ácido Sulfúrico

Formula: H₂SO₄
Densidad: 1L = 1.83 Kg

Peligro específico: Corrosivo

Peligro especial (Norma R): R: 35
Precauciones Aconsejables (Norma S): S: 2-26-30

Amoniaco 25%

Formula: NH₃
Densidad: 1L = 0.91 Kg.

Peligro específico: Corrosivo

Peligro especial (Norma R): R: 34-37
Precauciones Aconsejables (Norma S): S: 7-26-45

Benzina de Petróleo 50-70°C

Formula:

Densidad : 1L = 0.66 Kg.

Peligro específico: Fácilmente Inflamable - Nocivo

Peligro especial (Norma R): R: 11-20-48

Precauciones Aconsejables (Norma S): S: 9-16-24/
25-29-51

Dicromato de Potasio

Formula: $K_2Cr_2O_7$

Densidad: 1L = 1.01 Kg.

Peligro específico: Irritante

Peligro especial (Norma R): R: 36/37/38-43

Precauciones Aconsejables (Norma S): S: 22-28

Etanol 96%

Formula: CH_3CH_2OH

Densidad: 1L = 0.803 Kg.

Peligro específico: Fácilmente Inflamable

Peligro especial (Norma R): R: 11

Precauciones Aconsejables (Norma S): S: 7-16

Fenoltaleina solución en etanol

Formula:

Densidad:

Peligro específico: Fácilmente inflamable - Tóxico

Peligro especial (Norma R): R: 11-23/25

Precauciones Aconsejables (Norma S): S: 7-16-24

Hexano-

Formula: C_6H_{14}

Densidad: 1L = 0.66 Kg.

Peligro específico: Fácilmente Inflamable, Nocivo

Peligro especial (Norma R): R: 11-48/20

Precauciones Aconsejables (Norma S): S: 9-16-24/
25-29-51

Hidróxido de Sodio (Hojuelas)

Formula: $NaOH$

Densidad:

Peligro específico: Corrosivo

Peligro especial (Norma R): R: 35

Precauciones Aconsejables (Norma S): S: 26-37/39-45

Solución de ferroina

Formula:

Densidad: Eo en ácido sulfúrico 1 mol/l

1L = 1.0 Kg.

Peligro específico: Corrosivo

Peligro especial (Norma R): R: 10-35

Precauciones Aconsejables (Norma S): S: 23-26-45

Sulfato de Plata

Formula: Ag_2SO_4

Densidad:

Peligro específico: Irritante

Peligro especial (Norma R): R: 41

Precauciones Aconsejables (Norma S): S: 26-36/37/39

Sulfato Ferroso de Amonio

Formula: $NH_4Fe(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$

Densidad:

Peligro específico: Corrosivo

Peligro especial (Norma R): R: 10-35

Precauciones Aconsejables (Norma S): S: 23-26-45

Sulfato de Mercurio

Formula: $HgSO_4$

Densidad: 1L = 1.05 Kg

Peligro específico: Muy Tóxico

Peligro especial (Norma R): R: 26/27/28-

33-35

Precauciones Aconsejables (Norma S): S: 13-26-28-
45

Tiosulfato de Sodio

Formula: $Na_2S_2O_3$

Densidad: 1L = 1.05 Kg

Peligro específico: Ninguno

Peligro especial (Norma R):

Precauciones Aconsejables (Norma S): S: 1/2-3/7/9

Triclorometano

Formula: $CHCl_3$

Densidad: 1L = 1.47 Kg.

Peligro específico: Nocivo

Peligro especial (Norma R): R: 22-38-40-48/20/

22

Precauciones Aconsejables (Norma S): S: 36/37

Yoduro de Potasio

Formula: KI

Densidad: 1L = 1.05 Kg

Peligro específico: Irritante

Peligro especial (Norma R): R: 36-38

Precauciones Aconsejables (Norma S): S: 26

ANEXO 2. CLASIFICACIÓN DE PELIGROS ESPECIALES (NORMAS R)

- R 1 Explosivo en estado seco
- R 2 *Riesgo de explosión por choque, fricción, fuego u otras fuentes de ignición*
- R 3 Alto riesgo de explosión por choque, fricción. Fuego u otras fuentes ignición
- R 4 Forma compuestos metálicos explosivos muy sensibles
- R 5 Peligro de explosión en caso de calentamiento
- R 6 Peligro de explosión, lo mismo en contacto que sin contacto con el aire
- R 7 Puede provocar incendios
- R 8 Peligro de fuego en contacto con materiales combustibles
- R 9 Peligro de explosión al mezclar con materiales combustibles
- R 10 Inflamable
- R 11 Fácilmente inflamable
- R 12 Extremadamente inflamable
- R 13 Gas licuado extremadamente inflamable
- R 14 Reacciona violentamente con el agua
- R 15 Reacciona con el agua liberando gases fácilmente inflamables
- R 16 Puede explotar en mezcla con sustancias comburentes
- R 17 Se inflama espontáneamente en contacto con el aire
- R 18 *Al usarlo pueden formarse mezclas aire - vapor explosivas/inflamables*
- R 19 Puede formar peróxidos explosivos
- R 20 Nocivo por inhalación
- R 20k También nocivo por inhalación
- R 21 Nocivo en contacto con la piel
- R 21k También nocivo en contacto con la piel
- R 22 Nocivo por ingestión
- R 22k También nocivo por ingestión
- R 23 Tóxico por inhalación
- R 23k También tóxico por inhalación
- R 24 Tóxico en contacto con la piel
- R 24k También tóxico en contacto con la piel
- R 25 Tóxico por ingestión
- R 25k También tóxico por ingestión
- R 26 Muy tóxico por inhalación
- R 26k También muy tóxico por inhalación
- R 27 Muy tóxico en contacto con la piel
- R 27k También muy tóxico en contacto con la piel
- R 27a Muy tóxico en contacto con los ojos
- R 27ak También muy tóxico en contacto con los ojos
- R 28 Muy tóxico por ingestión
- R 28k También muy tóxico por ingestión
- R 29 En contacto con agua libera gases tóxicos
- R 30 Puede inflamarse fácilmente al usarlo
- R 31 En contacto con ácidos libera gases tóxicos
- R 32 En contacto con ácidos libera gases muy tóxicos
- R 33 Peligro de efectos acumulativos
- R 34 *Provoca quemaduras*
- R 35 *Provoca quemaduras graves*
- R 36 Irrita los ojos
- R 36a *Lacrimógeno*
- R 37 Irrita las vías respiratorias
- R 38 Irrita la piel
- R 39 *Peligro de efectos irreversibles muy graves*
- R 40 Posibilidad de efectos irreversibles
- R 41 Riesgo de lesiones oculares graves
- R 42 *Posibilidad de sensibilización por inhalación*
- R 43 Posibilidad de sensibilización en contacto con la piel
- R 44 *Riesgo de explosión al calentarlo en ambiente confinado*
- R 45 Puede causar cáncer
- R 46 Puede causar alteraciones genéticas hereditarias
- R 47 Puede causar malformaciones congénitas
- R 48 Riesgo de efectos graves para la salud en caso de explosión prolongada
- R 49 Puede causar cáncer por inhalación
- R 50 Muy tóxico para los organismos acuáticos
- R 51 Tóxico para los organismos acuáticos
- R 52 Nocivo para los organismos acuáticos
- R 53 Puede provocar a largo plazo efectos negativos en el medio ambiente
- R 54 *Tóxico para la flora*
- R 55 *Tóxico para la fauna*
- R 56 Tóxico para los organismos del suelo
- R 57 *Tóxico para las abejas*
- R 58 Puede provocar a largo plazo efectos negativos para el medio ambiente
- R 59 *Peligroso para la capa de ozono*
- R 60 Puede perjudicar la fertilidad
- R 61 Riesgo durante el embarazo de efectos adversos

- para el feto
 R 62 Posible riesgo de perjudicar la fertilidad
 R 63 Posible riesgo durante el embarazo
 R 64 Puede perjudicar a los niños alimentados con leche materna

PRECAUCIONES ACONSEJABLES (NORMAS S)

- S 1 Consérvese bajo llave
 S 2 Manténgase fuera del alcance de los niños
 S 3 Consérvese en lugar fresco
 S 4 Manténgase lejos de locales habitados
 S 5 Consérvese en agua
 S 5a Consérvese en aceite de parafina
 S 5b Consérvese en petróleo
 S 5c Guardar en líquido protector
 S 6 Consérvese en ... (gas inerte a especificar por el fabricante)
 S 6a Consérvese en gas protector
 S 6b Consérvese en nitrógeno
 S 6c Consérvese en argón
 S 7 Manténgase el recipiente bien cerrado
 S 8 Manténgase el recipiente en lugar seco
 S 9 Consérvese el recipiente en lugar bien ventilado
 S 12 No cerrar el recipiente herméticamente
 S 13 Manténgase lejos de alimentos, bebidas y piensos
 S 14 Consérvese lejos de sustancias muy inflamables
 S 15 Conservar alejado del calor
 S 16 Conservar alejado de fuentes de ignición - No fumar
 S 17 Manténgase lejos de materias combustibles
 S 18 Manipúlese y ábrase el recipiente con prudencia
 S 20 No comer ni beber durante su utilización
 S 21 No fumar durante su utilización
 S 22 No respirar el polvo
 S 23 No respirar vapor
 S 23a No respirar el gas
 S 23b No respirar el humo
 S 23c No respirar el aerosol
 S 24 Evítase el contacto con la piel
 S 25 Evítase el contacto con los ojos
 S 26 En caso de contacto con los ojos, lávese inmediatamente y abundantemente con agua y acúsase a un médico
 S 27 Quítase inmediatamente la ropa manchada o salpicada
 S 28 En caso de contacto con la piel, lávese inmediata y abundantemente con agua
 S 28a En caso de contacto con la piel, lávese inmediata y abundantemente con sulfato de cobre en solución al 2%
 S 28b En caso de contacto con la piel, lávese inmediata y abundantemente con glicol propilénico
 S 28c En caso de contacto con la piel, lávese inmediata y abundantemente con polietilenglicol/etanol (1:1)
 S 28d En caso de contacto con la piel, lávese inmediata y abundantemente con agua y jabón
 S 29 No tirar los residuos por el desagüe
 S 30 No echar jamás agua al producto
 S 33 Evítase la acumulación de cargas electrostáticas
 S 34 Evítase golpes y rozamientos
 S 35 Elimínense los residuos del producto y sus recipientes con todas las precauciones posibles
 S 36 Usen indumentaria protectora adecuada
 S 37 Usen guantes adecuados
 S 38 En caso de ventilación insuficiente, usen equipo respiratorio adecuado
 S 39 Usen protección para los ojos/la cara
 S 40 Para limpiar el suelo y los objetos contaminados por este producto, úsese... (a especificar por el fabricante)
 S 40a Para limpiar el suelo y los objetos contaminados por este producto, úsese carbón yodado
 S 41 En caso de incendio y/o de explosión no respire los humos
 S 42 Durante las fumigaciones/pulverizaciones, use equipo respiratorio adecuado [Denominación (es) adecuada (s) a especificar por el fabricante]
 S 43 En caso de incendio, úsese agua
 S 43a En caso de incendio, úsese arena seca (No usar nunca agua)
 S 44 En caso de malestar, acuda al médico (si es posible, muéstrela la etiqueta)
 S 45 En caso de accidente o malestar acuda inmediatamente al médico (si es posible muéstrela la etiqueta)
 S 46 En caso de ingestión, acuda inmediatamente al médico y muéstrela la etiqueta o el envase
 S 47 Consérvese a una temperatura no superior a ... °C (a especificar por el fabricante)
 S 48 Consérvese húmedo con... (medio apropiado a especificar por el fabricante)
 S 48a Consérvese húmedo con agua
 S 49 Consérvese únicamente en el recipiente de origen

- S 50 No mezclar con... (a especificar con el fabricante)
 - S 51 Úsele únicamente en lugares bien ventilados
 - S 52 No usar sobre grandes superficies en locales habitados
 - S 53 Evítase la explosión - recábense construcciones especiales antes del uso
 - S 54 Obtener autorización de la autoridades de control de la contaminación antes de verter hacia las instalaciones de depuración de aguas residuales
 - S 55 Trátase con las mejores técnicas disponibles antes de verter en desagües o en el medio acuático
 - S 56 No verter en desagües o en el medio ambiente. Elimínese en un punto autorizado de recogida de residuos
 - S 57 Utilícese un envase de seguridad adecuado para evitar la contaminación del medio ambiente
 - S 58 Elimínese como residuo peligroso
 - S 59 Remítirse al fabricante proveedor para obtener información sobre su reciclado recuperación
 - S 60 Elimínese el producto y/o recipientes como residuos peligrosos
 - S 61 Evítase su liberación al medio ambiente. Recábense instrucciones específicas de la ficha de datos de seguridad
 - S 62 En caso de ingestión no provocar el vómito: acúdase inmediatamente al médico y muéstrese la etiqueta o el envase
-

ANEXO 3. ELEMENTOS, MATERIALES Y EQUIPOS USADOS EN EL LABORATORIO DE LA PLANTA DE BENEFICIO

1. Balanza analítica con precisión al miligramo



5. Desecador con silica gel



2. Balanza analítica con precisión al miligramo y desecador infrarrojo



6. Pinzas para cápsula



3. Balanza de plato capacidad 2.500 g



7. Matraz para vacío con derivación (kitasato)



4. Pinzas para matraz



8. Erlenmeyer



9. Horno de calentamiento



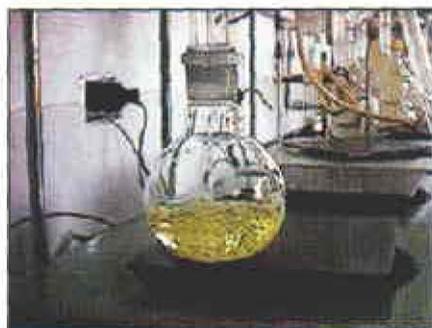
10. Cápsula de porcelana



11. Equipo de extracción soxhlet con estufa eléctrica



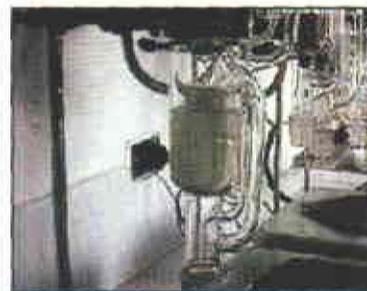
12. Matraz fondo plano



13. Condensador de bolas según Alihn



14. Extractor central



15. Vasos de precipitados



16. Juntas de goma, crisol Gooch y trompa de vacío para determinación de impurezas



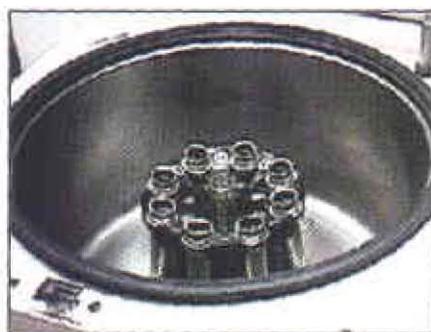
17. Dedales para extracción soxhlet



19. Tubos plásticos para centrifugación



18. Centrífuga de cabezal flotante



20. Cabezales de dosificación automática



SECCIÓN 2.

CONTROL DE PROCESO EN LA PLANTA DE BENEFICIO

2. MÉTODOS DE MUESTREO Y ANÁLISIS

En este capítulo, se presenta el procedimiento para calcular la frecuencia recomendada de muestreo para realizar los ensayos enumerados en los capítulos del 3 al 7.

La frecuencia de muestreo y el número de muestras que se deben tomar para conformar la muestra final, dependen de la precisión requerida. Normalmente se encuentran fluctuaciones en los resultados por lo que se debe establecer *individualmente cuanto pueden variar* en cada instalación. Sin embargo, se establece un orden de magnitud de la frecuencia de muestreo para los diferentes tipos de muestras. En este capítulo también se muestra el procedimiento estadístico para la determinación de los límites de confiabilidad.

Para los análisis de aceite y almendra, los métodos analíticos se basan en los estándares internacionales de la A.O.C.S., de la I.U.P.A.C., PORIM e ICONTEC. Se explican detalladamente para facilitar la operación y mejorar la precisión.

Para ciertos análisis de proceso se da una alternativa que no sigue estrictamente los métodos normales, siendo simplificadas para economizar tiempo, pero la exactitud y precisión de los resultados es suficiente para los requerimientos de control del proceso.

También es posible reducir aún más el tiempo de los análisis usando:

- Horno microondas para el secado de las muestras.
- Secador infrarrojo con balanza analítica para cálculos rápidos de humedad.

Antes de emplear estos métodos se deben realizar réplicas con métodos clásicos, hasta encontrar la mejor aproximación.

2.1 DETERMINACIÓN DE LA FRECUENCIA DE MUESTREO

En las siguientes notas se asume que se conocen los principios básicos de estadística.

Se debe hacer un mínimo de 30 observaciones durante el periodo de procesamiento con intervalos aleatorios. Se calcula el valor promedio « \bar{x} », la desviación estándar «SD» y los límites de confiabilidad « $S_m \cdot t$ » son calculados. De la tabla de «distribución t» (Tabla 1) se puede elegir el número de muestras para una confiabilidad determinada.

Como ejemplo se tiene el contenido de ácidos grasos libres para el aceite almacenado, tomado durante un turno 8 horas. Las 30 lecturas tomadas al azar son las siguientes:

3.50	3.70	3.51	3.50	3.70	3.44
3.55	3.69	3.40	3.54	3.70	3.35
3.60	3.49	3.29	3.60	3.44	3.25
3.70	3.48	3.28	3.68	3.49	3.25
3.67	3.49	3.20	3.65	3.50	3.21

$$G = \frac{\text{Sumatoria de lecturas}}{n} = \frac{104.85}{30} = 3.495$$

$$\text{Desviación Standard} = \sqrt{\frac{n \sum x^2 - (\sum x)^2}{n(n-1)}} = \sqrt{\frac{30 \times 367.1861 - (104.85)^2}{30(30-1)}}$$

$$= 0.15924$$

Donde: $\sum x^2$ = Suma de los cuadrados de las observaciones

$(\sum x)^2$ = Cuadrado de la suma de las observaciones

n = número de observaciones

$$\text{Error estándar del promedio } S_m = \frac{SD}{\sqrt{n}} = \frac{0.15924}{\sqrt{30}} = 0.02907$$

$$\text{Límites de Confiabilidad} = \bar{x} \pm S_m \cdot t$$

De la tabla de distribución «t» (Tabla 1), se puede ver que para 95% de probabilidad con 30 muestras, tenemos un error probable de:

$$S_m \cdot t = 0.02907 \times 2.05 = 0.0596$$

$$\% \text{ A.G.L.} = 3.495 \pm 0.0596$$

Y el valor del error probable para:

$$3 \text{ muestras: } 0.02907 \times 4.30 = \pm 0.1250$$

$$4 \text{ muestras: } 0.02907 \times 3.18 = \pm 0.0924$$

$$5 \text{ muestras: } 0.02907 \times 2.78 = \pm 0.0808$$

$$8 \text{ muestras: } 0.02907 \times 2.37 = \pm 0.0689$$

Por tanto, si se desea obtener un valor significativo en el primer decimal con 95% de confiabilidad, por ejemplo % A.G.L. = 3.5 x 0.09, se deben tomar al menos 4 muestras.

Los ejemplos de arriba se refieren a una frecuencia de muestreo para A.G.L., pero obviamente se aplica a todas las muestras. Los valores para frecuencia dados en las siguientes secciones se basan en resultados experimentales pero deben ser verificados en cada planta y revisados periódicamente.

Tabla 1. Tabla de distribución «t»

Grados de Libertad	0.1	Probabilidad a 0.05	0.02	0.01	0.01
1	6.31	12.71	31.82	63.66	63.66
2	2.92	4.30	6.97	9.93	9.93
3	2.35	3.18	4.54	5.84	5.84
4	2.13	2.78	3.75	4.60	4.60
5	2.02	2.57	3.37	3.03	3.03
6	1.94	2.45	3.14	3.71	3.71
7	1.89	2.37	3.00	3.50	3.50
8	1.86	2.31	2.90	3.36	3.36
9	1.83	2.26	2.82	3.25	3.25
10	1.81	2.23	2.76	3.17	3.17
11	1.80	2.20	2.72	3.11	3.11
12	1.78	2.18	2.68	3.06	3.06
13	1.77	2.16	2.65	3.01	3.01
14	1.76	2.14	2.62	2.98	2.98
15	1.75	2.13	2.60	2.95	2.95
16	1.75	2.12	2.58	2.92	2.92
17	1.74	2.11	2.57	2.90	2.90
18	1.73	2.10	2.55	2.88	2.88
19	1.73	2.09	2.54	2.86	2.86
20	1.72	2.09	2.53	2.85	2.85
21	1.72	2.08	2.52	2.83	2.83
22	1.72	2.07	2.51	2.82	2.82
23	1.71	2.07	2.50	2.81	2.81
24	1.71	2.06	2.49	2.80	2.80
25	1.71	2.06	2.49	2.79	2.79
26	1.71	2.06	2.48	2.78	2.78
27	1.70	2.05	2.47	2.77	2.77
28	1.70	2.05	2.47	2.76	2.76
29	1.70	2.05	2.46	2.76	2.76
30	1.70	2.04	2.46	2.75	2.75
40	1.68	2.02	2.42	2.70	2.70
60	1.67	2.00	2.39	2.66	2.66
120	1.66	1.98	2.36	2.62	2.62
	1.65	1.96	2.33	2.58	2.58

Grados de Libertad = n-

3. RECEPCIÓN DE FRUTO

3.1. ANALISIS DE RACIMOS EN PLATAFORMA

OBJETO: El presente análisis tiene por objeto determinar la calidad de los racimos recibidos, en cuanto a cantidad de racimos verdes, sobremaduros, podridos y pedúnculos largos presentes en cada viaje recibido, para establecer de esta manera un mejor y más eficiente control sobre la calidad de la fruta a procesar.

3.1.1 Generalidades

1. Siempre, en el momento de realizar los análisis correspondientes, el analista de fruto debe llevar consigo, como mínimo guantes de carnaza reforzados para protegerse de las cortaduras y pinchazos.
2. Estar presente en el momento del descargue del vehículo para evitar posibles errores en la ubicación del fruto a analizar.
3. Tener muy claros los conceptos, criterios y parámetros que sobre la calidad de la fruta cosechada, hayan acordado en conjunto, los encargados de la planta y del campo.

3.1.2 Descripción de la actividad

1. Ubicar el lugar exacto de la tolva, en el cual se encuentra el fruto a analizar.
2. Indagar por la procedencia exacta del fruto recibido, teniendo en cuenta la forma en la que se enumeran las parcelas o bloques de la plantación o de los proveedores de fruto de la planta de beneficio primario.
3. Si el fruto fue depositado en una tolva, ubicarse dentro de la tolva, en la parte inferior del viaje de fruto recibido. En caso de ser una plataforma, ubicarse en la base del arrume o montón.
4. Iniciar un ascenso en zigzag, contando y revisando uno a uno, cien racimos de fruta fresca, completamente al azar, y clasificando de acuerdo a la tabla de calidad los racimos en: verdes, sobremaduros, podridos y pedúnculo largo y anotándolos en el formato respectivo.
5. Cada vez que algún parámetro de calidad no se haya cumplido, anotar en el formato respectivo, el ítem violado.
6. Una vez ha concluido la realización del análisis sumar la cantidad de racimos verdes, sobremaduros, podridos y con pedúnculos largos que se hubiesen

encontrado.

7. Registrar estos valores en el formato de Control de Calidad de Fruta recibida, al igual que la información acerca de la procedencia del fruto, así como el transportador, la hora de recibido y demás datos que se consideren sean necesarios para la identificación del mismo.
8. Informar inmediatamente al jefe del laboratorio o Gerente de Planta, acerca de los viajes recibidos, en los cuales los criterios de calidad estén por encima de los parámetros establecidos; este a su vez informará al proveedor de fruto para tomar las medidas correctivas necesarias.
9. Si no se han acordado criterios de calidad de cosecha con el proveedor de fruto, se puede tomar como referencia, las siguientes definiciones:

Racimo Verde: Aquel racimo en el cual no se encuentran alvéolos vacíos, de frutos que se hayan separado en forma natural. En el momento de análisis no se deben forzar los frutos para saber si sueltan o no, ya que se estaría alterando el análisis. No debe existir ningún racimo verde en un viaje que llegue a la planta.



Figura 1. Racimo verde

Racimo Sobremaduro: Aquel racimo que ha desprendido más del 50% de los frutos existentes en la primera capa de frutos. La cantidad de racimos sobremaduros encontrados no debe exceder el 6% de la muestra.

Racimo Podrido: Aquel racimo que ha desprendido más del 50% de los frutos de su primera capa, pero adicionalmente, presenta el pedúnculo blando por efecto del envejecimiento del racimo. No debe existir ningún racimo podrido en un viaje que llegue a la planta.



Figura 2. Racimo podrido

Pedúnculo Largo: Aquel racimo en el que su pedúnculo tiene con una longitud superior a cinco (5) cm en su parte más alta, contados a partir del hombro del racimo. También se cuentan como pedúnculos largos, los trozos de pedúnculos cortados, que por descuido en la cosecha hayan sido llevados hasta la planta. No deben existir pedúnculos largos en un viaje que llegue a la planta.

3.1.3 Cálculos

Una vez finalizado el análisis, se determina la cantidad de racimos fuera de norma, y se determina el porcentaje de cada uno de los parámetros descritos anteriormente, de la siguiente forma:

Si se analizaron 100 racimos y se encontraron dos (2) racimos verdes, se reporta el viaje con un 2% de racimos verdes.

4. ESTERILIZACIÓN

4.1 ACEITE EN RACIMOS VACÍOS O TUSAS (MÉTODO ESTANDAR)

OBJETO: El presente análisis tiene por objeto. Conocer la cantidad de aceite impregnado a las espigas y pedúnculos de los racimos vacíos, por efecto del cocimiento de los racimos.

4.1.1 Generalidades

1. Conservar el recipiente en el cual se depositan las muestras tomadas limpio y seco.
2. Es muy importante mantener la frecuencia de muestreo establecida para este análisis, ya que la variabilidad de los resultados obtenidos es alta.
3. La preparación de la muestra para esta prueba necesita de mucho tiempo, y la frecuencia del análisis, se podría limitar de acuerdo con la disponibilidad del personal en el laboratorio a 1 ó 2 veces por semana.
4. Identificar adecuadamente los balones o matraces, crisoles y otros equipos a utilizar, estos deben encontrarse limpios, secos y a temperatura ambiente, ya que «pesar equipos calientes, trae grandes errores en los cálculos».

4.1.2 Elementos, materiales y equipos

Los elementos que se describen a continuación son los necesarios para la determinación del contenido de aceite utilizando un aparato SOXHLET. Un procedimiento alternativo, utilizando un aparato DEAN STARK, se describe en el Anexo 5.

- ◆ Balanza analítica con exactitud al miligramo
- ◆ Horno de secamiento
- ◆ Desecadores con sílica gel
- ◆ Estufa
- ◆ Cápsula de porcelana
- ◆ Matraz o balón aforado de 250 ml de fondo plano
- ◆ Extractor Soxhlet volumen nominal 100 ml (Anexo 4)
- ◆ Refrigerador de bolas según Alihn
- ◆ Dedales para extracción
- ◆ Algodón
- ◆ Papel filtro o servilletas
- ◆ Pinzas para balón aforado
- ◆ Manguera de látex
- ◆ Cuchillo
- ◆ Hacha
- ◆ Machete o cortador mecánico de racimos

4.1.3 Reactivos

- ◆ Solvente, (Hexano, Tricloroetileno, gasolina blanca, fracción ligera, etc.)

4.1.4 Procedimiento analítico

1. Cada media hora se hace un conteo de 100 racimos de los que salen de la planta, separando dos racimos vacíos al azar los cuales son depositados en un recipiente limpio y seco destinado exclusivamente para este uso.
2. Al finalizar el día, o el turno de proceso establecido, los racimos vacíos son cortados en cuartos con ayuda de un hacha.
3. Tomar un cuarto de cada racimo y conformar una sola muestra para ser pesada.
4. Separar todos los frutos presentes, pesarlos y calcular el porcentaje (%) sobre racimos vacíos y registrar en el formato respectivo.
5. Después de remover todas los frutos, cortar los cuartos que forman la muestra en pequeños pedazos utilizando un machete o un cortador mecánico de racimos.
6. Mezclar cuidadosamente entre sí, las partes picadas.
7. Cuartear hasta obtener una muestra de 500 gramos, la cual es llevada al laboratorio.
8. Esta muestra debe ser picada finamente con la ayuda de un cuchillo.
9. En la balanza analítica, pesar una cápsula limpia y

- seca previamente identificada y registrar este valor en el formato respectivo.
10. Agregar aproximadamente 15 gramos (g) de muestra picada, a la cápsula que se encuentra en la balanza analítica, registrando estos valores en el formato respectivo.
 11. Introducir la cápsula al horno de secamiento a 105°C hasta obtener peso constante (aproximadamente 6 horas).
 12. Después de alcanzar el peso constante transferir la cápsula de porcelana con la muestra al desecador hasta obtener un total enfriamiento, (aproximadamente 30 minutos).
 13. En todo caso, el secamiento debe realizarse hasta obtener un peso final constante, por lo tanto el tiempo de secado recomendado anteriormente debe ser revisado para cada planta de beneficio primario.
 14. Pesar la cápsula con la muestra seca, registrando este valor en el formato respectivo.
 15. En un dedal de extracción, de tamaño adecuado para el equipo Soxhlet utilizado, colocar la muestra de la cápsula cuidadosamente, evitando tener pérdidas de muestra seca.
 16. Taponar con un trozo de algodón el dedal, para evitar que la muestra se salga del dedal al mezclarse con el solvente.
 17. Si se tienen los equipos de extracción ocupados, introducir el dedal en un frasco de 500 ml con 150 ml de solvente para iniciar la separación del aceite. De esta manera se economiza tiempo.
 18. Pesar un matraz fondo plano de 250 ml limpio y seco, anotando el número del matraz en el formato respectivo.
 19. Conectar el matraz a la parte central del extractor.
 20. Separar el refrigerante de bolas e introducir el dedal con la muestra en el extractor.
 21. Agregar aproximadamente 150 - 200 ml de solvente al extractor y a la vez transferir la totalidad de solvente del frasco descrito en el numeral 17, al equipo de extracción y lavarlo con aproximadamente 50 ml y agregarlo al equipo de extracción
 22. Abrir el paso del agua por el refrigerante de bolas
 23. Encender la estufa, para iniciar el proceso de extracción.
 24. Este proceso debe continuar aproximadamente una hora después de que el solvente que se encuentra en la parte central, esté totalmente incoloro, momento en el cual se apaga la estufa y se inicia el desmontaje del equipo.
 25. Separar cuidadosamente el matraz del extractor y retirar el refrigerante, para extraer el dedal.
 26. Conectar nuevamente todo el equipo de extracción, prender la estufa y separar el solvente del aceite extraído.
 27. Apagar la estufa y retirar de ella como mínimo el conjunto matraz-extractor. Separar el extractor del matraz y recuperar el solvente. Solo en este momento cerrar el paso de agua.
 28. Llevar el matraz con la muestra de aceite al horno de calentamiento a 105°C hasta la total eliminación del solvente remanente (aproximadamente dos horas).
 29. Transcurrido este tiempo, pasar el matraz al desecador con sílica gel (aproximadamente 30 minutos).
 30. Dejar la muestra en el desecador hasta el enfriamiento total y pesar el matraz en la balanza analítica registrando este valor en el formato respectivo.

4.1.5 Cálculos

Realizar los siguientes cálculos para determinar el porcentaje de aceite en base húmeda (% BH), el porcentaje de aceite en base seca (%BS) y el porcentaje de aceite en base seca no aceitosa (%BSNA):

$$\text{muestra seca} = \text{peso cápsula con muestra seca} - \text{peso cápsula vacía}$$

$$\text{aceite extraído} = \text{peso balón con aceite} - \text{peso balón vacío}$$

$$\%BH = \frac{\text{peso aceite extraído}}{\text{peso muestra inicial}} \times 100$$

$$\%BS = \frac{\text{peso aceite extraído}}{\text{peso muestra seca}} \times 100$$

$$\%BSNA = \frac{\text{peso aceite extraído}}{\text{peso muestra seca} - \text{peso aceite extraído}} \times 100$$

4.2 ACEITE EN RACIMOS VACIOS O TUSAS (Método de las espigas)

OBJETO: Establecer el contenido de aceite impregnado en racimos vacíos y es especialmente recomendado cuando se hacen determinaciones diarias que requieren de un procedimiento más ágil y simplificado. Por lo tanto se recomienda reemplazar el análisis Aceite en Racimos Vacíos (método estándar) por el denominado Aceite en racimos vacíos (método de las espigas).

Nota: El porcentaje reportado en este análisis, no puede utilizarse para evaluar la pérdida total en los racimos vacíos, ya que en generalmente resultan valores un poco mayores que con el método estándar.

4.2.1 Generalidades

1. Conservar el recipiente en el cual se depositan las muestras tomadas limpio y seco.
2. Es importante mantener la frecuencia de muestreo establecida para este análisis, ya que la variabilidad de los resultados obtenidos es alta.
3. Identificar adecuadamente los balones o matraces y las cápsulas utilizadas en los procesos de extracción.
4. Al pesar en la balanza cápsulas, matraces, crisoles y otros equipos, estos deben encontrarse limpios, secos y a temperatura ambiente, ya que "pesar equipos calientes, trae grandes errores en los cálculos".

4.2.2 Elementos, materiales y equipos

- ◆ Balanza analítica con exactitud al miligramo.
- ◆ Horno de secamiento
- ◆ Desecadores con sílica gel
- ◆ Estufa
- ◆ Cápsula de porcelana
- ◆ Matraz o balón aforado de 250 ml de fondo plano
- ◆ Extractor Soxhlet volumen nominal 100 ml (Anexo 4)
- ◆ Refrigerador de bolas según Allihn
- ◆ Dedales para extracción
- ◆ Algodón
- ◆ Papel filtro o servilletas
- ◆ Pinzas para balón aforado
- ◆ Manguera de látex
- ◆ Cuchillo

4.2.3 Reactivos

- ◆ Solvente, (Hexano, Tricloroetileno, gasolina blanca, fracción ligera, etc.)

4.2.4 Procedimiento analítico

1. Cada media hora se hace un conteo de 100 racimos, de los que salen de la planta, separando dos racimos al azar, a los cuales con la ayuda de un cuchillo se les cortan dos (2) espigas a cada uno, que son depositadas en un recipiente limpio y seco destinado exclusivamente para este uso. Desechar el material de tusas restantes.
2. Al finalizar el día o el turno de proceso establecido, el laboratorista debe realizar un cuarteo de las espigas separadas, hasta obtener un residual de aproximadamente de 6 - 10 espigas, las cuales son llevadas al laboratorio para su posterior análisis.
3. En la balanza analítica, pesar una cápsula de porcelana limpia y seca previamente identificada y registrar este valor en el formato respectivo.
4. Picar finamente las espigas de la muestra del proceso, con la ayuda de un cuchillo.
5. Agregar aproximadamente 15 g de muestra picada a la cápsula que se encuentra en la balanza analítica, registrando estos valores en el formato respectivo.
6. Introducir la cápsula al horno de secamiento a 105 °C hasta obtener peso constante. (aproximadamente 6 horas).
7. Traspasar la cápsula de porcelana con la muestra al desecador hasta obtener un total enfriamiento, (aproximadamente 30 minutos).
8. En todo caso, el secamiento debe realizarse hasta obtener un peso final constante, por lo tanto el tiempo de secado recomendado anteriormente debe ser revisado para cada Planta de Beneficio.

9. Pesar la cápsula con la muestra seca, registrando este valor en el formato respectivo.
10. En un dedal de extracción, de tamaño adecuado para el equipo Soxhlet utilizado, colocar la muestra de la cápsula cuidadosamente, evitando tener pérdidas de espigas secas.
11. Taponar con un trozo de algodón el dedal, para evitar que la muestra se salga del dedal al mezclarse con el solvente.
12. Si se tienen los equipos de extracción ocupados, introducir el dedal en un frasco de 500 ml con 150 ml de solvente para iniciar la separación del aceite. De esta manera se economiza tiempo.
13. Pesar un matraz fondo plano de 250 ml limpio y seco, anotando el número del matraz.
14. Conectar el matraz a la parte central del extractor
15. Agregar aproximadamente 150 - 200 ml de solvente al extractor y a la vez transferir la totalidad de solvente del frasco descrito en el numeral 12 al equipo de extracción y lavarlo con aproximadamente 50 ml y agregarlo al equipo de extracción.
16. Abrir el paso del agua por el refrigerante de bolas
17. Encender la estufa para iniciar el proceso de extracción.
18. Este proceso debe continuar aproximadamente una hora después de que el solvente que se encuentra en la parte central esté totalmente incoloro momento en el cual se apaga la estufa y se inicia el desmontaje del equipo.
19. Separar cuidadosamente el matraz del extractor y retirar el refrigerante para extraer el dedal.
20. Conectar nuevamente todo el equipo de extracción, prender la estufa y separar el solvente del aceite extraído.
21. Apagar la estufa y retirar de ella como mínimo el conjunto matraz-extractor. Separar el extractor del matraz y recuperar el solvente. Solo en este momento cerrar el paso de agua.
22. Llevar el matraz con la muestra de aceite al horno de calentamiento hasta la total eliminación del solvente remanente (aproximadamente dos horas).
23. Transcurrido este tiempo pasar el matraz al desecador con sílica gel (aproximadamente 30 minutos).
24. Dejar la muestra en el desecador hasta enfriamiento total y pesar el matraz en la balanza analítica, momento en el cual se da por terminado el análisis, registrando este valor en el formato respectivo.

4.2.5 Cálculos

Realizar los siguientes cálculos para determinar el porcentaje de aceite en base húmeda, (% BH), el porcentaje de aceite en base seca, (%BS) y el porcentaje de aceite en base seca no aceitosa (%BSNA):

$$\text{muestra seca} = \text{peso cápsula con muestra seca} - \text{peso cápsula vacía}$$

$$\text{aceite extraído} = \text{peso balón con aceite} - \text{peso balón vacío}$$

$$\%BH = \frac{\text{peso aceite extraído}}{\text{peso muestra inicial}} \times 100$$

$$\%BS = \frac{\text{peso aceite extraído}}{\text{peso muestra seca}} \times 100$$

$$\%BSNA = \frac{\text{peso aceite extraído}}{\text{peso muestra seca} - \text{peso aceite extraído}} \times 100$$

4.3 HUMEDAD EN RACIMOS VACIOS

OBJETO: Determinar el contenido de agua en los racimos vacíos o tusas.

4.3.1 Generalidades

1. La muestra para este análisis debe ser almacenada en recipientes cerrados para evitar pérdida de agua por contacto con el medio ambiente.

4.3.2 Elementos, materiales y equipos

- ◆ Balanza analítica con exactitud al miligramo
- ◆ Cápsula de porcelana
- ◆ Horno de secamiento
- ◆ Pinzas para cápsula
- ◆ Calculadora
- ◆ Desecador

4.3.3 Procedimiento analítico

1. Cada media hora se hace un conteo de 100 racimos vacíos de los que salen de la palnta, separando dos racimos al azar los cuales son depositados en un recipiente limpio y seco destinado exclusivamente para este uso.
2. Al finalizar el día, o el turno de proceso, los racimos vacíos son cortados en cuartos con ayuda de un hacha.
3. Tomar un cuarto de cada tusa y unir las formando una sola muestra.
4. Separar todos los frutos presentes examinando cuidadosamente los pedazos escogidos.
5. Después de remover todos los frutos cortar los cuartos que forman la muestra, en pequeños pedazos utilizando un machete o un cortador mecánico de racimos vacíos.
6. Mezclar cuidadosamente entre sí, las partes de racimos vacíos picadas.

7. Cuartear hasta obtener una muestra de 500 g la cual es llevada al laboratorio. En caso de haber cuarteado y sacado 500 g para uno de los análisis de determinación del contenido de Aceite en Racimos Vacíos descritos con anterioridad, se puede tomar del sobrante otros 500 g para la realización de este análisis.

8. Esta muestra debe ser picada finamente con la ayuda de un cuchillo.

9. En la balanza analítica, pesar una cápsula limpia y seca previamente identificada registrando el valor en el formato respectivo.

10. Pesar aproximadamente 10 gramos (g) de racimos vacíos picados, sobre la cápsula que se encuentra en la balanza analítica, registrando estos valores en el formato respectivo.

11. Introducir la cápsula al horno de secamiento a 105°C hasta obtener peso constante (aproximadamente 6 horas).

12. Después de alcanzar el peso constante transferir la cápsula de porcelana con la muestra al desecador hasta obtener un total enfriamiento (aproximadamente 30 minutos).

13. En todo caso el secamiento debe realizarse hasta obtener un peso final constante, por lo tanto el tiempo de secado recomendado anteriormente debe ser revisado para cada planta de beneficio primario.

14. Pesar la cápsula con la muestra seca registrando este valor en el formato respectivo.

4.3.4 Cálculos

Realizar los siguientes cálculos:

peso muestra seca = peso cápsula con muestra seca - peso cápsula vacía

$$\% \text{ Humedad} = \frac{\text{peso muestra inicial} - \text{peso muestra seca}}{\text{peso muestra inicial}} \times 100$$

4.4 FRUTO ADHERIDO A LOS RACIMOS VACÍOS Ó TUSAS

OBJETO: Evaluar el porcentaje en peso de frutos encontrados en los racimos vacíos, para diagnosticar posibles fallas, en los procesos de esterilización o de desfrutación. También es posible correlacionar este valor con los análisis de calidad realizados al fruto recibido en la Planta de Beneficio Primario.

4.4.1 Generalidades

1. Al iniciar el proceso, preparar un recipiente lo suficientemente grande para almacenar la gran cantidad de racimos vacíos que se van a muestrear durante el día. Se recomienda la utilización de una canasta del proceso.

4.3.2 Elementos, materiales y equipos

- ◆ Cuchillo
- ◆ Balanza de 2.500 g de capacidad
- ◆ Pesa de 12 libras de capacidad de reloj o dinamómetro.
- ◆ Balde o recipiente plástico.

4.3.3 Procedimiento analítico

1. Si el racimo vacío no presenta frutos, no es causal para desechar esa muestra. Todo racimo muestreado

sirve para el análisis, no importa si está bien o mal desfrutado.

2. Al finalizar el día o el turno de proceso establecido, el laboratorista debe realizar un cuarteo del total de racimos vacíos separados, hasta obtener una muestra final de aproximadamente 3 - 4 tusas.
3. Llevar los racimos vacíos al laboratorio y registrar su peso en el formato establecido.
4. Con la ayuda de un cuchillo, separar todos los frutos remanentes y registrar el peso de la totalidad de frutos encontrados.

4.3.4. Cálculos

Realizar el siguiente cálculo:

Fruto adherido a los racimos vacíos =

$$\frac{\text{Peso frutos encontrados}}{\text{Peso racimos vacíos examinados}} \times 100$$

4.5 ACEITE EN CONDENSADOS DE ESTERILIZACIÓN

OBJETO: Establecer el contenido de aceite en los condensados salientes de los esterilizadores.

4.5.1 Generalidades

1. El muestreo de este análisis debe ser bastante riguroso, ya que la variabilidad de los resultados obtenidos es bastante alta.
2. Los recipientes en los que se almacenan las muestras deben ser lavados una vez se ha extraído la muestra del día anterior.

4.5.2 Elementos, materiales y equipos

- ◆ Balanza analítica con exactitud al miligramo.
- ◆ Horno de secamiento
- ◆ Desecadores con sílica gel
- ◆ Estufa
- ◆ Cápsula de porcelana
- ◆ Matraz o balón aforado de 250 ml de fondo plano
- ◆ Extractor Soxhlet volumen nominal 100 ml
- ◆ Refrigerador de bolas según Allihn
- ◆ Dedales para extracción
- ◆ Algodón
- ◆ Papel filtro o servilletas
- ◆ Pinzas para balón aforado
- ◆ Manguera de látex
- ◆ Cuchillo

4.5.3 Reactivos

- ◆ Solvente, (Hexano, tricloroetileno, gasolina blanca, fracción ligera, etc.)

4.5.4 Procedimiento analítico

1. Una muestra de aproximadamente 200 ml debe ser tomada de cada uno de los ciclos de esterilización de fruta que se realicen durante el turno, alma-

cenándola en un recipiente limpio y seco destinado para tal fin.

2. Se recomienda que los muestreos se realicen durante las purgas de condensados que se realizan durante el tiempo constante de cada ciclo de esterilización.
3. Al finalizar el turno de proceso, el laboratorista debe llevar el recipiente con la muestra hasta el laboratorio.
4. Pesar una cápsula limpia y seca con papel filtro y algodón, los cuales absorberán el agua lodosa, evitando que al secar la muestra, ésta se pegue a la cápsula. Registrar este valor en el formato respectivo.
5. Agitar vigorosamente el recipiente y pesar aproximadamente 50 g de la muestra obtenida, vertiendo cuidadosamente el líquido debe empapar el algodón dispuesto en la cápsula. Registrar este valor en el formato respectivo.
6. Llevar al horno de secamiento la cápsula con la muestra hasta obtener peso constante (aproximadamente 10 horas).
7. Sacar la cápsula e introducirla en el desecador hasta que se obtenga un enfriamiento completo (aproximadamente 30 minutos).
8. Luego de este lapso pesar la cápsula en la balanza analítica. Registrar este valor en el formato respectivo.
9. Separar cuidadosamente la muestra de la cápsula, doblarla haciendo un rollo e introducirla en el dedal.
10. Si se tienen los equipos de extracción ocupados, introducir el dedal en un frasco de 500 ml con 150 ml de solvente para iniciar la separación del aceite. De esta manera se economiza tiempo.
11. Pesar un matraz fondo plano de 250 ml, limpio y seco, anotando el número del matraz en el formato respectivo.
12. Conectar el matraz a la parte central del extractor.

13. Separar el refrigerante de bolas e introducir el dedal con la muestra en el extractor.
14. Agregar aproximadamente 150 - 200 ml de solvente al extractor y a la vez transferir la totalidad de solvente del frasco descrito en el numeral 10 al equipo de extracción y lavarlo con aproximadamente 50 ml y agregarlo al equipo de extracción
15. Abrir el paso del agua por el refrigerante de bolas.
16. Encender la estufa para iniciar el proceso de extracción
17. Este proceso debe durar aproximadamente una hora después de que el solvente que se encuentra en la parte central esté totalmente incoloro, momento en el cual se inicia el desmontaje del análisis, apagando la estufa.
18. Separar cuidadosamente el matraz del extractor, y luego retirar el refrigerante para extraer el dedal.
19. Conectar nuevamente todo el equipo de extracción, prender la estufa y separar el solvente del aceite extraído.
20. Seguir los pasos mencionados para separar los equipos de extracción y retirar el solvente recuperado. Solo en este momento cerrar el paso del agua de refrigeración.
21. Llevar el matraz con la muestra de aceite al horno de calentamiento hasta la total eliminación del sol-

vente remanente (aproximadamente dos horas).

22. Transcurrido este tiempo, pasar el matraz al desecador con sílica gel para retirar totalmente la humedad.
23. Dejar la muestra en el desecador hasta el enfriamiento total y pesar el matraz en la balanza analítica, registrando este valor en el formato respectivo.

4.5.6 Cálculos

Realizar los siguientes cálculos para determinar el porcentaje de aceite en base húmeda, (% BH), el porcentaje de aceite en base seca, (%BS) y el porcentaje de aceite en base seca no aceitosa (%BSNA):

$$\text{muestra seca} = \text{peso cápsula con muestra seca} - \text{peso cápsula vacía}$$

$$\text{aceite extraído} = \text{peso balón con aceite} - \text{peso balón vacío}$$

$$\%BH = \frac{\text{peso aceite extraído}}{\text{peso muestra inicial}} \times 100$$

$$\%BS = \frac{\text{peso aceite extraído}}{\text{peso muestra seca}} \times 100$$

$$\%BSNA = \frac{\text{peso aceite extraído}}{\text{peso muestra seca} - \text{peso aceite extraído}} \times 100$$

4.6 RACIMOS MAL DESFRUTADOS

OBJETO: Cuantificar los racimos mal desfrutados a la salida del tambor desfrutador.

4.6.1 Generalidades

- ◆ Se considera racimo mal desfrutado, aquel que contenga un 25% (un cuarto de racimo) o más de frutos adheridos.
- ◆ Hay que ser especialmente precavidos con el manejo del hacha, que se utiliza para rajear los racimos vacíos.

4.6.2 Procedimiento analítico

1. Cada media hora, se hace un conteo de 100 racimos vacíos, revisando cuidadosamente cada una de ellos para evaluar los que tengan fruto en una proporción

mayor a la señalada, las que se contabilizan como racimos mal desfrutados.

2. Registrar el valor de racimos mal desfrutados en el formato respectivo, indicando también el esterilizador del cual proceden así como la hora del análisis.

4.6.4 Cálculos

Aplicar la siguiente fórmula:

$$\% \text{ Racimos mal desfrutados} = \frac{\# \text{ racimos mal desfrutados}}{\# \text{ racimos vacíos contados}} \times 100$$

5. PRENSADO

5.1. ACEITE EN FIBRAS

OBJETO: Determinar la cantidad de aceite que se pierde en las fibras que salen del prensado.

5.1.1 Generalidades

1. Conservar el recipiente en el cual se depositan las muestras tomadas limpio, seco y bien tapado.
2. Es muy importante mantener la frecuencia de muestreo establecida para este análisis, que es necesario en el control de proceso.
3. Identificar adecuadamente los balones o matraces y las cápsulas utilizadas en los procesos de extracción para evitar confusiones.
4. Al pesar en la balanza cápsulas, matraces, crisoles y otros equipos, estos deben encontrarse limpios, secos y a temperatura ambiente, ya que pesar equipos calientes, trae grandes errores en los cálculos.
5. Si se tiene más de una prensa se debe realizar este análisis para cada una de ellas.

5.1.2 Elementos, materiales y equipos

Los elementos y el método que se describen a continuación corresponden a la determinación del contenido de aceite utilizando un aparato SOXHLET. Un procedimiento alternativo, utilizando un aparato DEAN STARK, se describe en el Anexo 5.

- ◆ Balanza analítica con exactitud al miligramo.
- ◆ Horno de secamiento
- ◆ Desecadores con sílica gel
- ◆ Estufa
- ◆ Cápsula de porcelana
- ◆ Matraz o balón aforado de 250 ml, de fondo plano
- ◆ Extractor Soxhlet, volumen nominal 100 ml
- ◆ Refrigerador de bolas según Allihn
- ◆ Dedales para extracción
- ◆ Algodón

- ◆ Papel filtro o servilletas
- ◆ Pinzas para balón aforado
- ◆ Manguera de látex
- ◆ Cuchillo

5.1.3 Reactivos

- ◆ Solvente, (Hexano, Tricloroetileno, gasolina blanca, fracción ligera, etc.)

5.1.4 Procedimiento analítico

1. Una muestra de aproximadamente 1.000 g debe ser tomada cada hora de tres puntos de la descarga de fibras de las prensas, dos laterales y uno superior, para garantizar una muestra representativa.
2. Esta muestra debe ser depositada en un recipiente limpio y seco destinado para tal fin, el cual siempre debe estar tapado para evitar pérdidas de humedad.
3. Al finalizar el turno o el proceso, según se tenga establecido, el laboratorista debe cuartear el total de la muestra obtenida, hasta obtener una muestra final de aproximadamente 2.000 g, la cual es llevada al laboratorio.
4. Pesarse una cápsula limpia y seca, debidamente marcada. Registrar este peso en el formato respectivo.
5. De la muestra tomada del proceso cuartear y pesar aproximadamente 10 g de fibras en la balanza analítica. Estas fibras deben estar libres de almendras, almendras rotas, cáscaras y otros materiales, ya que estos afectan la precisión del análisis realizado. Registrar este valor en el formato respectivo.
6. Llevar la cápsula al horno de calentamiento a una temperatura de 105°C hasta obtener peso constante (aproximadamente 6 horas) y registrarlo.

7. Después de alcanzar el peso constante transferir la cápsula de porcelana con la muestra al desecador hasta obtener un total enfriamiento (aproximadamente 30 minutos).
8. En todo caso el secamiento debe realizarse hasta obtener un peso final constante, por lo tanto, el tiempo de secado recomendado, debe ser establecido a cada planta de beneficio primario.
9. Pesar la cápsula con la muestra seca, registrando este valor
10. En un dedal de extracción, de tamaño adecuado para el equipo Soxhlet utilizado, colocar la muestra de la cápsula cuidadosamente, evitando tener pérdidas de fibras secas.
11. Luego colocar un trozo de algodón, para evitar que la muestra se salga del dedal al mezclarse con el solvente.
12. Si se tienen equipos de extracción ocupados con otras muestras, introducir el dedal en un frasco de 500 ml con 150 ml de solvente para iniciar la separación del aceite. De esta manera se economiza tiempo.
13. Pesar un matraz fondo plano de 250 ml limpio y seco, anotando el número del matraz en el formato respectivo.
14. Conectar el matraz a la parte central del extractor.
15. Separar el refrigerante de bolas e introducir el dedal con la muestra en el extractor.
16. Agregar aproximadamente 150 - 200 ml de solvente al extractor, y a la vez traspasar la totalidad de solvente del frasco descrito en el numeral 12 al equipo de extracción.
17. Abrir el paso del agua a través de la conexión inferior del refrigerante de bolas.
18. Encender la estufa para iniciar el proceso de extracción.
19. Este proceso debe continuar aproximadamente una hora después de que el solvente que se encuentra en la parte central, esté totalmente incoloro, momento en el cual se apaga la estufa y se inicia con el desmontaje del equipo.
20. Separar cuidadosamente el matraz del extractor y retirar el refrigerante para extraer el dedal.
21. Conectar nuevamente todo el equipo de extracción, prender la estufa y recuperar la totalidad del solvente del aceite extraído.
22. Apagar la estufa y retirar de ella como mínimo el conjunto matraz-extractor. Separar el extractor del matraz y recuperar el solvente. Solo en este momento cerrar el paso de agua.
23. Llevar el matraz con la muestra de aceite al horno de calentamiento hasta la total eliminación del solvente remanente (aproximadamente dos horas).
24. Transcurrido este tiempo, pasar el matraz al desecador con sílica gel, para retirar totalmente la humedad (aproximadamente 30 minutos).
25. Dejar la muestra en el desecador hasta el enfriamiento total y pesar el matraz en la balanza analítica, registrando este valor en el formato respectivo.

5.1.5 Cálculos

Realizar los siguientes cálculos para determinar el porcentaje de aceite en base húmeda, (%BH), el porcentaje de aceite en base seca, (%BS) y el porcentaje de aceite en base seca no aceitosa (%BSNA):

$$\text{muestra seca} = \text{peso cápsula con muestra seca} - \text{peso cápsula vacía}$$

$$\text{aceite extraído} = \text{peso balón con aceite} - \text{peso balón vacío}$$

$$\%BH = \frac{\text{peso aceite extraído}}{\text{peso muestra inicial}} \times 100$$

$$\%BS = \frac{\text{peso aceite extraído}}{\text{peso muestra seca}} \times 100$$

$$\%BSNA = \frac{\text{peso aceite extraído}}{\text{peso muestra seca} - \text{peso aceite extraído}} \times 100$$

5.2. HUMEDAD EN FIBRAS

OBJETO: Determinar la humedad en las fibras que salen del prensado.

5.2.1 Generalidades

Para el almacenamiento de muestras que requieran análisis de contenido de agua, se deben utilizar recipientes cerrados que minimicen la pérdida de agua por contacto con el medio ambiente.

5.2.2 Elementos, materiales y equipos

- ◆ Balanza analítica con exactitud al miligramo
- ◆ Cápsula de porcelana
- ◆ Horno de secamiento
- ◆ Pinzas para cápsula
- ◆ Calculadora
- ◆ Desecador

5.2.3 Procedimiento analítico

1. Una muestra de aproximadamente 1.000 g debe ser tomada cada hora de tres partes de la descarga de fibra de la prensa, dos secciones laterales y una superior, para garantizar una muestra representativa.
2. Esta muestra debe ser depositada en un recipiente limpio y seco destinado para tal fin, el cual siempre debe estar tapado, para evitar pérdidas de humedad.
3. Al finalizar el turno, el laboratorista debe cuartear el total de la muestra obtenida hasta obtener una muestra final de aproximadamente 2.000 g, la cual es llevada al laboratorio.

4. Pesar una cápsula limpia y seca, debidamente marcada. Registrar este peso.
5. De la muestra traída del proceso pesar aproximadamente 10 g de fibras en la balanza analítica. Es muy importante que estas fibras estén libres de almendras rotas, cáscaras y otros materiales, ya que pueden afectar la precisión del análisis realizado. Registrar este valor. Si se ha realizado muestreo para determinar la cantidad de aceite en fibras, de las muestras sobrantes de los 2.000 g llevados al laboratorio, se pueden tomar los 10 g requeridos.
6. Llevar la cápsula al horno de calentamiento a una temperatura de 105°C, hasta obtener peso constante (aproximadamente 6 horas).
7. Después de alcanzar el peso constante, transferir la cápsula de porcelana con la muestra al desecador hasta obtener un total enfriamiento (aproximadamente 30 minutos).
8. En todo caso el secamiento debe realizarse hasta obtener un peso final constante, por lo tanto el tiempo de secado recomendado anteriormente debe ser revisado para cada planta de beneficio primario.
9. Pesar la cápsula con la muestra seca registrando este valor.

5.2.4 Cálculos

Realizar el siguiente cálculo:

$$\% \text{ Humedad} = \frac{\text{peso muestra inicial} - \text{peso muestra seca}}{\text{peso muestra inicial}} \times 100$$

5.3. ACEITE EN NUECES

5.3.1 Generalidades

1. Las nueces que se seleccionen para ser montadas en el extractor, deben ser nueces enteras, que no presenten roturas de ninguna índole, ya que se puede llegar a extraer el aceite de la almendra, alterándose considerablemente el análisis.
2. No se recomiendan secados excesivos a las nueces, ni con el horno de calentamiento, ni con el horno microondas, porque con el calor recibido, las almendras exudan su aceite.

5.3.2 Elementos, materiales y equipos

- ◆ Balanza analítica con exactitud al miligramo.
- ◆ Horno de secamiento
- ◆ Desecadores con sílica gel
- ◆ Estufa
- ◆ Matraz o balón aforado de 250 ml, de fondo plano
- ◆ Extractor Soxhlet de volumen nominal 100 ml
- ◆ Refrigerador de bolas según Allihn
- ◆ Pinzas para cápsula
- ◆ Calculadora
- ◆ Desecador

5.3.3 Procedimiento analítico

1. Una muestra de aproximadamente 1.000 g debe ser tomada cada hora de tres partes de la descarga de fibra de la prensa, dos secciones laterales y una superior, para garantizar una muestra representativa.
2. Esta muestra debe ser depositada en un recipiente limpio y seco destinado para tal fin, el cual siempre debe estar tapado, para evitar pérdidas de humedad.
3. Al finalizar el turno o el proceso del día, según se tenga establecido, el laboratorista debe cuartear el total de la muestra obtenida, hasta obtener una muestra final de aproximadamente 2.000 g, la cual es llevada al laboratorio.
4. De la muestra de las prensas que operen en cada turno, extraer partes iguales de nueces en buen estado. Como se mencionó, estas nueces no deben presentar roturas.
5. Pesar una cápsula de porcelana limpia y seca. Registrar este valor
6. Pesar aproximadamente 50 g de las nueces seleccionadas con anterioridad y anotar su peso. Si se ha realizado muestreo para determinar la cantidad de aceite en fibras, de las muestras sobrantes de los 2.000 g llevados al Laboratorio, se pueden tomar los 50 g requeridos.
7. Secar la muestra hasta obtener peso constante en el horno de calentamiento a una temperatura de 105°C., máximo una hora. No se recomiendan tiempos mayores porque el aceite de palmiste puede exudar.
8. Llevar la cápsula al desecador hasta que se complete un total enfriamiento, aproximadamente unos 30 minutos.
9. Pesar la cápsula en la balanza analítica y registrar este peso.
10. Si se tienen equipos de extracción ocupados con otras muestras, introducir el dedal en un frasco de 500 ml con 150 ml de solvente para iniciar la separación del aceite. De esta manera se economiza tiempo.
11. Colocar algodón suficiente en el fondo de la parte central del extractor.
12. Pesar un matraz limpio y seco registrando el peso y el número del balón en el formato respectivo y conectarlo al equipo de extracción.
13. Introducir las nueces sobre el algodón que se encuentra en la parte central del equipo soxhlet y verter aproximadamente 150 - 200 ml de solvente al frasco para realizar un enjuague y transferir la totalidad al equipo de extracción.
14. Abrir el paso del agua por el refrigerante de bolas.
15. Encender la estufa para iniciar el proceso de extracción
16. Este proceso debe durar una hora después de que el solvente que se encuentra en la parte central, este totalmente incoloro, momento en el cual se inicia

con el desmontaje del análisis, apagando la estufa.

17. Separar cuidadosamente el matraz del extractor y luego retirar el refrigerante, para extraer las nueces.
18. Conectar nuevamente todo el equipo de extracción, prender la estufa y separar el solvente del aceite extraído.
19. Seguir los pasos mencionados anteriormente para separar los equipos de extracción y retirar el solvente recuperado.
20. Llevar el matraz con la muestra de aceite al horno de calentamiento hasta obtener peso constante y de esta forma la total eliminación del solvente remanente (aproximadamente dos horas).
21. Transcurrido este tiempo, pasar el matraz al desecador con sílica gel para retirar totalmente la humedad (aproximadamente 30 minutos).
22. Dejar la muestra en el desecador hasta el enfriamiento total y pesar el matraz en la balanza analítica registrando este valor en el formato respectivo, momento en el cual se da por terminado el análisis.

5.3.4 Cálculos

Realizar los siguientes cálculos para determinar el porcentaje de aceite en base húmeda, (% BH), el porcentaje de aceite en base seca, (%BS) y el porcentaje de aceite en base seca no aceitosa (%BSNA):

$$\text{muestra seca} = \text{peso cápsula con muestra seca} - \text{peso cápsula vacía}$$

$$\text{aceite extraído} = \text{peso balón con aceite} - \text{peso balón vacío}$$

$$\%BH = \frac{\text{peso aceite extraído}}{\text{peso muestra inicial}} \times 100$$

$$\%BS = \frac{\text{peso aceite extraído}}{\text{peso muestra seca}} \times 100$$

$$\%BSNA = \frac{\text{peso aceite extraído}}{\text{peso muestra seca} - \text{peso aceite extraído}} \times 100$$

5.4 NUECES ROTAS NE FIBRAS

OBJETO: Determinar el porcentaje de nueces rotas durante el prensado.

5.4.1 Generalidades

1. Este análisis es complementario al de aceite en fibras descrito en 5.1 y sirve para evaluar el grado de rompimiento de las prensas.
2. Para una mayor comprensión del análisis a realizar, tener claro el concepto de nuez entera, nuez rota, almendra adherida a la cáscara, almendra entera, almendra rota y cáscara. A continuación se aclaran estas definiciones:
 - ◆ Nuez Entera: Es aquella que conserva su cáscara en perfectas condiciones y no presenta rompimientos de ninguna especie.
 - ◆ Nuez Rota o Quebrada: Es aquella que sufrió rompimiento y separación de su cáscara.
 - ◆ Almendra Entera: Es aquella que por efecto de la presión, se separó de la totalidad de la cáscara, conservándose ella en perfectas condiciones.
 - ◆ Almendra Rota: Es aquella que por efecto de la presión, se separó de la totalidad de la cáscara, y adicionalmente sufrió pérdidas o rompimiento en ella misma.
 - ◆ Cáscara: Son partes que se desprendieron de las almendras y que se pueden encontrar en grandes o pequeños trozos, y que no presentan almendras adheridas.

5.4.2 Elementos, materiales y equipos

- ◆ Balanza o gramera de capacidad de 2500 g
- ◆ Vaso de precipitados plástico de 1000 ml
- ◆ Martillo
- ◆ Bandeja grande
- ◆ Tazas plásticas
- ◆ Calculadora

5.4.3 Descripción de la actividad

1. Una muestra de aproximadamente 1.000 g debe

ser tomada cada hora de tres partes de la descarga de fibra de la prensa, dos secciones laterales y una superior, para garantizar una muestra representativa.

2. Depositar la muestra en un recipiente limpio y seco destinado para tal fin, que siempre debe estar tapado para evitar pérdidas de humedad.
3. Al finalizar el turno o el proceso del día, según se tenga establecido, el laboratorista debe cuartear el total de la muestra obtenida hasta obtener una muestra final de aproximadamente 2.000 g, la cual es llevada al Laboratorio.
4. Si se ha realizado muestreo para determinar la cantidad de aceite en fibras, de las muestras sobrantes de los 2.000 g llevados al Laboratorio, se pueden tomar los 500 g requeridos.
5. Pesar en la gramera, aproximadamente 500 g de fibra o torta de las prensas en un recipiente plástico de 1.000 ml de capacidad.
6. Esparcir sobre una bandeja la fibra pesada.
7. Pesar dos (2) tazas plásticas vacías limpias y secas en la gramera. Registrar estos valores en el formato respectivo.
8. Revisar cuidadosamente, parte por parte toda la fibra seleccionada, separando en una taza las nueces enteras y en otra taza las nueces rotas, las almendras adheridas al cuesco, las almendras enteras, las almendras rotas y las cáscaras.
9. Anotar el peso del contenido de cada una de las tazas en el formato respectivo, teniendo la precaución de descontar el peso de la taza vacía.

5.4.4 Cálculos

Aplicar la siguiente fórmula:

% Nueces rotas =

$\frac{\text{Peso nueces rotas} \times 100}{\text{Peso (nueces rotas + alm. rotas + alm. enteras + cáscaras)} + \text{peso nueces enteras}}$

6. CLARIFICACIÓN

6.1 ACEITE EN AGUAS LODOSAS

OBJETO: Determinar la cantidad de aceite contenido en las aguas lodosas.

6.1.1 Generalidades

1. El análisis que se describe a continuación, es aplicable a todos los efluentes líquidos del proceso en que se desee determinar el contenido de aceite.
2. Por tratarse de muestras líquidas, es muy importante que los recipientes usados al iniciar el muestreo estén completamente secos.
3. Recordar siempre que el aceite tiende a separarse en los recipientes donde se almacena, por lo tanto se recomienda agitarlos vigorosamente antes de extraer las muestras de los recipientes.
4. No tomar las muestras en recipientes plásticos, ya que el aceite se adhiere a las paredes.

6.1.2 Elementos, materiales y equipos

Los elementos y el método que se describen a continuación corresponden a la determinación del contenido de aceite utilizando un aparato SOXHLET. Un procedimiento alternativo, utilizando un aparato DEAN STARK, se describe en el Anexo 5.

- ◆ Balanza analítica con exactitud al miligramo.
- ◆ Horno de secamiento
- ◆ Desecadores con sílica gel
- ◆ Estufa
- ◆ Cápsula de porcelana
- ◆ Matraz o balón aforado de 250 ml, de fondo plano
- ◆ Extractor Soxhlet, volumen nominal 100 ml
- ◆ Refrigerador de bolas según Allihn
- ◆ Dedales para extracción
- ◆ Algodón
- ◆ Papel filtro o servilletas

- ◆ Pinzas para balón aforado
- ◆ Manguera de látex
- ◆ Cuchillo

6.1.3 Reactivos

- ◆ Solvente

6.1.4 Procedimiento analítico

1. En un recipiente limpio y seco, tomar una muestra de aguas lodosas de aproximadamente 200 ml, cada hora durante el proceso.
2. Siempre que se agregue una nueva muestra se debe agitar el recipiente vigorosamente, para homogeneizar la totalidad del líquido.
3. Al finalizar el turno o el proceso, según se tenga establecido, el operario de laboratorio debe recoger el recipiente con la muestra y llevarlo para su posterior análisis.
4. Pesar una cápsula limpia y seca con papel filtro y algodón, los cuales absorberán el agua lodosa, evitando que al secar la muestra, ésta se pegue a la cápsula. Registrar este valor en el formato respectivo.
5. Agitar vigorosamente el recipiente y pesar aproximadamente 50 g de la muestra obtenida, vertiendo cuidadosamente el líquido, el cual debe empapar el algodón dispuesto en la cápsula. Registrar este valor en el formato respectivo.
6. Llevar la cápsula con la muestra al horno de secamiento a los 105°C hasta alcanzar peso constante (aproximadamente 10 horas).
7. En todo caso, el secado debe realizarse hasta peso constante de la muestra seca, la cual se logra cuando la muestra ha perdido totalmente el contenido de agua.

8. Sacar la cápsula e introducirla en el desecador hasta que se obtenga un enfriamiento completo (aproximadamente 30 minutos).
9. Luego de este lapso, pesar la cápsula en la balanza analítica. Registrar este valor en el formato respectivo.
10. Separar cuidadosamente el papel filtro que contiene la muestra seca de la cápsula, doblarla haciendo un rollo e introducirla en el dedal de extracción.
11. Taponar con algodón para evitar que la muestra se salga del dedal al mezclarse con el solvente.
12. Si se tienen equipos de extracción ocupados con otras muestras, introducir el dedal en un frasco de 500 ml con 150 ml de solvente para iniciar la separación del aceite. De esta manera se economiza tiempo.
13. Pesar un matraz fondo plano limpio y seco, anotando el número del balón en el formato respectivo.
14. Conectar el matraz a la parte central del extractor
15. Separar el refrigerante de bolas e introducir el dedal con la muestra en el extractor.
16. Agregar aproximadamente 150 - 200 ml de solvente al extractor y a la vez traspasar la totalidad del solvente del frasco descrito en el numeral 12 al equipo de extracción y conectar el refrigerante de bolas.
17. Abrir el paso del agua a través de la conexión inferior del refrigerante de bolas.
18. Encender la estufa, para iniciar el proceso de extracción
19. Una vez el solvente contenido en la parte central del extractor Soxhlet esté completamente translúcido, se debe continuar el proceso de extracción por una hora más. Iniciar el desmontaje del análisis apagando la estufa.
20. Separar cuidadosamente el matraz del extractor y retirar el refrigerante para extraer el dedal.
21. Conectar nuevamente todo el equipo de extracción prender la estufa y recuperar la totalidad del solvente sin dejar quemar la muestra.
22. Apagar la estufa y retirar de ella como mínimo el conjunto matraz-extractor. Separar el extractor del matraz y recuperar el solvente. Solo en este momento cerrar el paso de agua.
23. Llevar el matraz con la muestra de aceite al horno de calentamiento hasta la total eliminación del solvente remanente (aproximadamente 2 horas).
24. Transcurrido este tiempo, pasar el matraz al desecador con sílica gel para retirar totalmente la humedad (aproximadamente 30 minutos).
25. Dejar la muestra en el desecador hasta el enfriamiento total y pesar el matraz en la balanza analítica, registrando este valor en el formato respectivo..

6.1.5 Cálculos

Realizar los siguientes cálculos para determinar el porcentaje de aceite en base húmeda, (% BH), el porcentaje de aceite en base seca, (%BS) y el porcentaje de aceite en base seca no aceitosa (%BSNA):

$$\text{muestra seca} = \text{peso cápsula con muestra seca} - \text{peso cápsula vacía}$$

$$\text{aceite extraído} = \text{peso balón con aceite} - \text{peso balón vacío}$$

$$\%BH = \frac{\text{peso aceite extraído}}{\text{peso muestra inicial}} \times 100$$

$$\%BS = \frac{\text{peso aceite extraído}}{\text{peso muestra seca}} \times 100$$

$$\%BSNA = \frac{\text{peso aceite extraído}}{\text{peso muestra seca} - \text{peso aceite extraído}} \times 100$$

6.2. HUMEDAD EN AGUAS LODOSAS

OBJETO: *Determinar el contenido de agua en las aguas lodosas ó efluentes líquidos.*

6.2.1 Generalidades

Este análisis permite conocer el porcentaje de agua en cualquier efluente de la planta de beneficio y de esta manera poder llegar a tener algún control en la cantidad de agua agregada en la dilución del aceite.

6.2.2 Elementos, materiales y equipos

- ◆ Balanza analítica con exactitud al miligramo
- ◆ Cápsula de porcelana
- ◆ Horno de secamiento
- ◆ Pinzas para cápsula
- ◆ Calculadora
- ◆ Desecador con sílica gel.

6.2.3 Procedimiento analítico

1. En un recipiente limpio y seco, tomar una muestra de aproximadamente 200 ml cada hora de proceso durante el turno.
2. Siempre que se agregue una nueva muestra se debe agitar vigorosamente el recipiente para homogeneizar la totalidad del líquido.
3. Al finalizar el turno o el proceso del día, según se tenga establecido, el operario de laboratorio debe recoger el recipiente con la muestra y llevarlo para su posterior análisis.

4. Pesar una cápsula limpia y seca con papel filtro y algodón, los cuales absorberán el agua lodoso, evitando que al secar la muestra, ésta se pegue a la cápsula). Registrar este valor en el formato respectivo.
5. Agitar vigorosamente el recipiente y pesar aproximadamente 50 g de la muestra obtenida, vertiendo cuidadosamente el líquido, el cual debe empapar el algodón dispuesto en la cápsula. Registrar este valor en el formato respectivo.
6. Llevar al horno de secamiento a 105°C la cápsula con la muestra hasta obtener peso constante (aproximadamente durante 10 horas).
7. Después de alcanzar el peso constante transferir la cápsula de porcelana con la muestra al desecador hasta obtener un total enfriamiento (aproximadamente 30 minutos).
8. Una vez transcurrido este tiempo, pesar la cápsula en la balanza analítica. Registrar este valor en el formato respectivo.

6.2.4 Cálculos

Realizar los siguientes cálculos:

$$\% \text{ Humedad} = \frac{\text{peso muestra inicial} - \text{peso muestra seca}}{\text{peso muestra inicial}} \times 100$$

7. TRITURACIÓN

7.1. PÉRDIDAS DE ALMENDRAS

OBJETO: El objetivo de este cálculo es determinar la cantidad de almendras perdidas en los diferentes puntos del proceso.

7.1.1 Generalidades

1. El procedimiento que se describe a continuación, es aplicable para todos los equipos del proceso de recuperación de almendra tales como: tambor pulidor, ciclón de fibras, ciclón de polvos, ciclón de cáscaras, hidrociclones, etc.
2. Por tratarse, casi todos los casos de muestras con gran contenido de almendras, es bastante tedioso la separación manual de los componentes, pero si se quiere una buena exactitud, esto es absolutamente necesario.

7.1.2 Elementos, materiales y equipos

- ◆ Recipiente plásticos
- ◆ Balanza de platillo o gramera de 2.500 g
- ◆ Tazas plásticas
- ◆ Vaso de precipitados plásticos de 1000 ml
- ◆ Bandeja metálica grande
- ◆ Calculadora
- ◆ Martillo
- ◆ Cuchillo

7.1.3 Descripción de la actividad

1. En un recipiente limpio y seco, tomar una muestra de aproximadamente 1000 g cada hora, preferiblemente a la salida de cada punto.
2. Cada vez que se tome una nueva muestra, es muy

importante homogeneizar la totalidad acumulada.

3. Al finalizar el turno, el operario del laboratorio debe cuartear la muestra obtenida hasta conseguir un remanente de aproximadamente 4.000 g, que son llevados para su posterior análisis.
4. Pesarse en la balanza de platillo 500 g de la muestra a analizar (bien sean cáscaras, polvos, fibras, cáscaras del hidrociclón, etc.).
5. Esparcir la muestra pesada en la bandeja de análisis.
6. Registrar en el formato respectivo el peso de los recipientes que se van a usar, que deben estar limpios y secos. Este valor se utilizará como tara.
7. Separar cuidadosamente y a la vez clasificar en recipientes separados las almendras enteras, las almendras rotas, las nueces rotas y las nueces enteras, si las hay.
8. En el caso de las nueces rotas y las nueces enteras, partir con la ayuda del martillo las nueces, depositando en los recipientes únicamente las almendras, desechando las cáscaras.
9. Pesarse cada uno de los recipientes con las almendras clasificándolas como almendras rotas ó quebradas, enteras, con cáscara adherida y nueces, registrando este valor en el formato respectivo.

7.1.5 Cálculos

Aplicar la siguiente fórmula:

$$\% \text{ Almendra perdida} = \frac{\text{peso almendras con recipiente} - \text{peso recipiente}}{\text{Peso inicial muestra}}$$

8. CONTROL DE CALIDAD DEL ACEITE

8.1. PREPARACIÓN DE LA MUESTRA

8.1.1 Generalidades

1. La muestra se debe tomar en un recipiente apropiado limpio, seco y debe contar con un tapón, que debe ser reemplazado con cierta frecuencia para evitar que el aceite tome o adquiera humedad del medio ambiente.
2. La muestra final para el análisis se debe preparar diariamente, tomando cada vez cantidades similares de 250 ml, en intervalos regulares de cada dos horas durante el proceso o durante el tiempo de llenado del carrotanque, mezclando completamente las muestras tomadas y llenando un vaso para muestra de 2.000 ml con tapa.
3. Para prevenir pérdida de humedad y evitar el riesgo de oxidación las determinaciones se deben llevar a cabo en el siguiente orden:
 - ◆ Contenido de humedad
 - ◆ Valor de peróxidos
 - ◆ Impurezas
 - ◆ Contenido de ácidos grasos libres
4. Para el contenido de humedad, valor de peróxido e impurezas se debe ablandar la muestra con un calentamiento suave (no fundir) y homogeneizar completamente en el caso que la muestra este sólida.
5. Para todas las otras determinaciones, la muestra debe ser bien mezclada y completamente líquida antes de pesarse. El calentamiento debe ser suave y no debe exceder de 55°C. Tampoco debe prolongarse este calentamiento porque puede conducir a resultados falsos.

8.2 ÁCIDOS GRASOS LIBRES

OBJETO: Determinar el porcentaje de ácidos grasos libres (A.G.L.) del aceite obtenido en el proceso o despachado.

8.2.1 Generalidades

1. El método descrito a continuación se basa en el utilizado por el PORIM.
2. El valor de acidez expresa el peso en mg de hidróxido de sodio requerido para neutralizar un gramo de material graso. El porcentaje de A.G.L. es expresado convencionalmente de acuerdo con el aceite así:

ACEITE	EXPRESADO COMO	PESO MOLECULAR

3. El contenido de A.G.L. en el aceite de palma es el porcentaje (%) de ácido palmítico en la muestra.
4. El principio de la determinación consiste en que una masa conocida de aceite es disuelta en etanol neutralizado y los A.G.L. son neutralizados con álcali estandarizado.

8.2.2 Elementos, materiales y equipos

- ◆ Balanza analítica con precisión al miligramo
- ◆ Erlenmeyer, de 250 ml
- ◆ Bureta de 25 ml
- ◆ Frascos de vidrio para muestra.
- ◆ Agitadores magnéticos
- ◆ Plancha de calentamiento con agitación o estufa eléctrica
- ◆ Vidrio de Cerán
- ◆ Frascos cuentagotas
- ◆ Probeta de 100 ml
- ◆ Calculadora

8.2.3 Reactivos

- ◆ Hidróxido de sodio o de potasio estandarizado, 0.1 N
- ◆ Etanol al 95%
- ◆ Solución de indicador de fenolftaleína al 1% en etanol al 95%

8.2.4 Procedimiento analítico

1. La muestra debe estar bien mezclada y totalmente líquida antes de ser pesada.
2. Tarar un erlenmeyer de 250 ml limpio y seco en la balanza analítica.
3. Colocar en el erlenmeyer de 5 a 6 g de aceite.
4. Medir en una probeta 50 ml de etanol al 95% (volumen/volumen) previamente neutralizado y agregarlos al aceite pesado.
5. Calentar a 40 - 50 °C, usando una plancha de calentamiento, la cual debe estar separada con una malla de asbesto o en el vidrio de CERAN del frasco que contiene el hidróxido de sodio, para asegurar que de esta forma no hallan aumentos significativos de temperatura en la solución standard.
6. Cuando aparezcan las primeras gotas de ebullición de la solución, agregar cinco gotas de fenolftaleína al 1% e introducir un agitador magnético en el erlenmeyer.
7. Detener el calentamiento, agitar suavemente y titular gota a gota con hidróxido de sodio 0.1 N estandarizado, hasta lograr un ligero pero definido cambio de color en el indicador. Este color debe permanecer por 30 segundos.

Las siguientes medidas se deben adoptar para obtener una buena precisión en la determinación de la acidez:

- ◆ Los alcoholes superiores tal como el isopropanol disuelven el aceite completamente y esto conlleva un gran riesgo de saponificación, especialmente a altas temperaturas y con agitación vigorosa. Por esto son importantes las condiciones de titulación con

cualquier solvente usado.

- ♦ Se considera suficiente un calentamiento moderado de la mezcla muestra - solvente durante la titulación, 55 a 60°C máximo.
 - ♦ Agitación suave para evitar que entre bióxido de carbono a la mezcla. El uso de erlenmeyer de 250 ml también *minimiza la introducción de CO₂*
 - ♦ Es necesario titular rápidamente para evitar un calentamiento prolongado, lo que puede resultar en una saponificación.
8. Registrar el volumen de hidróxido de sodio o potasio consumido durante la titulación.

8.2.5 Cálculos

La acidez o ácidos grasos libres (A.G.L.) en el aceite de palma, es calculada como ácido palmítico de la fórmula:

$$\% \text{ A.G.L.} = \frac{25.6 \times V \times N}{W}$$

donde:

V = Volumen de solución de álcali usado en mililitros

N = Normalidad de la solución de hidróxido de sodio o potasio

W = Peso del aceite en g

El resultado se debe expresar con dos decimales.

Ejemplo:

Determinación de A.G.L. en aceite de palma

$$V = 6.10 \text{ ml}$$

$$N = 0.10$$

$$W = 5.1312 \text{ g}$$

$$\% \text{ A.G.L.} = \frac{25.6 \times 6.10 \times 0.10}{5.1312} = 3.04 \%$$

8.2.6 Repetibilidad

La diferencia entre los resultados de dos determinaciones de la misma muestra llevada a cabo en sucesión rápida por un mismo analista, no debe exceder 0.02% de acidez para contenidos de A.G.L. entre 1.5 y 5% y de 0.004% de acidez para contenidos de A.G.L. menores de 1%.

Ejemplo:

$$\text{Acidez calculada} = 3.04 \%$$

$$\text{Acidez permitida} = 3.02\% - 3.06\%$$

8.3. HUMEDAD Y MATERIA VOLÁTIL

OBJETO: Determinar el contenido de humedad y sustancias volátiles en el aceite de palma.

8.3.1 Generalidades

1. Este método determina la humedad y materiales volátiles bajo las condiciones de la prueba.
2. El reactivo de Karl Fischer determina el contenido de humedad en aceites. Este reacciona cuantitativamente con el agua y se usa solamente para la determinación de pequeñas cantidades de esta. Por su alta reactividad con la humedad atmosférica este no puede ser usado en salones sin acondicionamiento de aire. La precisión de los resultados es muy alta pero esto no es necesario para el control normal del proceso. Para la metodología ver métodos A.O.C.S.
3. Es importante que la cápsula se enfríe completamente hasta la temperatura de la balanza, ya que una pequeña desviación de esta temperatura puede afectar la precisión y exactitud de la pesada. Los platos de vidrio toman un tiempo apreciable en enfriarse, especialmente si se coloca un gran número de ellos en el desecador al mismo tiempo. Se requiere aproximadamente una hora para un desecador lleno.
4. La operación del horno de calentamiento debe ser revisada periódicamente. Esto se hace usando un termómetro colocado en una cápsula llena con la misma cantidad de aceite y ubicado al mismo nivel en el horno mientras la prueba está siendo ejecutada.
5. La puerta del horno debe permanecer cerrada durante la totalidad de la prueba. Una vez el horno ha alcanzado la temperatura de $103 \pm 2^\circ\text{C}$ no debe operarse la ventilación del mismo. El horno no debe ser usado para otros propósitos durante una prueba.
6. Es conveniente, al transferir los platos a mano, usar guantes de algodón limpios para protección. En todo caso se recomienda utilizar pinzas metálicas para crisol.

8.3.2 Elementos, materiales y equipos

- Balanza Analítica con precisión al miligramo

- Horno eléctrico regulado a $103 \pm 2^\circ\text{C}$, con termómetro adaptado
- Cápsula de porcelana
- Desecador con sílica gel.
- Pinzas metálicas para cápsula o crisol
- Guantes de algodón
- Calculadora

8.3.3 Procedimiento analítico

1. La determinación de la humedad y material volátil debe ser el primer ensayo que se le realiza a la muestra.
2. La muestra se debe ablandar con un calentamiento suave a $55 \pm 5^\circ\text{C}$, no dejando derretir completamente y se debe homogeneizar antes de tomar la porción para el ensayo.
3. Seque una cápsula de porcelana limpia en el horno a $103 \pm 2^\circ\text{C}$, durante aproximadamente 15 minutos.
4. Transcurrido este tiempo saque la cápsula del horno con ayuda de las pinzas y déjela enfriar en el desecador durante 30 - 45 minutos.
5. Pese la cápsula con aproximación al miligramo (0.1 mg). Registre este valor en el formato respectivo.
6. Agregue aproximadamente 10 g de aceite a la cápsula con la mayor exactitud posible, registre este valor en el formato respectivo.
7. Introduzca la cápsula con la muestra en el horno a $103 \pm 2^\circ\text{C}$ por dos horas y media aproximadamente.
8. Saque la cápsula y déjela enfriar en el desecador, aproximadamente 30 - 45 minutos.
9. Transcurrido este tiempo vuelva a pesar con aproximación al miligramo y registre el valor en el formato

respectivo.

10. Realice los cálculos de Humedad y Material Volátil. Si este valor excede de 0.3% continúe el secado, introduzca nuevamente la cápsula al horno de calentamiento por intervalos de 30 minutos a 103 ± 2 °C, con enfriamiento en el desecador de sílica gel hasta alcanzar peso constante. En todo caso la diferencia entre dos pesos sucesivos no debe exceder 0.002 g

8.3.4 Cálculos

La humedad y el material volátil se expresa como porcentaje en peso usando la fórmula:

$$\%H = \frac{W_b - W_d}{W_b - W}$$

donde:

W	=	Peso de la cápsula
W _b	=	Peso de la cápsula con aceite
W _d	=	Peso de la cápsula más aceite después de secado.

Los resultados se expresan con dos (2) decimales.

8.3.5 Repetibilidad

La diferencia entre los resultados de dos determinaciones hechas simultáneamente o en rápida sucesión por el mismo analista no debe exceder de 0.003% para un contenido de humedad y materia volátil entre 0.04 y 0.30%.

8.4 HUMEDAD CON DESECADOR INFRARROJO (ANÁLISIS OPCIONAL)

OBJETO: Determinar la humedad y el material volátil del aceite de palma, en forma rápida y aproximada .

8.4.1 Generalidades

1. Este método genera resultados rápidos y oportunos, permitiendo corregir fallas que se presentan en el proceso, sin detrimentos graves en la calidad del aceite producido.
2. Regularmente se deben realizar comparaciones con el método *standard* para verificar los resultados generados por el desecador infrarrojo.

8.4.2 Elementos, materiales y equipos

- ◆ Balanza analítica con desecador infrarrojo para medición de humedad
- ◆ Platillos metálicos de fondo plano.
- ◆ Pinzas para cápsula
- ◆ Guantes

8.4.3 Procedimiento analítico

1. El equipo normalmente debe estar calibrado a una temperatura entre 105 - 115 °C y un tiempo de se-

cado de 10 a 15 minutos. Se deben seguir las instrucciones del fabricante para el ajuste de los valores.

2. La muestra se debe ablandar con un calentamiento suave a $55 \pm 5^{\circ}\text{C}$, no dejando derretir completamente y se debe homogeneizar antes de tomar la porción para el ensayo.
3. Colocar un platillo metálico seco en la balanza analítica.
4. Tarar el equipo, de forma que la pantalla muestre peso = 0
5. Agregar aproximadamente 10 g de aceite en el platillo.
6. Oprimir el botón de inicio. Transcurrido el tiempo programado el equipo mostrará el valor de la Humedad y Materia Volátil.
7. Con una buena calibración de tiempos y temperaturas, el equipo no debe mostrar diferencias en dos decimales con el método descrito.

8.5 IMPUREZAS INSOLUBLES

OBJETO: Determinar el porcentaje de impurezas insolubles en el aceite

8.5.1 Generalidades

1. Las impurezas son definidas como los materiales insolubles en el solvente utilizado.
2. El principio del análisis consiste en que el aceite es disuelto en el solvente, luego es filtrado y las impurezas lavadas con solvente. Posteriormente las impurezas se secan y se pesan.

8.5.2 Reactivos

- ◆ Solvente

8.5.3 Elementos, materiales y equipos

- ◆ Crisol Gooch de porcelana de diámetro de base interna 20 mm.
- ◆ Filtro de fibra de vidrio para el crisol Gooch.
- ◆ Juntas de goma
- ◆ Horno de calentamiento
- ◆ Trompa de vacío por agua con manguera.
- ◆ Matraz para vacío fondo plano de 250 ml con derivación (Kitasato).
- ◆ Desecador con sílica gel

8.5.4 Procedimiento analítico

1. La muestra se debe mezclar completamente. Si es necesario, ablandar con un calentamiento suave (no fundir completamente) y homogeneizar.
2. Cuando se derrite la muestra por completo, pueden acumularse impurezas en la parte de abajo. Esto dificulta un poco la homogeneización.
3. Colocar un papel de filtro de fibra de vidrio en el crisol Gooch.
4. Lavar con aproximadamente 10 ml de solvente, secar a $103 \pm 2^\circ\text{C}$ por 30 minutos, enfriar en desecador y pesar con aproximación al miligramo. Registrar este valor en el formato respectivo.

5. Pesar aproximadamente 20 g de aceite con precisión al miligramo en un vaso de precipitados de 250 ml totalmente limpio y seco.
6. Agregar 100 ml del solvente, calentar y agitar hasta lograr la fusión y homogeneización completa.
7. Dejar cerca de 5 minutos hasta que la materia insoluble se haya precipitado.
8. Simultáneamente, montar el equipo de vacío y acoplar el crisol Gooch con ayuda de las juntas de goma.
9. Aplicar un vacío suave abriendo el paso de agua en la llave (cerca de 300 mm Hg).
10. Usar solvente fresco para transferir el total de aceite y materia insoluble en el crisol Gooch y lavar con varias porciones de 10 ml de solvente hasta remover la totalidad del aceite.
11. Suspender el vacío con precaución, remover el crisol y limpiarlo por fuera con un papel limpio.
12. Secar en el horno a $103 \pm 2^\circ\text{C}$ hasta obtener peso constante (aproximadamente 20 minutos) y dejarlo enfriar en desecador hasta temperatura ambiente (aproximadamente 20 minutos).
13. Pesar con aproximación al miligramo y registrar este valor en el formato respectivo.

8.5.5 Cálculos

Las impurezas insolubles se expresan como porcentaje en peso así:

$$\% \text{ Impurezas} = \frac{\text{peso Crisol con Impurezas} - \text{peso Crisol inicial}}{\text{Peso de la muestra de aceite}} \times 100$$

Los resultados se deben expresar con tres decimales.

8.5.6 Repetibilidad

La diferencia entre los resultados de dos determinaciones hechas en rápida sucesión por el mismo analista, no debe exceder de 0.003% en el valor reportado para impurezas insolubles entre 0.002 y 0.150%.

8.6 ÍNDICE DE PERÓXIDOS

OBJETO: Determinar el índice de peróxidos en aceite de palma.

8.6.1 Generalidades

1. El valor del peróxido es una medida de las sustancias que oxidan el yoduro de potasio bajo las condiciones de esta prueba, expresadas en términos de miliequivalentes de oxígeno activo por kilogramo.
2. La muestra se trata con una solución de ácido acético y cloroformo, además de una solución de yoduro de potasio. La oxidación reduce el yoduro a yodo, el cual se titula con tiosulfato de sodio en solución.
3. Las condiciones de este análisis requieren una buena ventilación en el laboratorio. Referirse al Anexo 1 para clasificación de riesgos.

8.6.2 Elementos, materiales y equipos

- ◆ Beaker de 50 ml
- ◆ Estufa
- ◆ Balanza Analítica con precisión al miligramo
- ◆ Probeta de 100 ml
- ◆ Erlenmeyer
- ◆ Pipeta de 1 ml
- ◆ Pinzas para beaker
- ◆ Cuchara de porcelana
- ◆ Gafas de protección
- ◆ Balón aforado de 250 ml
- ◆ Balón aforado de 50 ml

8.6.3 Reactivos

- ◆ Agua destilada y desionizada
- ◆ Ácido acético glacial reactivo analítico
- ◆ Cloroformo
- ◆ Yoduro de potasio

- ◆ Almidón reactivo analítico
- ◆ Tiosulfato de sodio 0.01N

8.6.4 Procedimiento analítico

1. Antes de empezar el procedimiento, en un beaker de 50 ml añadir esta cantidad de agua desionizada y ponerla a calentar en la estufa.
2. En un erlenmeyer pesar con precisión al miligramo 5 g de aceite de palma y registrar este valor. Si el aceite está frío agitarlo vigorosamente y extraer la muestra así, pero no calentar la muestra, ya que se obtienen resultados erróneos.
3. En una probeta de una capacidad de 100 ml, medir 30 ml de la solución de ácido acético – cloroformo, teniendo la precaución de usar guantes y tapabocas y dando la mayor ventilación posible al laboratorio. Estos 30 ml de solución de ácido acético y cloroformo, depositarlos en el erlenmeyer donde está el aceite.
4. Agitar el erlenmeyer hasta que la muestra se haya disuelto completamente en la solución.
5. Inmediatamente se ha cumplido el paso anterior, en un beaker de 50 ml, agregar aproximadamente 5 ml de agua desionizada y 8 g (1½ cucharada) de yoduro de potasio, hasta lograr que todos los cristales del compuesto queden totalmente disueltos. Con esta cantidad de yoduro normalmente algunos cristales no se disuelven en el agua, lo cual se comprueba observando detenidamente el beaker. Este punto es el punto óptimo de preparación. Si todos los cristales se disuelven, agregar otros 2 g de yoduro de potasio y agitar hasta lograr el punto óptimo de preparación (cristales sin disolver).
6. Con la ayuda de una pipeta graduada medir 0.5 ml de la solución de yoduro de potasio preparada en el punto anterior y depositarla en el erlenmeyer que contiene la muestra de aceite. Desechar el resto de solución de yoduro de potasio.
7. Agitar el erlenmeyer durante un minuto.
8. Medir 30 ml de agua desionizada en una probeta

de 100 ml de capacidad y agregarlos al erlenmeyer apenas haya pasado el minuto de agitación y agitar nuevamente otro minuto.

9. Con la ayuda de unas pinzas sacar el beaker que contiene 50 ml de agua, el cual desde el paso 1 esta calentándose. En este momento el agua desionizada debe estar en ebullición, momento en el cual se debe sacar de la estufa.
10. Pesar aproximadamente 4 g (una cucharada) de almidón reactivo analítico y agregarlos al beaker con agua caliente y agitar inmediatamente con la misma cuchara hasta disolver completamente. Es posible que se presenten algunos grumos, lo que es normal.
11. Medir 1 ml de la solución de almidón en agua caliente recién preparada y agregarlos al erlenmeyer con la muestra. Desechar el resto de la solución de almidón recién preparada.
12. Llenar una bureta de 50 ml de capacidad, con tiosulfato de sodio 0.01N.
13. Si en el momento de agregar la solución de almidón la muestra adquiere un color negro, es señal de presencia de peróxidos, si no hay color negro no hay peróxidos por lo tanto el análisis queda terminado en este punto.
14. Si hay presencia de peróxidos titular gota a gota con el tiosulfato de sodio 0.01 N agitando vigorosamente, hasta que el color negro de la muestra desaparezca dando lugar al color amarillo inicial de la muestra.
15. Debe hacerse una valoración en blanco. En esta valoración no debe utilizarse más de 0.1 ml de solución de tiosulfato de sodio 0.01 N.

16. La valoración en blanco consiste en repetir simultáneamente este mismo procedimiento sin utilizar aceite de palma. Esto es importante si se tiene duda en el grado de confiabilidad de los reactivos.

8.6.5 Cálculos

Aplicar la siguiente formula:

$$I = \frac{V \times N \times 1000}{W}$$

donde:

I = Índice de peróxidos

V = Volumen gastado de tiosulfato de sodio 0.01 N

N = Normalidad del tiosulfato de sodio 0.01 N

W = Peso de la muestra de aceite

8.6.6 Preparación de reactivos

1. Ácido acético en cloroformo: Usando tapabocas y gafas de protección y la mejor ventilación posible medir 150 ml de ácido acético y depositarlos en un balón aforado de 250 ml, después agregar cloroformo hasta la marca del aforo. Esta preparación alcanza para 10 análisis, momento en el cual debe volver a prepararse.
2. Tiosulfato de sodio 0.01 N: esta solución se consigue preparada estandarizada en el mercado pero, si es necesario prepararla remitirse al capítulo 15.11.

8.7 ÍNDICE DE DETERIORO A LA BLANQUEABILIDAD (DOBI)

OBJETO: Determinar el índice de deterioro a la blanqueabilidad del aceite de palma.

8.7.1 Generalidades

1. El índice de deterioro a la blanqueabilidad (DOBI), es una medida de la calidad del aceite crudo de palma que será sometido al proceso de blanqueo y refinación.
2. Este parámetro mide la relación entre los productos antioxidantes (carotenos) medidos a 446 nm y los productos de oxidación secundaria a 269 nm

8.7.2 Principio

El análisis involucra la medición espectrofotométrica de una solución de una muestra de aceite en iso - octano o n - hexano (0.5 - 1.0 % en volumen) contra el solvente.

8.7.3 Reactivos

- ♦ 1 - 2 - 4 Trimetil pentano (iso - octano) o hexano

8.7.4 Elementos, materiales y equipos

- ♦ Espectrofotómetro disponible para ser usado a 269 nm y 446 nm
- ♦ Matraces fondo plano aforado 10 ml
- ♦ Vaso de precipitados de 25 y 10 ml

- ♦ Pipeta de 2 ml

8.7.5 Procedimiento

1. Pesar con exactitud al miligramo, 0.100 g de una muestra de aceite completamente homogeneizada y derretida, en un matraz aforado de 10 ml. Disolver y completar hasta la marca con hexano. Llenar la celda de medición con la solución de aceite - solvente y medir las absorbancias a 269 nm y 446 nm contra el solvente puro.
2. Seguir las instrucciones del fabricante para el manejo del equipo.

8.7.6 Interpretación de los resultados

$$\text{DOBI} = \frac{\text{Absorbancia a 446 nm}}{\text{Absorbancia a 269 nm}}$$

Expresar el resultado en dos lugares decimales.

VALOR DE DOBI	OBSERVACIONES
Menor de 2.0 2.0 - 2.3 Mayor de 2.3	Difícil de blanquear impredicible Fácil de blanquear

9. CONTROL DE CALIDAD DE LAS ALMENDRAS

9.1 TOMA DE MUESTRAS

OBJETO: Establecer los procedimientos que deben seguirse para la toma de muestras de granos y cereales. Este análisis se encuentra referenciado a la Norma ICONTEC 271.

9.1.1 Definiciones

Para los efectos de esta norma se establecen las siguientes:

1. **Lote:** Cantidad específica de material ya sea empacado en recipientes de características y capacidades similares o a granel.
2. **Productos a granel:** Los que no están empacados.
3. **Muestra:** Unidad representativa de uno o varios lotes que se utilizan para determinar su conformidad con los requisitos de la Norma correspondiente.
4. **Muestra parcial:** Cierta cantidad de producto tomado en un punto de un lote o en un momento determinado durante la descarga.
5. **Muestra global:** La suma de todas las muestras parciales.
6. **Muestra reducida:** Cantidad obtenida a partir de la muestra global por cuarteo cuidadoso u otro género de fraccionamiento que, en virtud de su origen, es representativa del lote.
7. **Muestra para análisis:** Cantidad obtenida a partir de la muestra reducida y sobre la cual se harán los análisis.

9.1.2 Toma de muestras productos arrumados

1. Cuando se trate de tomar muestras de un arrume recién conformado donde no sea posible movilizar la mercancía para efectuar la operación, se procede a muestrear las 5 caras visibles (5 laterales y una superior) en la siguiente forma: Si por ejemplo el arrume es de 2.000 sacos, el tamaño de la muestra será de 125 unidades, como éste tiene 5 caras visibles, se procede a calcular el número de sacos por cada cara y las 125 unidades se reparten proporcionalmente a éstas, procediendo a escoger aleatoriamente los sacos a sondear en cada cara.

2. Seguir siempre la siguiente tabla para determinar el

Tamaño del lote	Tamaño de la muestra
2 a 8	2
9 a 15	3
26 a 30	5
31 a 90	8
91 a 150	13
151 a 280	20
281 a 500	32
505 a 1200	50
1201 a 3200	80
3201 a 10.000	125
10.001 a 35.000	315
35.001 a 150.000	500

tamaño de la muestra:

3. La extracción de las muestras se hace con sondas del tipo de las figuras siguientes. Es necesario que la longitud de la parte que penetra equivalga al menos a la mitad de la diagonal del saco. Se introduce la sonda en diagonal hasta la mitad del saco y se llena. Se introduce la sonda una vez más, preferentemente por debajo del saco a lo largo de la otra diagonal, hasta el cuarto inferior. Si se introduce la sonda indicada en la Figura 1, se hace con la ventana hacia

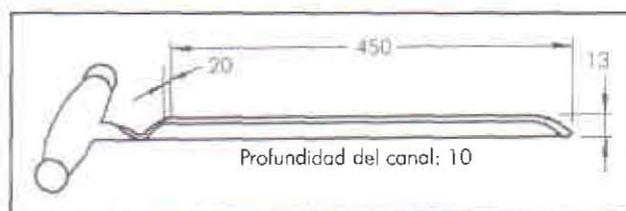


Figura 1. Arpón muestreador (probador abierto).
Medidas en milímetros

4. Si se utiliza la sonda indicada en la Figura 2. Se introduce ésta en posición cerrada con las aberturas hacia arriba. Haciendo girar el tubo interior, se abre

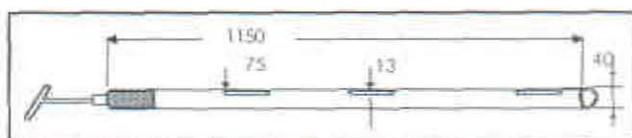


Figura 1. Arpón muestreador (probador abierto).
Medidas en milímetros

- la sonda y una vez llena, se cierra otra vez.
5. Inmediatamente después de extraída la sonda se vacía su contenido en la caja o saco destinado a contener la muestra global. En algunos casos (por ejemplo para una determinación de impurezas) es preciso abrir el saco antes de sondear. En el caso de tomar muestras de sacos de papel, una vez extraídas las muestras, deben cerrarse herméticamente los agujeros hechos.
 6. Cuando se toman muestras de lotes pequeños, la

muestra global debe tener un volumen tal que se puedan deducir de ella las muestras de expedición y de reserva.

9.1.3 Productos a granel

1. La extracción de muestras de productos a granel se hace por sondeos efectuados con regularidad y en dos tiempos. En el primer tiempo se hunde la sonda verticalmente lo más posible; en el segundo tiempo se introduce la sonda lo más oblicuamente posible a derecha e izquierda de la dirección longitudinal del vehículo o vagón. El número de sondeos depende del tamaño del lote, de acuerdo a lo indicado en la tabla anterior.
2. Cuando se necesite obtener una muestra representativa de un silo, se debe trasegar en su totalidad ya que de lo contrario la muestra no es representativa.

9.2 ÁCIDOS GRASOS LIBRES

OBJETO: Determinar la acidez en el aceite de almendra de palma o palmiste.

9.2.1 Generalidades

1. Los ácidos grasos libres del aceite de palmiste, se calculan generalmente bien sea como ácido láurico, y algunas veces como ácido oleico. Es muy importante definir con los compradores de aceite, cual acidez debe calcularse, para de esta manera evitar confusiones.
2. Para esta determinación debe estar siempre disponible un equipo de extracción soxhlet.
3. Cuando se estén separando el aceite de palmiste del solvente, tener precaución y no dejar quemar el aceite ya que se alteran los resultados.

9.2.2 Equipos, materiales y equipos

- ◆ Balanza analítica con exactitud al miligramo
- ◆ Estufa eléctrica
- ◆ Equipo de extracción soxhlet completo.
- ◆ Beaker de 250 ml
- ◆ Erlenmeyer de 250 ml
- ◆ Agitador de vidrio
- ◆ Embudo
- ◆ Servilletas
- ◆ Plancha de calentamiento con agitador
- ◆ Frasco cuentagotas
- ◆ Erlenmeyer de 1.000 ml con boca esmerilada
- ◆ Matraz fondo plano de 250 ml boca esmerilada
- ◆ Calculadora

9.2.3 Reactivos

- ◆ Solvente

9.2.4 Procedimiento analítico

1. De cada bulto de almendra empacada se debe to-

mar una muestra de aproximadamente 100 g, de acuerdo al procedimiento descrito en 9.1

2. El volumen total de la muestra se mezcla bien y luego al finalizar el turno o el proceso, se cuarteo hasta aproximadamente 2.000 g siguiendo un método establecido. Esto constituye la muestra de laboratorio y debe ser llevada inmediatamente al mismo para su respectivo análisis.
3. En el laboratorio se realiza un cuarteo siguiendo el método de los cuadrantes, hasta alcanzar una muestra final de 50 g, que es llevada al molino donde se tritura completamente.
4. La muestra molida se deposita en un vaso de precipitados de forma alta de 250 ml, y se le agregan aproximadamente 100 ml de solvente.
5. Se realiza un calentamiento suave (50 – 60°C) con agitación para permitir un rápido desprendimiento del aceite, hasta que empiece a aparecer las primeras burbujas de ebullición.
6. La muestra molida con solvente es pasada a través de un papel filtro en el que se separa la mezcla aceite - solvente de la masa molida.
7. La mezcla aceite - solvente se lleva a un equipo Soxhlet de extracción para recuperar el aceite extraído por la almendra.
8. Una vez se ha retirado el balón del equipo de extracción se vierte el aceite en una cápsula de porcelana, la cual se pone en un horno de calentamiento a 103 °C durante 15 minutos para la evaporación total del solvente.
9. El contenido de A.G.L. se determina exactamente igual al descrito en el numeral 8.2, teniendo en cuenta el término usado para expresar el contenido de acidez, ya sea oleico o láurico.

9.2.5 Cálculos

El cálculo de % A.G.L. se hace usando la fórmula:

$$\text{Ácido Láurico: } \% \text{ A.G.L.} = \frac{20 \times V \times N}{W}$$

dónde:

V= Volumen del hidróxido de sodio consumido en ml

N = Normalidad del álcali usado

W = Peso del aceite en g

Para calcular los ácidos grasos libres, con base en el ácido oleico, se usa la siguiente fórmula:

$$\text{Ácido Oleico: } \% \text{ A.G.L.} = \frac{2.82 \times V \times N}{W}$$

9.4. IMPUREZAS DE LAS ALMENDRAS

OBJETO: Determinar las impurezas de las almendras de palma.

9.4.1 Generalidades

1. Tener claros los conceptos de los elementos que se consideran impurezas en las almendras, entre ellos cáscaras, fibras, piedras y otros elementos extraños

9.4.2 Elementos, materiales y equipos

- ◆ Balanza con platillo de 2500 g
- ◆ Tazas plásticas
- ◆ Bandeja grande
- ◆ Martillo
- ◆ Calculadora

9.4.3 Procedimiento analítico

1. Pesar en la gramera 2.000 g de almendras de la muestra recolectada.
2. Esparcir las almendras sobre la bandeja para su inspección.

3. Pesar una taza limpia y seca. Registrar este valor en el formato respectivo
4. Revisar cuidadosamente todas las almendras, separando las cáscaras encontradas al igual que las nueces enteras, nueces rotas, piedras y otros elementos extraños.
5. En el caso de la nueces enteras y partidas, estas deben ser golpeadas con el martillo y la almendra contenida en ella desechada, no así las cáscaras las cuales son llevadas a la taza.
6. Pesar la taza con las cáscaras y otros materiales en la balanza y registrar este valor en el formato respectivo.

9.4.4 Cálculos

Las impurezas se expresan como porcentaje en peso así:

$$\% \text{ Impurezas} = \frac{\text{Peso taza con Impurezas} - \text{Peso taza inicial}}{\text{Peso de la muestra de almendras}} \times 100$$

9.3 HUMEDAD DE LAS ALMENDRAS

OBJETO: Determinar el contenido de humedad de las almendras de palma de aceite.

9.3.1 Generalidades

1. Para asegurar una mejor eliminación de la humedad contenida en las almendras se recomienda un molido fino.
2. El contenido de humedad de las almendras empacadas debe estar entre 6.5 y 7.5%. Si es más del 8% puede ocurrir la formación de moho, y existe el riesgo de desarrollar aflatoxinas que incrementan el contenido de A.G.L. en el aceite de la almendra.
3. Está aprobado el uso de cualquier equipo para el cálculo de la humedad, siempre que no genere una diferencia mayor de 0.5%, del obtenido con el descrito a continuación.
4. Se recomienda, que por lo menos 50 g de las almendras sean molidas aunque no se use la totalidad de esta muestra para el análisis. Esto es necesario para asegurar que se seca una muestra representativa del material. Para prevenir la pérdida de humedad, las almendras molidas se colocan en un pequeño recipiente cerrado antes de pesar.
2. El volumen total de la muestra se mezcla bien y luego al finalizar el turno o el proceso, se cuarteo hasta aproximadamente 2.000 g siguiendo un método establecido. Esto constituye la muestra de laboratorio y debe ser llevada inmediatamente al mismo para su respectivo análisis.
3. En el laboratorio se realiza un cuarteo siguiendo el método de los cuadrantes, hasta alcanzar una muestra final de 50 g, que es llevada al molino donde se tritura completamente.
4. Secar una cápsula de porcelana limpia y seca en el horno a 105°C durante aproximadamente 15 minutos.
5. Transcurrido este tiempo sacar la cápsula con ayuda de las pinzas y dejarla enfriar en el desecador durante 30 - 45 minutos.
6. Pesar la cápsula con aproximación al miligramo. Registrar este valor en el formato respectivo.
7. Agregar 10 g de almendras molidas a la cápsula con la mayor exactitud posible.

9.3.2 Elementos, materiales y equipos

- ◆ Balanza Analítica con precisión al miligramo
- ◆ Horno eléctrico regulado a 105 °C, con termómetro adaptado.
- ◆ Cápsula de porcelana
- ◆ Desecador con sílica gel
- ◆ Pinzas metálicas
- ◆ Molino
- ◆ Tazas plásticas
- 8. Introducir la cápsula con la muestra en el horno de calentamiento a 105°C, hasta obtener peso constante (aproximadamente 2½ horas).
- 9. Sacar la cápsula y dejarla enfriar en el desecador. (Aproximadamente 30 minutos).
- 10. Transcurrido este tiempo volver a pesar con aproximación al miligramo y registrar el valor en el formato respectivo.

9.3.4 Cálculos

La humedad se expresa como porcentaje en peso usando la fórmula:

$$\%H = \frac{\text{Peso cápsula} + \text{peso almendra inicial} - \text{peso cap. almendra seca}}{\text{Peso almendra inicial}} \times 100$$

9.3.3 Procedimiento analítico

1. De cada bulto de almendras empacadas se debe tomar una muestra de aproximadamente 100 g, de acuerdo al procedimiento descrito en 9.1

9.5 ALMENDRAS ROTAS

OBJETO: Determinar el porcentaje de almendras rotas contenidas en una muestra.

9.5.1 Generalidades

1. En el procesamiento de las almendras se recomienda que exista el menor número de almendras rotas, ya que un elevado número de estas va en detrimento de la calidad del aceite de palmiste.
2. Dentro del proceso de la Planta de Beneficio, los puntos que mas influyen en el contenido de almendras rotas son las etapas de prensado y la trituración de las nueces.

9.5.2 Elementos, materiales y equipos

- ◆ Balanza de plato
- ◆ Tazas plásticas
- ◆ Bandeja grande
- ◆ Calculadora

9.5.3 Procedimiento analítico

1. De la misma muestra usada para la determinación del contenido de humedad, pesar 1.000 g en la

balanza y registrar este valor en el formato respectivo.

2. Esparcir las almendras sobre la bandeja para su inspección
3. Pesar una taza limpia y seca. Registrar este valor en el formato respectivo.
4. Revisar cuidadosamente todas las almendras, separando las almendras rotas. Si alguna de estas presenta cáscaras adheridas considerar únicamente el peso de las almendras.
5. Pesar la taza con las almendras rotas y registrar este valor en el formato respectivo.

9.5.4 Cálculos

Las almendras rotas se expresan como porcentaje en peso así:

$$\% \text{ Almendras Rotas} = \frac{\text{peso taza con almendras rotas} - \text{peso taza inicial}}{\text{peso de la muestra de almendras}} \times 100$$

9.6. COLOR DE LAS ALMENDRAS

OBJETO: Establecer el color de las almendras.

9.6.1 Generalidades

1. En esta prueba se clasifica el color de las almendras en oscuras, amarillas y blancas, dando una idea de cómo se han efectuado los procesos de esterilización y prensado.
2. En una muestra se considera normal que las almendras blancas sean superior al 60%, las amarillas menos del 30% y las oscuras menos del 30%

9.6.2 Elementos, materiales y equipos

- ◆ Cuchillo
- ◆ Tazas plásticas
- ◆ Bandeja
- ◆ Calculadora

9.6.3 Procedimiento analítico

1. Siguiendo una de las técnicas de cuarteo establecidas, de la muestra tomada en el proceso se obtiene una muestra final de 100 almendras enteras.

2. Con la ayuda de un cuchillo se parten cuidadosamente en dos (2) partes todas las almendras seleccionadas y se examina el color interno, separándolas en tres grupos: blancas, amarillas y oscuras.
3. Contar las almendras de acuerdo a su color y registrar este valor en el formato respectivo.

9.6.4 Cálculos

El color de almendras se expresa como porcentaje del número de almendras analizadas así:

$$\% \text{ Almendras oscuras} = \frac{\text{número almendras oscuras}}{\text{número almendras iniciales}}$$

$$\% \text{ Almendras amarillas} = \frac{\text{número almendras amarillas}}{\text{número almendras iniciales}}$$

$$\% \text{ Almendras blancas} = \frac{\text{número almendras blancas}}{\text{número almendras iniciales}}$$

9.7. CONTENIDO DE ACEITE EN LAS ALMENDRAS

OBJETO: Determinar la cantidad de aceite en las almendras

9.7.1 Generalidades

1. Aceite es la totalidad de sustancias extraídas bajo las condiciones descritas.
2. El contenido es expresado como porcentaje de las almendras empacadas. Si se quiere, el contenido puede ser reportado como un porcentaje de las almendras puras (removiendo las impurezas).
3. La extracción Soxhlet con solvente, especialmente de semillas, es una operación larga la cual incluye un peligro de fuego.
4. El contenido de aceite de las almendras de palma es casi constante para cada tipo de palma. Esta no debería ser incluida en las pruebas de rutina del laboratorio de la planta. Cualquier desviación del método descrito arrojará resultados erróneos
5. Se recomienda usar este procedimiento para almendras cuya humedad no sea superior al 5%.

9.7.2 Elementos, materiales y equipos

Los elementos que se describen a continuación corresponden a la determinación del contenido de aceite utilizando un aparato SOXHLET. Un procedimiento alternativo, utilizando un aparato DEAN STARK, se describe en el Anexo 5.

- ◆ Horno de calentamiento.
- ◆ Extractor Soxhlet.
- ◆ Matraces de fondo plano
- ◆ Dedales
- ◆ Mortero
- ◆ Arena

9.7.3 Reactivos

- ◆ Solvente
- ◆ Perlas de ebullición

9.7.4 Procedimiento analítico

1. Pesar 2 matraces fondo plano A y B, previamente secados, con 2 a 3 perlas de ebullición. Tan rápido como sea posible después de molida, pese cerca de 10 g de almendra molida con exactitud al miligramo.
2. Colocar la muestra en el dedal y este en el extractor.
3. Verter cerca de 150 ml de solvente en el matraz A.
4. Ajustar el matraz al extractor y abrir el paso de agua a través del condensador.
5. Iniciar el calentamiento de modo que el solvente en el matraz hierva suavemente, por un tiempo de 4 horas.
6. Apagar la estufa y dejar enfriar
7. Remover el dedal del equipo y colocarlo en una corriente de aire para evaporar gran parte del solvente.
8. Vaciar el contenido del dedal dentro de un mortero o micropulverizador.
9. Moler el material tan finamente como sea posible con 10 g de arena; Si usa micropulverizador, puede ser omitida la arena.
10. Colocar el material de nuevo en el dedal y retornar éste al extractor.
11. Colocar de nuevo el matraz A, abrir el paso de agua y encender la estufa.
12. Extraer por dos horas (segunda extracción) y apagar la estufa.
13. Moler nuevamente o pulverizar la mezcla de arena y harina de almendra después de evaporar el solvente.
14. Colocar nuevamente en el extractor y adaptar el matraz B.
15. Extraer por dos horas (tercera extracción).

16. Destilar la gran mayoría del solvente de los matraces A y B.
17. Eliminar las trazas de solventes en un horno a $103^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$.
18. Tiempo: 20 minutos.
19. Enfriar en un desecador. Pesar con aproximación al miligramo registrando este valor en el formato respectivo.
20. Colocar nuevamente en el horno por 10 minutos. Volver a enfriar. Pesar y registrar el valor en el formato respectivo. La diferencia entre estos dos pesos no debe ser más de 10 mg. Si esto no es así, colocar nuevamente en el horno por 10 minutos hasta que la diferencia no sea más de 10 mg.
21. Anotar el peso final del matraz A apuntando el valor en el formato respectivo.
22. Si el peso de aceite en el matraz B es menor de 10 mg la operación ha terminado. Si no lo es, moler el material nuevamente y usando el matraz B, extraer de nuevo por 2 horas continuando la misma operación hasta que el peso de aceite de la última extracción no sea más de 10 mg.

23. Anotar el peso final del matraz B.

24. El aceite extraído debe ser limpio. Si no es así, determinar las impurezas con ayuda de un solvente y hacer el ajuste correspondiente.

9.7.5 Cálculos

Seguir el siguiente procedimiento:

Peso (g)	Contenido %
Peso de la muestra	p
Suma de los pesos de aceite en los vasos A y B	a
Cantidad de aceite en la muestra	$H = \frac{a \times 100}{p}$

Cantidad de impurezas no oleaginosas removidas previamente. X

Cantidad de aceite como porcentaje de las almendras. $G = \frac{H \times (100 - X)}{100}$

9.8. HISTOGRAMA DE NUECES

OBJETO: Clasificar las nueces según el tamaño.

9.8.1 Generalidades

1. Con este procedimiento se puede conocer el punto óptimo de clasificación de las nueces, para ajustar las condiciones del proceso de trituración.
2. En lo posible el periodo de muestreo para este análisis debe ser como mínimo durante el tiempo que dura el ciclo de la cosecha, para cubrir la totalidad del fruto que normalmente es procesado durante este periodo en la Planta de Beneficio.

9.8.2 Elementos, materiales y equipos

- ◆ Balanza de plato de 2.500 g
- ◆ Plantilla para histogramas
- ◆ Recipientes

9.8.3 Procedimiento analítico

1. Cada hora tomar una muestra de 500 g de las nueces a la salida del tambor pulidor, almacenándola en costales.
2. De la muestra diaria, siguiendo una de las técnicas de cuarteo, recolectar una muestra final de 2.000 g
3. Pasar cada una de las nueces que componen la

muestra final por la plantilla, clasificándola y almacenándola según el tamaño.

4. Pesarse cada una de las fracciones correspondientes a cada tamaño y registrar estos valores en el formato respectivo.
5. Este procedimiento se realiza diariamente durante la totalidad del tiempo de muestreo.
6. Al finalizar el tiempo de muestreo, totalizar los pesos registrados diariamente de acuerdo al tamaño de las nueces.

9.8.4 Cálculos

Tabular los resultados de la siguiente forma:

Tamaño Nuez =	10 mm
Peso Total Analizado =	40.000 g
Peso Nueces 10 mm =	6.000 g
% Nueces 10 mm =	$\frac{6.000 \text{ g}}{40.000 \text{ g}} \times 100$
% Nueces 10 mm =	15.00%

10. ANALISIS RÁPIDOS

OBJETO: El objetivo de estos análisis es determinar la composición volumétrica de los principales flujos del proceso de extracción de aceite.

10.1 Generalidades

1. Agitar muy bien los frascos que almacenan las muestras antes de llenar los tubos de la centrífuga.
2. Si no se observa fase aceitosa después de realizada la centrifugación, reportar el resultado como trazas (T).
3. En el momento de la cuantificación de las fases solamente se realiza la medición para $(n - 1)$ fases separadas. La fase restante se calcula por diferencia de 100% contra la suma de las fases medidas.
4. Mediante la realización de estos ensayos se puede concluir si la planta de beneficio trabaja bajo condiciones estables y acertadas.
5. Estos ensayos complementan los descritos en los capítulos de control de calidad y determinación de pérdidas de aceite.
6. Los Análisis Rápidos, son pruebas sencillas y su objetivo es dar una información rápida que permita la corrección a tiempo de un parámetro que se aparte de su valor deseado.
7. Se recomienda que la centrifugación se realice como mínimo a 3.000 r.p.m. para asegurar una adecuada separación de las fases.
8. Antes de operar la centrífuga, tener en cuenta las recomendaciones del fabricante en cuanto a la operación de la misma.

10.2 Elementos, materiales y equipos

- ◆ Centrífuga con cabezal flotante.
- ◆ Tubos graduados para centrífuga
- ◆ Frascos de vidrio para tomar las muestra
- ◆ Tomamuestra
- ◆ Regla

10.3 Procedimiento analítico

1. Al menos cada dos horas tomar del proceso una muestra con sus respectivos frascos como mínimo en las siguientes puntos:
 - ◆ Tanque de aceite crudo tamizado
 - ◆ Salida de aguas lodosas de los separadores primarios o clarificadores
 - ◆ Aceite recuperado en las centrifugas
 - ◆ Lodos a la salida de las centrifugas
 - ◆ Lodos a la salida de las trampas de grasas
2. Antes de llenar los tubos de ensayo, agitar fuertemente los frascos con las muestras
3. Llenar los tubos de ensayo de la centrífuga con sus respectivas muestras. Identificar plena y claramente cada uno de los tubos de ensayo para evitar errores.
4. Colocar los tubos de ensayo en la centrífuga en su respectivo orden de proceso. Es importante conservar siempre un mismo orden para evitar confusiones.
5. Centrifugar como mínimo a 3.000 revoluciones por minuto durante tres minutos.
6. Pasados los tres minutos, destapar la centrífuga y en el mismo orden que fueron ingresados, sacarlos midiendo cada una de las fases, que se separan en el tubo a saber:
 - ◆ Aceite
 - ◆ Lodos livianos
 - ◆ Agua
 - ◆ Lodos pesados
7. Anotar los datos respectivos en el formato establecido

10.4 Cálculos

Aceite + Lodos + Agua + Lodos Pesados = 100% de la muestra

$$\% = \frac{\text{Volumen de cocción fase}}{\text{Volumen total}} \times 100$$

En cada Laboratorio pueden obtenerse resultados diferentes dependiendo de la dilución utilizada. Lo importante es que permitan obtener un manejo adecuado de la Planta de Beneficio Primario.

ANEXO 4. RECOMENDACIONES PARA LA DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE ACEITE MEDIANTE EXTRACCIÓN SOXHLET

ANEXOS

La mayoría de los procedimientos donde se usa el Soxhlet, involucran la extracción de la muestra seca con solventes (éter, tricloroetileno, gasolina blanca, hexano, etc.) para así determinar el contenido de aceite.

Es recomendable utilizar extractores de volúmenes pequeños, para que los sifones que realiza el solvente sean mucho más rápidos.

Un extractor de tamaño pequeño contiene:

- ♦ 1 Matraz fondo plano de 250 ml NS 29/32
- ♦ 1 Extractor de 100 ml volumen nominal
- ♦ 1 condensador de 4 bolas según Allihn

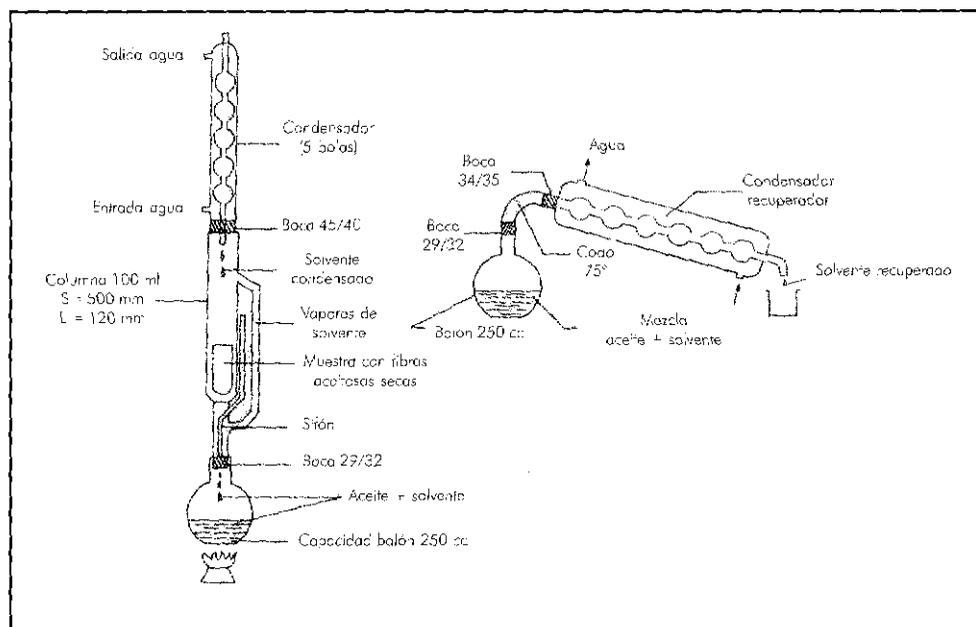
En un sistema de estos la cantidad de solvente a utilizar es de aproximadamente 150 ml. Con esta cantidad se asegura que hay una buena cantidad de solvente en el matraz, cuando el extractor esta al máximo de capacidad.

Normalmente el número de muestras para analizar es mayor al de extractores disponibles; por lo tanto es necesario realizar el análisis en varias corridas.

Una forma de agilizar la extracción del aceite en las muestras que están en espera, es colocar los dedales con la muestra seca en un frasco tipo mayonesa con aproximadamente 100 ml de solvente. Mientras la primera corrida esta en funcionamiento, el aceite se irá desprendiendo con el simple contacto con el solvente.

Después, cuando sea el momento el dedal será traspasado al extractor y junto a el todo el solvente agregado inicialmente. Será necesario lavar el frasco para asegurar que no quede aceite en el.

En condiciones normales de operación un tiempo de 8 horas es bueno para obtener resultados desde el momento de pesar la muestra, hasta cuando se conoce su contenido de aceite.



Aparato de Soxhlet

ANEXO 5. DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE ACEITE EN MUESTRAS MEDIANTE EXTRACCIÓN CON UN APARATO DEAN STARK

CONTENIDO DE ACEITE EN FIBRAS

OBJETO: El objetivo de este análisis es determinar la cantidad de aceite que se pierde en las fibras que salen del prensado.

1. Generalidades

1. Conservar el recipiente en el cual se depositan las muestras tomadas limpio, seco y bien tapado.
2. Es muy importante mantener la frecuencia de muestreo establecida para este análisis, que es necesario en el control de proceso.
3. Identificar adecuadamente los balones y las cápsulas utilizadas en los procesos de extracción para evitar confusiones.
4. Al pesar en la balanza cápsulas, matraces, crisoles y otros equipos, estos deben encontrarse limpios, secos y a temperatura ambiente, ya que pesar equipos calientes, trae grandes errores en los cálculos.
5. Si se tiene más de una prensa se debe realizar este análisis para cada una de ellas.

2. Elementos, materiales y equipos

- ◆ Balanza analítica con exactitud al miligramo.
- ◆ Horno de secamiento
- ◆ Desecadores con sílica gel
- ◆ Estufa
- ◆ Cápsula de porcelana
- ◆ Matraz o balón aforado de 250 ml, de fondo plano
- ◆ Extractor Dean Stark
- ◆ Dedales para extracción
- ◆ Algodón
- ◆ Papel filtro o servilletas
- ◆ Pinzas para balón aforado

3. Reactivos

- ◆ Solvente: Tricloroetileno.

4. Descripción de la actividad

1. Una muestra de aproximadamente 1.000 g debe ser tomada cada hora de tres puntos de la descarga de fibra de la prensa, dos laterales y uno superior, para garantizar una muestra representativa.
2. Esta muestra debe ser depositada en un recipiente limpio y seco destinado para tal fin, el cual siempre debe estar tapado para evitar pérdidas de humedad.
3. Al finalizar el turno o el proceso, según se tenga establecido, el laboratorista debe cuartear el total de la muestra obtenida, hasta obtener una muestra final de aproximadamente 2.000 g, la cual es llevada al Laboratorio.
4. Pesar una cápsula limpia y seca, debidamente marcada. Registrar este peso en el formato respectivo.
5. De la muestra tomada del proceso cuartear y pesar aproximadamente 10 g de fibras en la balanza analítica. Estas fibras deben estar libres de almendras, almendras rotas, cáscaras y otros materiales, ya que estos afectan la precisión del análisis realizado. Registrar este valor en el formato respectivo.
6. En un dedal de extracción, de tamaño adecuado para la columna del equipo Dean Stark utilizado, colocar la muestra de la cápsula cuidadosamente, evitando tener pérdidas de fibras.
7. En el balón, previamente pesado, se colocan 150 cm³ de Tricloroetileno, se ensambla el aparato y se somete a calentamiento.
8. Los vapores de solvente ascienden hasta condensarse y luego bajan al tubo de medición del aparato

Dean Stark, arrastrando el agua, la cual, por diferencia de gravedades específicas e insolubilidad se localizará en la parte superior. Por el principio de vasos comunicantes, el Tricloroetileno baja por la columna hacia el balón disolviendo el aceite y acumulándolo allí. La determinación concluye cuando se aprecie que las gotas de Tricloroetileno que salen del dedal de extracción estén incoloras. El tiempo de extracción de una muestra de este tamaño, con el aparato Dean Stark es de aproximadamente dos horas.

9. El agua presente en la muestra se acumula en el tubo graduado del aparato Dean Stark, lo cual permite su fácil medición, en cm³ y por lo tanto en gramos.

10. Como en el caso del aparato Soxhlet, el solvente se recupera del balón mediante destilación y se determina el aceite recuperado pesando nuevamente el matraz en la balanza analítica, registrando este valor en el formato respectivo.

5. Cálculos

Realizar los siguientes cálculos para determinar el porcentaje de aceite en base húmeda, (%BH), el porcentaje de aceite en base seca, (%BS) y el porcentaje de aceite en base seca no aceitosa (%BSNA):

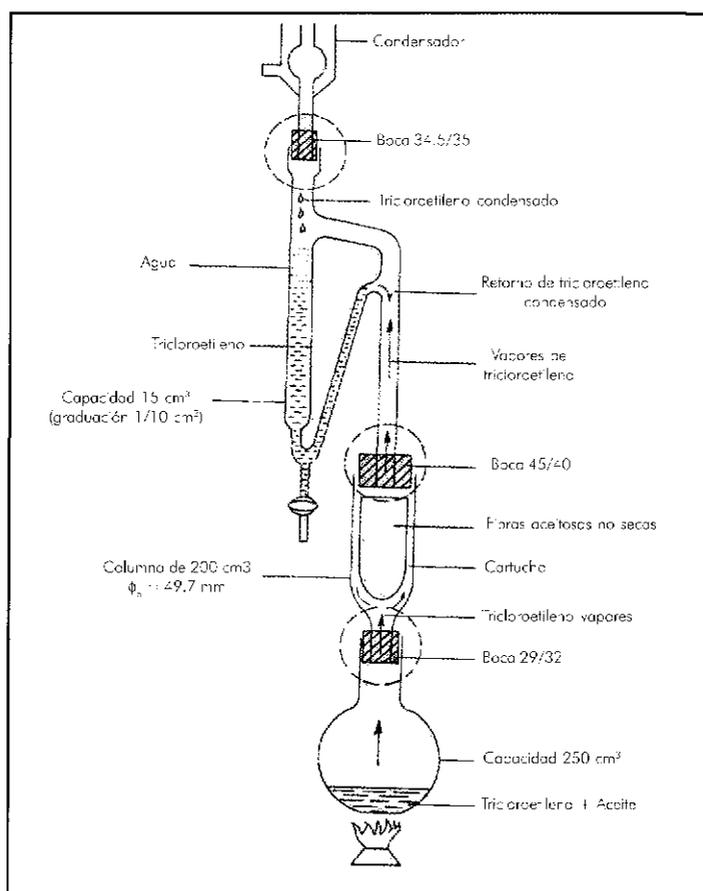
$$\%BH = \frac{\text{peso aceite extraído} \times 100}{\text{peso muestra inicial}}$$

$$\%BS = \frac{\text{peso aceite extraído} \times 100}{\text{peso muestra} - \text{humedad}}$$

$$\%BSNA = \frac{\text{peso aceite extraído} \times 100}{\text{peso muestra} - \text{humedad} - \text{peso aceite extraído}}$$

$$\text{muestra seca} = \text{peso cápsula con muestra} - \text{humedad} - \text{peso cápsula vacía}$$

$$\text{aceite extraído} = \text{peso balón con aceite} - \text{peso balón vacío}$$



Aparato de Dean Stark

ANEXO 6. RECOMENDACIONES PARA EL SECADO DE MUESTRAS EN HORNO MICROONDAS

Es imprescindible que antes de usar el horno microondas para el secado de muestras, éstas estén por lo menos 2 horas en un horno de calentamiento a 105°C.

Si las muestras de los lodos son secadas directamente en el microondas hay demasiadas probabilidades de salpicaduras de lodos y por consiguiente pérdidas de materia. Esto nunca debería realizarse de esta manera.

Después de un secado en el horno de calentamiento de 2 horas a 105°C, éstos son los tiempos y procedimientos recomendados de secado, de todas formas estos procedimientos deben de ajustarse en cada laboratorio:

LODOS

5 minutos a máxima potencia

- ◆ Abrir la puerta 3 minutos

5 minutos a máxima potencia

- ◆ Abrir la puerta 3 minutos

3 minutos máxima potencia

- ◆ Abrir la puerta 3 minutos

2 minutos máxima potencia

- ◆ Abrir la puerta 3 minutos

2 minutos máxima potencia

- ◆ Abrir la puerta 3 minutos

FIBRAS

3 minutos a máxima potencia

- ◆ Abrir la puerta 3 minutos

3 minutos máxima potencia

- ◆ Abrir la puerta 3 minutos

2 minutos a máxima potencia

- ◆ Abrir la puerta 3 minutos

SECCIÓN 3.

BALANCE DE MASAS Y EFICIENCIA

11. PROCEDIMIENTO UNIFICADO PARA HACER UN BALANCE DE MASAS

Un balance de masas y la evaluación de los niveles de pérdidas de aceite, en las distintas fuentes donde estas se suceden, son herramientas de práctica generalizada en esta industria ya que permiten tomar las acciones pertinentes en forma oportuna para mejorar la eficiencia de las plantas.

La valoración de las pérdidas de aceite y el balance de masas sirven para poder expresar las pérdidas como porcentaje en peso de aceite sobre racimo de fruta fresca, es decir, % AC/RFF. El primer paso es determinar la cantidad de aceite de palma que sale con las diferentes corrientes del proceso (racimos vacíos ó tusas, frutos adheridos en los racimos vacíos, fibras y aguas efluentes) y también la cantidad de aceite impregnado en la cáscara ó el cuesco de la nuez.

Para la evaluación de pérdidas de aceite de palma en las plantas extractoras, se debe contar con métodos prácticos y procedimientos de muestreo y evaluación ágiles y representativos. Los procedimientos que se indican a continuación son bastante simples con el fin de que su preparación requiera un menor tiempo pero, de todas formas, permitan un buen control del proceso y, por lo tanto, los mejores resultados en cuanto a pérdidas se refieren.

La frecuencia de la toma de las muestras depende de que tan precisos se quiera llegar a ser. La variación de las muestras depende también de las características del fruto que se procesa en la planta de beneficio, de la continuidad del proceso y del control mismo que se tenga sobre él. Por ejemplo, si las características del fruto son muy variables (edad, ciclos de cosecha, variedad de las palmas, etc.) se sugiere aumentar la frecuencia de la toma de muestras.

11.1 BALANCE DE MASAS O FLUJO MÁSIKO DE LOS EFLUENTES DE LAS PLANTAS DE BENEFICIO

Los balances de masa ó flujos másicos deben hacerse para aquellas fuentes de pérdidas de aceite más importantes. Las mayores pérdidas de aceite en una planta de beneficio se presentan en los siguientes puntos:

1. Pérdidas de aceite en racimos vacíos ó tusas.
2. Pérdidas de aceite en frutos adheridos.
3. Pérdidas de aceite en fibras.
4. Pérdidas de aceite en aguas efluentes.
5. Pérdidas de aceite en nueces.

La determinación de los porcentajes de tusas sobre RFF, fibras sobre RFF y nueces sobre RFF, se hace dependiendo de las condiciones físicas, equipos y personal disponible en cada planta. Dependiendo de la instalación y las posibilidades de cada planta, se puede escoger el método más adecuado para determinar cada uno de los flujos. Por ejemplo, para la medición del flujo de fibras se debe tener en cuenta la disponibilidad de alimentación de fibras a las calderas, el personal para alimentar manualmente la fibra o cáscarilla y del tiempo que las calderas puedan mantener su presión normal, sin ser alimentadas con fibras. En general los flujos pueden registrarse en períodos de tiempo desde 15 minutos hasta una hora, en los momentos más representativos del proceso normal y estabilizado de las plantas.

Las toneladas por hora de racimos vacíos ó tusas, de fibras y de nueces, pueden determinarse recolectándolas un determinado tiempo en recipientes, carretas ó volquetas, para ser pesadas en la báscula de la planta. Estas toneladas por hora obtenidas para cada flujo son multiplicadas por el número de horas de trabajo efectivo de la planta y divididas por la cantidad de fruto procesado el día de la medición.

Una forma más exacta de obtener el % de racimos vacíos sobre los racimos de fruta es determinar el peso total de los racimos vacíos que salen del proceso diariamente.

Para obtener el % de fibras húmedas sobre los racimos de fruta fresca, se sugiere tomar muestras de fibras en la descarga inferior del ciclón del sistema desfibrador ó a la salida de la torta de las prensas (en este caso, antes de pesar las muestras se debe separar bien las nueces, cáscaras ó almendras que existan) para calcular el peso de fibras por la unidad de tiempo que dura la toma de la muestra. Se pueden tomar dos datos por cada turno, con el proceso debidamente estabilizado. Los datos obtenidos en los diferentes muestreos deben promediarse.

Los m^3 /TRFF de efluentes líquidos aportados por las descargas de centrifugas deslodadoras y por los condensados de esterilización pueden calcularse midiendo las descargas de las centrifugas con un recipiente de 10 litros, haciendo unas 10 mediciones y cronometrando su tiempo. Las descargas de los condensados de esterilización pueden medirse con un recipiente similar cada 3 minutos, en un intervalo de tiempo comprendido entre 1.5 y 2 horas, con el fin de abarcar los condensados de todos los esterilizadores.

Una forma combinada para obtener el % de efluentes líquidos sobre los racimos de fruta fresca, se sugiere tomar muestras de efluentes líquidos en el canal de los

efluentes de las trampas de grasas ó florentinos y determinar el volumen en litros por unidad de tiempo. Se pueden tomar dos datos por cada turno, con el proceso debidamente estabilizado

11.1.1 Pérdidas de aceite en racimos vacíos ó tusas y en fibras

Para los racimos vacíos y las fibras, las pérdidas de aceite como porcentaje en peso de aceite sobre racimo de fruta fresca, se calcula multiplicando la pérdida valorada mediante ensayos de laboratorio en gramos de aceite sobre base seca sin aceite (expresado por porcentaje en peso, es decir % ac/ssna), por los sólidos secos no aceitosos obtenidos sobre muestra húmeda (expresado por porcentaje en peso, es decir % ssna/racimos vacíos ó tusas ó % ssna/fibras, según sea la muestra de tusas o fibras; multiplicando por el porcentaje en peso de racimos vacíos ó tusas sobre los racimos RFF que se procesaron (% Tusas/RFF), y multiplicando por el factor para convertir a porcentaje de aceite sobre RFF (% AC/RFF).

En forma de expresión matemática, la pérdida de aceite en racimos vacíos ó tusas es:

$$\% AC/RFF = \%ac/ssna * \%ssna/racimos\ vacíos\ ó\ tusas * \%racimos\ vacíos\ ó\ tusas/RFF * 0.0001$$

11.1.2 Pérdidas de aceite en frutos adheridos y en nueces

Para el caso de la pérdida de aceite en los frutos adheridos a los racimos vacíos ó tusas y en las nueces, se toma el porcentaje de aceite en estos frutos y en las nueces (% ac/frutas y % ac/nuez) que se evalúan mediante ensayos

de laboratorio) y se multiplican por la cantidad de frutos adheridos a los racimos vacíos ó tusas y la cantidad de nueces sobre los racimos de fruta fresca RFF (% fruto adheridos/racimos vacíos ó tusas y % nuez/RFF).

En forma de expresión matemática, la pérdida de aceite en frutos adheridos y en las nueces es:

$$\% AC/RFF = \%ac/frutos\ adheridos * \%frutos/racimos\ vacíos * \%racimos\ vacíos/RFF * 0.0001$$

$$\% AC/RFF = \%ac/nueces * \%nueces/RFF$$

11.1.3 Pérdidas de aceite en aguas efluentes

La pérdida de aceite en las aguas efluentes es decir en las descargas líquidas del proceso, provenientes de los condensados de esterilización y de las centrifugas deslodadoras, se multiplican el promedio de los gramos de aceite por litro de efluentes de dichas descargas por el volumen en metros cúbicos sobre toneladas de racimos procesados. Por ejemplo, si los m³/TRFF de un proceso fueron 0.660 (0.473 en descargas de centrifugas y 0.187 en descargas de esterilizadores), y si los g/L de las centrifugas fueron 9.2 y los de los condensados 2.9, se tiene:

$$g/L_{promedio} = 9.2 * (0.473/0.660) + 2.9 * (0.187/0.660) = 7.4$$

$$\%AC/RFF = m^3/TRFF * g/L_{promedio} * 0.1$$

En la Tabla 1, se presenta un ejemplo del registro de pérdidas y balance de masas para una planta de beneficio.

Tabla 1. Registro de las pérdidas y del balance de masas en una planta de beneficio

PERDIDA DE ACEITE EN:	PARÁMETRO	DÍA 1	DÍA 2	DÍA 3	DÍA 4	PROMEDIO
Racimos vacíos o tusas	% Tusas/RFF	19.53	24.30	22.53	19.80	22.34
	% AC/SSNA	11.90	9.70	10.39	8.49	10.50
	% SSNA/Tusas	36.40	36.70	31.51	34.70	36.03
	% AC/RFF	0.85	0.87	0.74	0.58	0.85
Frutos adheridos	% Fruto/Tusa	1.22	0.98	0.27	1.39	0.90
	% AC/Fruto	35.00	31.10	24.79	23.99	22.58
	% AC/RFF	0.08	0.07	0.02	0.07	0.05
Fibras	% Fibras/RFF	11.40	14.50	12.99	12.41	13.00
	% AC/SSNA	7.50	5.30	6.34	7.55	6.91
	% SSNA/Fibras	50.90	77.10	64.70	65.22	65.33
	% AC/RFF	0.44	0.59	0.53	0.61	0.58
Efluentes	m ³ /TRFF	0.58	0.56	0.61	0.64	0.65
	g ac/L efluentes	8.00	5.70	8.44	6.26	8.00
	% AC/RFF	0.46	0.32	0.51	0.40	0.52
Nueces	% Nuez/RFF	14.00	14.40	8.95	14.16	11.97
	% AC/Nuez	0.49	0.82	0.43	0.41	0.50
	% AC/RFF	0.07	0.12	0.04	0.06	0.06
Total pérdidas	% AC/RFF	1.84	1.97	1.84	1.72	2.06

12. CÁLCULOS DE EFICIENCIAS

Como una medida de comportamiento de proceso, es deseable para el Director de Planta poder calcular separadamente la eficiencia de extracción de aceite y de recuperación de almendra.

Para poder estimar este valor, se deben programar balances de masa durante el proceso para conocer el flujo de salida de cada uno de los ítems en que se evalúan las pérdidas.

Estas eficiencias son calculadas con base en el rendimiento de la planta y las pérdidas en aceite y almendra conocidas según los métodos descritos anteriormente.

12.1 EFICIENCIA DE EXTRACCIÓN DE ACEITE (BASES HÚMEDAS)

$$\text{Eficiencia} = \frac{\% \text{ extracción aceite/racimo}}{\% \text{ extracción aceite/racimo} + \% \text{ pérdidas de aceite/racimo}} \times 100$$

donde,

Porcentaje de pérdidas de aceite sobre racimo esta conformado por:

- ◆ Pérdida de aceite en fibras/racimo
- ◆ Pérdida de aceite en nueces/racimo
- ◆ Pérdida de aceite en racimos vacíos/racimo
- ◆ Pérdida de aceite en efluentes/racimo
- ◆ Pérdida de aceite por fruto adherido en racimos vacíos/racimo

12.1.1 Pérdida de aceite en fibras/racimo

$$\% \text{ Pérdida en Fibras} = \% \text{ Aceite en Fibras (BH)} \times \% \text{ Fibras/Racimo}$$

12.1.2 Pérdida de aceite en nueces/racimo

$$\% \text{ Pérdida en Nueces} = \% \text{ Aceite en Nueces (BH)} \times \% \text{ Nueces/Racimo}$$

12.1.3 Pérdida de aceite en racimos vacíos ó tusas

$$\text{Pérdida en Tusas} = \frac{\% \text{ Aceite en racimos vacíos ó tusas (BH)}}{\% \text{ racimos vacíos ó tusas/Racimo}} \times 100$$

La formula anterior se aplica cuando sea calculado el aceite de racimos vacíos según el método tradicional (procedimiento 4.1). Si se ha optado por calcular el aceite en racimos vacíos por el método de las espigas (procedimiento 4.2), es necesario multiplicar el resultado de la formula presentada por un factor F

F es un factor de corrección, ya que la pérdida de aceite se calculó sobre las espigas, por comodidad del análisis. Por lo tanto, es necesario calcular un valor como si el análisis se hubiera realizado sobre los racimos vacíos completos. Algunos autores y verificaciones de varias plantas han establecido este factor como 0.65%. Sin embargo, cada Planta Extractora debe realizar sus propias experimentaciones.

En todo caso, el valor concuerda muy bien con el hecho conocido de que las espigas absorben más aceite que los pedúnculos en una proporción de 3 a 1.

12.1.4 Pérdida de aceite en efluentes/racimos

$$\% \text{ Pérdida en efluentes} = \frac{\% \text{ Aceite en efluentes (BH)}}{\% \text{ Efluentes/Racimo}} \times 100$$

12.2 EFICIENCIA DE EXTRACCIÓN DE ACEITE (BASES SECAS NO ACEITOSAS)

12.2.1 Cálculos de los sólidos secos no aceitosos en los racimos vacíos, en fibras y en aguas lodosas

12.2.1.1 Sólidos secos no aceitosos en los racimos vacíos

OBJETO: Determinar la cantidad de sólidos secos no aceitosos.

Generalidades

1. Es el porcentaje de racimos vacíos, libres de aceite y agua en las muestras.
2. El resultado de este cálculo elimina los errores presentados por variaciones del contenido de aceite ó agua en las muestras.
3. Para conocer este valor es necesario haber calculado el Aceite en racimos vacíos y la Humedad en racimos vacíos, que fueron descritos con anterioridad.

Cálculos:

Realizar la siguiente operación:

$$\% \text{ S.S.N.A.} = \frac{\text{peso muestra seca} - \text{peso aceite extraído}}{\text{peso muestra inicial}} \times 100$$

NOTA: Si se desea realizar el análisis independientemente seguir los procedimientos descritos en los numerales 4.1 ó 4.2.

12.2.1.2 Sólidos secos no aceitosos en las fibras

Objetivo

- ◆ Determinar la cantidad de sólidos secos no aceitosos en las fibras.

Generalidades

1. Es el porcentaje de las fibras, libres de aceite y agua en las muestras.
2. El resultado de este cálculo elimina los errores presentados por variaciones del contenido de aceite ó agua en las muestras.

3. Para conocer este valor es necesario haber calculado el aceite en las fibras y la humedad en las fibras, que fueron descritos con anterioridad.

Cálculos

Realizar la siguiente operación:

$$\% \text{ S.S.N.A.} = \frac{\text{peso muestra seca} - \text{peso aceite extraído}}{\text{peso muestra inicial}} \times 100$$

12.2.1.3 Sólidos secos no aceitosos en aguas lodosas ó efluentes

Objetivo

- ◆ Determinar el contenido de sólidos secos no aceitosos en una muestra de aguas lodosas ó efluentes.

Generalidades

1. Para conocer este valor es necesario haber calculado el contenido de aceite y la humedad en aguas lodosas, que fueron descritos con anterioridad.

Cálculos

Realizar la siguiente operación:

$$\% \text{ S.S.N.A.} = \frac{\text{peso muestra seca} - \text{peso aceite extraído}}{\text{peso muestra inicial}} \times 100$$

NOTA: Si se desea realizar este análisis independientemente seguir el procedimiento descrito en el numeral 6.1 (aceite en aguas lodosas).

12.2.2 Eficiencia de extracción de aceite en bases secas no aceitosas

$$\text{Eficiencia} = \frac{\% \text{ extracción aceite/racimos}}{\% \text{ extracción aceite/racimos} - \% \text{ pérdidas de aceite/racimos}} \times 100$$

donde,

% de pérdidas de aceite sobre racimo esta conformado por:

- ◆ Pérdida de aceite en fibras/racimo
- ◆ Pérdida de aceite en nueces/racimo
- ◆ Pérdida de aceite en racimos vacíos ó tusas/racimo
- ◆ Pérdida de aceite en efluentes ó aguas lodosas/racimo
- ◆ Pérdida de aceite por fruto adherido en tusas/racimo

12.2.3 Pérdida de aceite en fibras/racimos

$$\% \text{ Pérdida en Fibras} = \% \text{ Aceite en Fibras (BSNA) X SSNA en Fibras X \% \text{ Fibras/Racimos}}$$

12.2.4 Pérdida de aceite en nueces/racimos

$$\% \text{ Pérdida en Nueces} = \% \text{ Aceite en Nueces (BSNA) X SSNA en Nueces X \% \text{ Nueces/Racimos}}$$

12.2.5 Pérdida de aceite en racimos vacíos/racimos

$$\text{Pérdida en Tusas} = \% \text{ Aceite en Tusas (BSNA) X SSNA en racimos vacios X \% \text{ racimos vacios/Racimos X F}}$$

F: es el factor explicado en el numeral 12.1.3

12.2.6 Pérdida de aceite en efluentes/racimos

$$\% \text{ Pérdida en efluentes} = \% \text{ Aceite en efluentes (BSNA) X SSNA en Efluentes X \% \text{ Efluentes/Racimos}}$$

12.2.7 Pérdida de aceite por frutos adheridos a los racimos vacíos

$$\% \text{ Pérdido por frutos adheridos} =$$

$$\frac{\text{peso frutos adheridos} \times \text{aceite en frutos adheridos}}{\text{peso racimos vacios} \times \text{frutos adheridos}} \times \% \text{ racimos vacios/racimos}}$$

12.3 EFICIENCIA DE RECUPERACIÓN DE ALMENDRAS

$$\text{Eficiencia} = \frac{\% \text{ Recuperación almendra/racimos}}{\% \text{ Recuperación almendra/racimos} - \% \text{ Pérdidas almendra/racimos}} \times 100$$

donde,

% de pérdidas de almendras sobre racimos esta conformado por:

- ◆ Pérdida de almendra en fibras de las calderas/racimos

- ◆ Pérdida de almendra en los diferentes partes de trituración/racimos
- ◆ Pérdida de almendra en cáscaras del hidrociclón/racimos. (Si existe)

En la trituración es muy difícil llegar a estimar los valores entre los cuales puede oscilar los flujos de salida en cada sección, pero con algunos balances de masa que se realicen, se puede llegar a estimar con bastante confiabilidad estos valores.

SECCIÓN 4.

ANÁLISIS DE AGUAS Y PREPARACIÓN DE REACTIVOS

13. ANALISIS DE AGUAS RESIDUALES

13.1 ALCALINIDAD

13.1.1 Generalidades

1. La alcalinidad en el agua es la medida de la capacidad de neutralizar los ácidos y es debido principalmente a sales de ácidos débiles y/o bases fuertes.
2. Se considera que toda la alcalinidad se debe a iones carbonatos, bicarbonatos e hidróxidos, suponiendo la ausencia de otros ácidos débiles de origen orgánico e inorgánico.
3. Estas sustancias actúan como amortiguadoras para resistir la caída del pH, resultante de la adición de ácidos.
4. En esta valoración puede influir la presencia de boratos, fosfatos o silicatos.
5. Este valor es muy importante en el control de los procesos del tratamiento de aguas naturales y residuales.
6. La muestra no debe presentar altos niveles de turbiedad que impidan apreciar el punto final de la titulación. En estos casos se utiliza un equipo de medición de pH para controlar la adición de reactivo, hasta los pH indicados en el procedimiento.
7. Al determinar la alcalinidad para muestras con sólidos suspendidos es necesario centrifugarlas o dejarlas reposar para que los sólidos se asienten. Todas las muestras se deben mantener refrigeradas y deben ser analizadas lo antes posible.
8. Las muestras se recolectan en botellas de polietileno o vidrio borosilicatado, deben llenarse completamente y taparse bien debido a que las muestras de aguas residuales pueden estar sujetas a la acción microbiana y/o a la pérdida o ganancia de bióxido de carbono u otros gases.

13.1.2 Elementos, materiales y equipos

- ◆ Potenciómetro para medir pH
- ◆ Bureta de 50 ml
- ◆ Soporte con base aporcelanada

- ◆ Pipetas aforadas de 25 - 50 - 100 ml
- ◆ Erlenmeyer de 250 ml
- ◆ Centrifuga de cabezal flotante
- ◆ Plancha de agitación
- ◆ Agitador magnético

13.1.3 Reactivos

- ◆ Agua destilada
- ◆ Ácido sulfúrico 0.1 N
- ◆ Solución standard de carbonato de sodio 0.1 N
- ◆ Indicador de pH 8.3 (fenolftaleína al 1% en etanol al 95%)
- ◆ Indicador de pH 4.5 (naranja de metileno)
- ◆ Tiosulfato de sodio 0.1 N
- ◆ Solución tituladora de ácido sulfúrico 0.02 N

13.1.4 Procedimiento analítico

1. Tomar la muestra en el frasco de polietileno llenando el frasco a ras y taparlo herméticamente.
2. Esta muestra se debe tomar cuando hayan transcurrido varias horas de bombeo de efluente desde la planta.
3. Llenar la bureta de 50 ml con solución tituladora de ácido sulfúrico (H_2SO_4) 0.02 N.
4. Medir el volumen apropiado de muestra según el intervalo de alcalinidad esperado con la ayuda de la respectiva pipeta volumétrica (Tabla 1).

Tabla 1. Volúmen de muestra de acuerdo con la alcalinidad esperada

Volúmen Muestra (ml)	Alcalinidad (ppm $CaCO_3$)
100	0 - 250
50	251 - 500
25	501 - 1000

5. Colocar el volumen de la muestra en un erlenmeyer de 250 ml.

6. Si se conoce la presencia de cloro residual, remuévalo agregando una gota de solución de tiosulfato de sodio 0.1 N
7. Añadir cinco gotas de solución indicadora de fenolftaleína al erlenmeyer y mezclar bien.
8. Si la muestra se torna rosada hay alcalinidad por carbonatos o hidróxidos (pH > 8) si la muestra permanece incolora siga directamente con el paso siguiente
9. Añada cinco gotas de indicador naranja de metilo al erlenmeyer.
10. Introducir un agitador magnético en el erlenmeyer, colocando el frasco sobre la plancha de agitación.
11. Añadir lentamente la solución tituladora de H₂SO₄ 0.02 N, agitando constantemente hasta que el color rosado justamente desaparezca (pH 8.3). Registrar el volumen en ml de ácido consumido, el cual se llamará abreviadamente, F.
12. Titule nuevamente con H₂SO₄ 0.02 N hasta que el color azul cambie a amarillo (pH =4.5).
13. Registrar el volumen de ácido consumido en esta titulación y sumárselo al valor obtenido en el punto F. Este resultado se llamará abreviadamente M.

13.1.5 Cálculos

Calcular los valores de:

F = Alcalinidad a la fenolftaleína (ppm CaCO₃)

M = Alcalinidad total (ppm CaCO₃)

De acuerdo a las siguientes relaciones:

$$F = \frac{\text{ml H}_2\text{SO}_4 \text{ 0.02 N consumidos (F)} \times 0.02 \times 50000}{\text{ml de muestra}}$$

$$M = \frac{\text{ml H}_2\text{SO}_4 \text{ 0.02 N consumidos (M)} \times 0.02 \times 50000}{\text{ml de muestra}}$$

donde,

50.000 = Constante de asociación al Carbonato de Calcio

Reportar los resultados de la alcalinidad de acuerdo con la Tabla 2.

Tabla 2. Reporte de los diferentes tipos de alcalinidad, de acuerdo con los resultados de la titulación

Resultado de la titulación	Alcalinidad por hidróxidos como CaCO ₃	Alcalinidad por carbonatos como CaCO ₃	Alcalinidad por carbonatos como CaCO ₃
F = 0	0	0	M
F < 1/2 M	0	2F	M - 2F
F = 1/2 M	0	2F	0
F > 1/2 M	2F - M	2(M - F)	0
F = M	M	0	0

13.2 ÁCIDOS GRASOS VOLÁTILES (método de destilación)

OBJETO: Determinar el contenido de Ácidos Grasos Volátiles (A.G.V.) en aguas residuales.

13.2.1 Generalidades

1. El proceso de digestión anaerobio en la fase acidogénica involucra la producción de grandes cantidades de ácidos grasos volátiles (A.G.V.) en el reactor, lo cual puede llevar a caídas de pH, a rangos en los cuales la actividad metanogénica es seriamente inhibida.
2. Esta técnica utiliza el método por destilación el cual es empírico y tiene que ser llevado a cabo como se describe a continuación. Este análisis es rutinario para el control del proceso en el sistema.
3. El ácido sulfúrico es extremadamente peligroso, por consiguiente se aconseja utilizar batas de laboratorio y gafas de seguridad para la protección del personal. Al manejar este ácido se aconseja tener extremo cuidado para prevenir accidentes.
4. Nunca se debe pipetear con la boca este ácido, utilice siempre la pera universal de goma.

13.2.2 Elementos, materiales y equipos

- ◆ Centrífuga de laboratorio con cabezal flotante
- ◆ Sistema de destilación de arrastre por vapor conformado de:
 - ◆ Balón de 500 ml fondo plano boca esmerilada
 - ◆ Condensador intensivo de aproximadamente 76 cm de largo
 - ◆ Balones aforados de 100 - 250 - 1000 ml
- ◆ Probeta de 250 ml
- ◆ Bureta de 25 ml
- ◆ Pipetas de 10 ml
- ◆ Peras universales de goma

13.2.3 Reactivos

- ◆ Ácido sulfúrico 1:1 (volumen/volumen)
- ◆ Hidróxido de sodio 0.1 N
- ◆ Solución indicadora de fenolftaleína al 1% en etanol al 95%

13.2.4 Procedimiento analítico

1. Tomar un recipiente plástico con muestra de aproximadamente 1.000 ml, llenando a ras el frasco y tapándolo herméticamente.
2. Centrifugar 200 ml de muestra por 5 minutos a 3.000 R.P.M. o dejar reposar por 30 minutos hasta que se asienten los sólidos.
3. En un balón de destilación de 500 ml separar 100 ml de sobrenadante, medidos con una pipeta aforada del mismo volumen.
4. En otra pipeta aforada medir 100 ml de agua destilada y añadirlos al balón de destilación.
5. Agregar 4 a 5 perlas de vidrio o de ebullición para prevenir salpicaduras
6. En una pipeta volumétrica medir 5 ml de ácido sulfúrico 1:1 y agregarlos muy lentamente al balón de destilación, preferiblemente por las paredes del mismo.
7. Agitar el balón suavemente para evitar que el ácido quede en el fondo del balón.
8. Conectar el balón al aparato de destilación por arrastre de vapor.
9. Abrir el paso de agua y encender la estufa
10. Destilar a una tasa de aproximadamente 5 ml/min. hasta recoger en un vaso de precipitados (beaker) 150 ml de destilado.

11. Una vez recogido este volumen, agregar de 3 a 4 gotas de fenolftaleína al destilado.
12. Titular con hidróxido de sodio 0.1 N, tomando como *punto final de la valoración* la aparición de un color rosado que permanezca por 10 seg.

13.2.5 Cálculos

Calcule la concentración de los ácidos grasos volátiles como ácido acético mediante la relación siguiente:

$$\text{AGV (ppm Ácido Acético)} = \frac{\text{ml NaOH } 0.1 \text{ N consumido} \times 60.000 \times 0.1}{\text{ml de muestra} \times 0.7}$$

13.3 ÁCIDOS GRASOS VOLÁTILES (método Volumétrico)

OBJETO: Determinar el contenido de Acidos Grasos Volátiles (A.G.V.) en aguas residuales.

13.3.1 Generalidades

1. El proceso de digestión anaerobio en la fase acidogénica involucra la producción de grandes cantidades de ácidos volátiles (A.G.V) en el reactor, lo cual puede llevar a caídas de pH, a rangos en los cuales la actividad metanogénica es seriamente inhibida.
2. En esta técnica los A.G.V son convertidos desde su forma ionizada hasta su forma disociada a pH neutros. Los equivalentes de A.G.V. se calculan a partir del volumen de ácido utilizado en la titulación.

13.3.2 Elementos, materiales y reactivos

- ◆ Sistema de condensación por reflujo conformado por:
 - ◆ Condensador por reflujo
 - ◆ Balón de 500 ml con boca esmerilada
 - ◆ Centrífuga de cabezal flotante
 - ◆ Pipeta aforada de 100 ml
 - ◆ Potenciómetro para medir pH
 - ◆ Bureta de 50 ml

13.3.3 Reactivos

- ◆ Ácido clorhídrico (HCl) 0.1N
- ◆ Agua destilada

13.3.4 Procedimiento analítico

1. En un recipiente plástico tomar una muestra del agua

residual, llenando a ras el frasco y tapándolo herméticamente.

2. Centrifugar 200 ml de muestra por cinco minutos a 3.000 revoluciones por minuto.
3. En un matraz aforado de 100 ml medir un volumen de 50 ml de muestra sobrenadante.
4. Completar a 100 ml de agua destilada.
5. Si el pH es > 6.5, añadir HCl 0.1N hasta pH = 6.5. No tener en cuenta este volumen de ácido consumido para los cálculos.
6. Bajar el pH = 6.5 hasta pH = 3.0, registrando el volumen consumido de HCl 0.1N
7. Traspasar la muestra al balón de 500 ml
8. Conectar el balón al condensador
9. Abrir el paso del agua
10. Encender la estufa y dejar ebullición la muestra por 3 minutos
11. Separar cuidadosamente el balón del condensador y dejar enfriar el balón por 2 minutos
12. Titular con NaOH 0.1N hasta alcanzar un pH de 6.5.
13. Registrar este valor.

13.3.5 Cálculos

$$\text{A.G.V. (ppm Acido Acético)} = \frac{\text{ml NaOH consumidos} \times 0.1 \times 1.000}{\text{ml de muestra}}$$

13.4 CAPACIDAD BUFFER

OBJETO: Determinar la capacidad buffer o de amortiguamiento del sistema

13.4.1 Generalidades

1. La operación eficiente de un reactor anaerobio, implica el control en el digestor de una adecuada capacidad buffer del sistema
2. La capacidad amortiguadora de un sistema acuoso, incluidas las aguas residuales, está dada por la existencia en el agua de compuestos carbonatados, que impiden fluctuaciones bruscas de pH.
3. En un reactor anaerobio esa capacidad amortiguadora puede ser sobrepasada, cuando por sobrecargas del sistema, ocurre una alta producción de A.G.V. Por lo tanto una buena aproximación al estado de «salud» puede hacerse con base en la determinación de la capacidad buffer existente en el medio en un momento dado.
4. El fundamento del método se basa en dos titulaciones a valores de pH de 5.75 y 4.3. La selección del pH de 5.75 busca cuantificar la capacidad buffer útil del sistema, representada como alcalinidad bicarbonática, ya que a este pH el 80 % del HCO_3^- presente en soluciones acuosas se ha convertido en CO_2 por acción de la titulación con ácido e igualmente menos del 20 % de los A.G.V. son cuantificados.
5. Este método propone utilizar la relación AGV/ABV, (donde AGV son los ácidos grasos volátiles y ABV la alcalinidad bicarbonática verdadera), como parámetros de control. Un sistema buffer tendrá una adecuada capacidad cuando esta relación sea próxima a 0.20. A nivel práctico se han encontrado reactores anaerobios que por encima de 0.35 el sistema empieza a acidificarse.

13.4.2 Elementos, materiales y equipos

- ◆ Centrífuga de laboratorio con cabezal flotante
- ◆ Potenciómetro para pH
- ◆ Pipeta aforada de 50 ml
- ◆ Vaso de precipitado de 250 ml forma baja.

- ◆ Plancha de agitación

- ◆ Agitador magnético

13.4.3 Reactivos

- ◆ Ácido clorhídrico HCl 0.1N ó
- ◆ Ácido sulfúrico H_2SO_4 0.1N

13.4.4 Procedimiento analítico

1. En un recipiente plástico tomar una muestra del agua residual, llenando a ras el frasco y tapándolo herméticamente.
2. Centrifugar 200 ml de muestra por cinco minutos a 3.000 revoluciones por minuto.
3. En una pipeta aforada medir 50 ml de efluente centrifugado.
4. Medir el pH de la muestra con el potenciómetro
5. Agregar ácido clorhídrico gota a gota midiendo al mismo tiempo el pH hasta alcanzar un valor en el potenciómetro de 5.75
6. Registrar el valor consumido hasta alcanzar el pH de 5.75 indicado.
7. Sobre la misma muestra seguir agregando HCl hasta alcanzar un pH 4.3 en el potenciómetro.
8. Registrar el volumen de ácido consumido
9. La diferencia entre el volumen gastado para la titulación de la muestra hasta 4.3 pH y el volumen gastado para la titulación de la muestra a pH 5.75, será el volumen consumido por los A.G.V. presentes

13.4.5 Cálculos

A pH = 4.30 alcalinidad total (AT)

A pH = 5.75 alcalinidad bicarbonática verdadera (ABV)

Aplicar las siguientes relaciones:

$$ABV \text{ (meq)} = \frac{\text{ml HCl consumidos (pH = 5,75)} \times 0.1 \times 1000}{\text{ml de muestra}}$$

$$AT \text{ (meq)} = \frac{\text{ml HCl consumidos (pH = 4,30)} \times 0.1 \times 1000}{\text{ml de muestra}}$$

$$AGV \text{ (meq)} = \frac{(\text{ml pH 4.30}) - (\text{ml pH 5.75}) \times 0.1 \times 1000}{\text{ml de muestra}}$$

$$\text{Capacidad Buffer} = AGV/ABV$$

13.5 DEMANDA QUÍMICA DE OXÍGENO (DQO)

OBJETO: Determinar la demanda química de oxígeno en aguas residuales.

13.5.1 Generalidades

1. El ensayo de laboratorio de la demanda química de oxígeno mide el equivalente en oxígeno de la fracción de materia orgánica presente en la muestra, que es susceptible de oxidación en medio ácido, por parte del dicromato de potasio.
 2. La DQO representa casi un valor límite de posibilidad de oxidación total de un residuo; por ello generalmente el valor de la DBO última o la DBO₂₀ se debe aproximar a la DQO.
 3. Una de las principales limitaciones del análisis de DQO es la incapacidad de diferenciar entre materia orgánica biológicamente oxidable y materia inorgánica biológicamente inerte. Además, no permite medir la velocidad con que se estabilizará la materia biológicamente oxidable en condiciones normales. Sin embargo, la mayor ventaja de la DQO es el corto tiempo que requiere la determinación, unas tres horas en comparación con los cinco días que demora la DBO.
 4. La demanda química de oxígeno es útil para determinar las diluciones necesarias en el ensayo de demanda bioquímica de oxígeno. Este parámetro es importante en estudios de corriente de agua y aguas residuales industriales, así como en el control de plantas de tratamiento de aguas residuales.
 5. En ausencia de un catalizador, el método puede fallar y no incluir algunos compuestos orgánicos (tal como ácido acético) que son biológicamente valorables para los organismos que están presentes en los ríos mientras que el método incluye algunos compuestos biológicos (tal como celulosa) que no son parte de la carga de una demanda bioquímica en el oxígeno disponible del agua receptora. Una porción de compuestos carbonáceos o nitrogenados puede ser incluida en la DQO, pero no hay reducción del dicromato por el amoníaco liberado de material proteínico.
 6. Con ciertas aguas residuales que contienen sustancias tóxicas, esta prueba ó una determinación de carbono orgánico total puede ser la única forma de evaluar la carga orgánica, de un modo fácil. En el caso de las aguas residuales de nutrientes orgánicos y materia no tóxica para las bacterias, los resultados pueden ser usados para aproximar los valores de DQO, debido a material carbonáceo.
 7. Es importante usar la misma técnica todas las veces que se efectúe la determinación de DQO, debido a que en la prueba se incluye sólo una porción de materia orgánica, la que depende del oxidante químico empleado, la estructura de los componentes orgánicos y la forma de manipular la muestra.
 8. El método de reflujo con dicromato ha sido seleccionado para efectuar esta prueba debido a las ventajas que el dicromato tiene sobre otros oxidantes, tales como su poder oxidante y su fácil aplicación a una amplia variedad de muestras.
 9. Para propósitos de control la prueba encontrará su mejor uso después que se han obtenido los datos y éstos son correlacionados con algún otro u otros parámetros importantes.
 10. La mayoría de tipos de material orgánico son destruidos mediante ebullición con una mezcla de ácido crómico y sulfúrico. En una muestra sometida a reflujo con cantidades conocidas de dicromato de potasio y ácido sulfúrico, el exceso de dicromato se titula con sulfato amónico ferroso y la cantidad de materia orgánica titulada se transforma en equivalentes de oxígeno lo cual es proporcional al dicromato de potasio consumido.
 11. Interferencias. Interfieren en la prueba las cadenas normales de compuestos alifáticos, hidrocarburos aromáticos y piridina, si están presentes en un grado apreciable. Para el método da un valor más cercano al de una oxidación completa que el método del permanganato. Los compuestos de cadena normal son oxidados más efectivamente cuando se adiciona sulfato de plata como catalizador aún cuando el sulfato de plata reacciona con los cloruros, bromuros, para producir precipitados que son oxidados solo parcialmente en el procedimiento.
- Los nitritos ejercen a DQO de 1,1 mg/mg N, pero rara vez exceden de 1 ó 2 ppm en aguas poluidas y su interferencia es ignorada por considerarla insignificante. La interferencia debida a nitritos se puede eliminar adicionando 10mg de ácido sulfámico/mg de Nitrito-N en el frasco de reflujo; esta adición debe ser considerada en el testigo de agua destilada.

Con solución concentrada de dicromato se puede determinar valores con DQO de 50 ppm o más y con la solución diluida de dicromato se determinan los valores menores de 10 ppm. Estos son menos precisos pero indican el orden de la magnitud.

12. Muestreo y almacenamiento. Primero se debe homogeneizar las muestras que contienen sólidos sedimentables en una licuadora para obtener una muestra representativa. Se preserva la muestra con ácido sulfúrico. Se hacen diluciones iniciales en un frasco volumétrico para aguas residuales que tienen un alto contenido de DQO; esto es para reducir el error de la medida de pequeños volúmenes.
13. Cuando se utilizan muestras de diferente tamaño a la de 50 ml se recomienda mantener la relación de los distintos compuestos en la solución de ácido sulfúrico y dicromato de potasio.
14. El tiempo de reflujo puede variar si se ha visto que la oxidación se completa en menos tiempo. El tiempo aconsejado por los manuales de técnicas standard es de 2 horas de reflujo. El DQO terminal se estima que se alcanza en un reflujo de 7 horas.

13.5.2 Elementos, materiales y equipos

- ◆ Equipo de reflujo conformado por:
 - ◆ Matraces fondo plano de 500 ml
 - ◆ Condensador de 300 ml tipo Wuest
 - ◆ Perlas de vidrio para ebullición
 - ◆ Pipetas aforadas de 5 - 25 ml
 - ◆ Pipetas graduadas de 5 - 10 - 25 ml
 - ◆ Balón aforado de 1 litro
 - ◆ Bureta de 50 ml
 - ◆ Estufa eléctrica
 - ◆ Agitador magnético
 - ◆ Plancha de agitación

13.5.3 Reactivos

- ◆ Dicromato de potasio 0.25N
- ◆ Sulfato de plata en ácido sulfúrico
- ◆ Solución tituladora de sulfato ferroso amónico (FAS) 0.25N

- ◆ Solución indicadora de ferroína
- ◆ Sulfato de mercurio en cristales

13.5.4 Procedimiento analítico

1. En un recipiente plástico tomar una muestra del agua residual, llenando a ras el frasco y tapándolo herméticamente.
2. De acuerdo al DQO, diluya la muestra con agua destilada siguiendo la Tabla 1.

Tabla 1. Dilución de la muestra según la DQO esperada

DQO Esperado (PPM O ₂)	Volumen de la muestra en ml	Volumen de agua a diluir en ml	Volumen de la muestra para analizar en ml
0 - 1000	50	250	10
1000 - 5000	25	250	10
> 5000	5	250	10

Estas diluciones deben ser verificadas para cada Planta de Beneficio, de acuerdo a la experiencia.

3. Medir los 10 ml de la dilución a analizar con una pipeta aforada y depositarlos en el balón de destilación.
4. Agregar 0.2 g de Sulfato de Mercurio (HgSO₄) al balón.
5. En todo caso las cantidades de reactivos usados se deben ajustar de acuerdo con la Tabla 2.

Tabla 2. Cantidad de reactivos usados de acuerdo con el volumen de muestra

Volumen de muestra ml	Dicromato de potasio 0.25N (ml)	Reactivos de H ₂ SO ₄ (ml)	Sulfato de mercurio HgSO ₄ (gr)	Normalidad del sulfato ferroso amoniacal	Volumen final antes de la dilución (ml)
10	5	15	0.3	0.05	70
20	10	30	0.4	0.10	110
30	15	45	0.6	0.15	150
40	20	60	0.8	0.20	190
50	25	75	1.0	0.25	230

6. Depositar aproximadamente 10 perlas de ebullición para prevenir salpicaduras al balón con la muestra.
7. Medir el volumen requerido de sulfato de plata en ácido sulfúrico en la probeta adecuada.
8. Verter aproximadamente 5 ml de la solución de sulfato de plata en ácido sulfúrico, muy lentamente por las paredes del balón. Tener siempre precaución ya que esta reacción es bastante exotérmica, disolviendo cuidadosamente el AgSO₄ agregado.

9. Medir el volumen de dicromato de potasio, según la tabla anterior y agregarlos al balón.
10. Mezclar bien nuevamente
11. Conectar el balón al equipo de reflujo.
12. Iniciar la circulación del agua de enfriamiento abriendo la respectiva llave.
13. Agregar el volumen restante de sulfato de plata en ácido sulfúrico, por la parte superior del condensador teniendo precaución de verterlo lentamente.
14. Mientras se añade el ácido restante, agitar suavemente el balón conectado al condensador para que el ácido se incorpore a la solución.
15. Agitar muy bien, para evitar que en el fondo del balón quede el ácido y al momento de calentar se presente una explosión de ácido concentrado caliente a través del condensador que puede llegar a ser muy peligroso.
16. Colocar en la parte superior del condensador un vaso de precipitados o beaker de 50 ml como tapa, para evitar que material foráneo entre dentro del condensador y contamine la muestra.
17. Encender la estufa y abrir el paso de agua a través del condensador
18. Poner en reflujo la muestra por espacio de 2 horas, contados a partir del inicio de la ebullición.
19. Transcurrido este tiempo, se apaga la estufa y se deja enfriar.
20. Cuando se encuentre totalmente frío, agregar un volumen de agua destilada aproximadamente igual al que se encuentra en el balón. El agua se debe agregar por la parte superior del condensador muy lentamente, agitando el balón.
21. Agregar al balón 2 gotas de indicador de ferroina
22. Titular con sulfato ferroso amoniacal (FAS), tomando como fin de la titulación el cambio de color de azul-verdoso a un café - rojizo.
23. Es probable que el color verdoso aparezca de nuevo, esto no es importante.
24. Simultáneamente a todos los pasos descritos, se debe realizar un blanco, que es tomar como muestra a analizar, agua destilada. Todos las cantidades indicadas se mantienen.

13.5.5 Cálculos

Expresar el resultado como miligramo de oxígeno por litro de muestra:

$$DQO \text{ (ppm } O_2) = \frac{(A - B) \times N \times 8.000 \times F}{\text{ml de muestra}}$$

Donde:

A = Volumen de FAS consumido para el blanco

B = Volumen de FAS consumido para el agua efluente

N = Normalidad del FAS, de acuerdo a valoración realizada antes de realizar cada ensayo.

F (Factor de dilución) = $\frac{\text{Volumen Total Muestra Diluida (ml)}}{\text{Volumen Muestra Agua (ml)}}$

14. ANÁLISIS PARA EL TRATAMIENTO DE AGUA DE CALDERAS

14.1 RESIDUAL DE SULFITOS

14.1.1 Generalidades

1. La determinación del residual de sulfitos permite evaluar con alguna certeza el hecho que el oxígeno disuelto remanente a la entrada de las calderas haya sido removido en su totalidad.
2. Normalmente se estima que el residual de sulfitos debe ser como mínimo 30 ppm SO_3
3. En el comercio se consigue kits de análisis que hacen estas pruebas mucho más sencillas y confiables.

14.1.2 Elementos, materiales y equipos

- ◆ Mortero
- ◆ Frasco de 100 ml
- ◆ Pipeta graduada de 1 ml
- ◆ Balanza analítica con precisión al miligramo
- ◆ Pipeta aforada de 50 ml
- ◆ Horno de calentamiento
- ◆ Erlenmeyer de 250 ml
- ◆ Vaso de precipitados

14.1.3 Reactivos

- ◆ Ácido sulfúrico 1:1
- ◆ Solución indicadora de almidón. Ver procedimiento índice de peróxidos para su rápida preparación.
- ◆ Solución estándar de yoduro y yodato de potasio, 0.0125 N: disuelva 44.8 mg de yodato de potasio

anhidro KIO_3 , secado durante 4 horas a 120°C ; 4.35 g de KI y 810 mg de NaHCO_3 en agua destilada. Complete el volumen a 1000 ml. La solución es tal que 1 ml = 0.5 mg SO_3

- ◆ Reactivo de EDTA: disuelva 2.5 g de EDTA disódico en 100 ml de agua destilada.
- ◆ Ácido sulfónico, $\text{NH}_2\text{SO}_3\text{H}$, cristalino
- ◆ Agua destilada

14.1.4 Procedimiento analítico

1. Recoja una muestra fresca evitando contacto con el aire. Fije inmediatamente, agregando 1 ml de EDTA/100 ml de muestra.
2. Agregue 1 ml de H_2SO_4 , 1:1 y 0.1 g de ácido sulfónico en cristales a un frasco erlenmeyer de 250 ml. A continuación mida 50 ml de muestra y transfíralos a un frasco. Agregue 1 ml de solución indicadora de almidón. Titule con solución estándar de yoduro y yodato de potasio hasta que se desarrolle un color azul suave permanente en la muestra.
3. Titule un testigo de agua destilada

14.1.5 Cálculos

Calcule la concentración de sulfitos por la expresión siguiente:

$$\text{ppm SO}_3 = \frac{(A - B) \times 500}{\text{ml muestra}}$$

Donde:

A = ml de titulador gastados para la muestra

B = ml de titulador para el testigo

14.2 SÓLIDOS DISUELTOS TOTALES

14.2.1 Generalidades

1. Este análisis se realiza con frecuencia al agua de purga de las calderas y permite estimar el grado de concentración de productos químicos en la misma.
2. Normalmente se considera que este valor no debe sobrepasar de 3000 ppm para calderas entre 150 - 300 psi de presión de operación.
3. Por lo general, la reducción de los sólidos disueltos se logra por una reducción de varios contaminantes individuales (dureza, sílice, hierro, etc.).
4. Algunos procesos de tratamiento aumentan los sólidos disueltos al añadir subproductos solubles al agua; por ejemplo el ablandamiento con zeolita de sodio aumenta los sólidos en virtud de la adición de un ion (sodio) que tiene un peso equivalente más alto que el del calcio ó el del magnesio, que se remueven del agua cruda.

14.2.2 Elementos, materiales y equipos

- ◆ Crisol Gooch de porcelana de diámetro de base interna de 20 mm
- ◆ Filtro de fibra de vidrio para el crisol Gooch.
- ◆ Juntas de goma «Guko»
- ◆ Horno de calentamiento
- ◆ Trompa de vacío por agua con manguera.
- ◆ Desecador con sílica gel.
- ◆ Matraz para vacío fondo plano de 250 ml con derivación (Kitasato).

14.2.3 Reactivos

- ◆ Agua destilada

14.2.4 Procedimiento analítico

1. Coloque un disco filtrante de fibra de vidrio con la cara corrugada hacia arriba o una capa filtrante de asbestos sobre el fondo de un crisol Gooch apropiado. Lave el filtro con 3 succiones de 20 ml de agua destilada, continúe la succión hasta remover toda el agua. Descarte el agua de los lavados. Seque el horno durante dos horas a 105°C, enfríe y pese en la balanza analítica. Este peso se denomina (B)
2. Mida 50 ml de muestra (la cantidad de muestra apropiada es aquella que produce un residuo total filtrable de 2.6 a 200 mg) y fíltrelos, mediante vacío, a través del filtro. Lave con 3 succiones de 10 ml de agua destilada, continuando la succión 3 minutos después de completar la filtración para remover así tanta agua como sea posible.
3. Transfiera la cápsula al horno de calentamiento y evapore hasta completo secamiento.

Seque la muestra evaporada durante una hora en una estufa a $180 \pm 2^\circ\text{C}$; enfríe en el desecador y pese. Este peso se denomina (A).

14.2.5 Cálculos

$$\text{mg/l sólidos disueltos totales} = \frac{(A - B)}{\text{ml de muestra usada}} \times 100$$

Donde:

$$A = \text{Peso del crisol} + \text{sólidos (mg)}$$

$$B = \text{Peso del crisol inicial (mg)}$$

14.3 OXÍGENO DISUELTO (MODIFICACIÓN DEL NITRURO)

14.3.1 Generalidades

1. Es tal vez uno de los análisis más importantes en el agua de alimentación de las calderas, ya que permite detectar la presencia del oxígeno disuelto, el cual ocasiona graves problemas en la tubería de las calderas.
2. Realizado este análisis, se considera que no debe exceder 0.04 ppm O₂.
3. Este procedimiento es bastante complejo por lo tanto se recomienda adquirir un kit para determinación de oxígeno disuelto. Consulte con su asesor en tratamiento de aguas.

14.3.2 Elementos, materiales y equipos

- ◆ Balanza digital
- ◆ Erlenmeyer de 250 ml
- ◆ Pipetas aforadas de 20, 50, 100, 110
- ◆ Bureta de 25 ml
- ◆ Probeta de 50, 100 ml

14.3.3 Reactivos

- ◆ Solución de sulfato manganoso: disuelva 480 g de MnSO₄ · 4H₂O, 400 g de MnSO₄ · 2H₂O ó 364 g de MnSO₄ · H₂O en agua destilada, filtre y diluya a 1 litro. Esta solución no debe producir color en almidón, cuando se agrega a una solución de yoduro de potasio acidificada.
- ◆ Reactivo alcalino de yoduro - nitrito. Disuelva 500 g de NaOH (ó 700 g de KOH) y 135 g de NaI ó 150 g de nitruro de sodio, NaN₃, disuelto en 40 ml de agua destilada. y diluya a 1 litro. Agregue 10 g de nitruro de sodio, NaN₃, disuelto en 40 ml de agua destilada. Este reactivo no debe producir color con la solución de almidón al diluirlo y acidificarlo.
- ◆ Acido sulfúrico concentrado.
- ◆ Almidón: disuelva 2 g de almidón soluble grado analítico y 0.2 g de ácido salicílico, como preservativo, en 100 ml de agua destilada caliente.
- ◆ Solución estándar tituladora de tiosulfato de sodio

0.1 N: disuelva 24.82 g de Na₂S₂O₃ · 5H₂O en agua destilada hervida y fría y diluya a 1 litro. Preserve agregando 5 ml de cloroformo ó 1 g de NaOH.

- ◆ Solución estándar tituladora de tiosulfato de sodio 0.025 N: diluya 250 ml de solución patrón de tiosulfato de sodio a 1 litro. Normalice con solución estándar de dicromato de potasio 0.025 N o con solución estándar de biyodato de potasio 0.025 N. La solución estándar de tiosulfato de sodio 0.025 N es de una concentración tal que 1 ml es equivalente a 0.2 mg de OD.
- ◆ Solución estándar de dicromato de potasio 0.025 N: disuelva 1.226 g de K₂Cr₂O₇, secado a 103 °C durante 2 horas, en agua destilada y diluya a 1 litro en un frasco volumétrico.
- ◆ Disuelva 2 g de KI puro en un frasco erlenmeyer con 100 ml de agua destilada. Agregue 10 ml de H₂SO₄ (1 + 9) y 20 ml de solución estándar de dicromato de potasio. Coloque en oscuro durante 5 minutos y diluya a 400 ml, titule con solución de tiosulfato 0.025 N el yodo liberado, agregando almidón al final de la titulación cuando se alcanza un color amarillo pajizo pálido. Cuando las soluciones son de igual concentración se gastarán 20 ml de tiosulfato 0.025 N. Si no es el caso, haga la corrección necesaria.
- ◆ Solución estándar de biyodato de potasio 0.025 N: disuelva 812.4 mg de KH(IO₃) en agua destilada y diluya a 1000 ml
- ◆ Disuelva 2 g de KI puro en un frasco erlenmeyer con 100 ml de agua destilada. Agregue unas pocas gotas de H₂SO₄ concentrado y 20 ml de solución estándar de biyodato de potasio. Diluya a 200 ml y titule con una solución estándar tituladora de tiosulfato de sodio 0.025 N el yodo liberado, agregando almidón al final de la titulación cuando se alcanza un color amarillo pajizo pálido. Cuando las soluciones son de igual concentración se requieren 20 ml de solución de Na₂S₂O₃ - 0.025 N. De lo contrario, ajuste la normalidad de la solución de Na₂S₂O₃ a 0.025 N.
- ◆ Solución de fluoruro de potasio: disuelva 40 g de KF₂H₂O en agua destilada y diluya a 100 ml. Esta solución se usa cuando la muestra contiene mas de 5 ppm de hierro. Agregue, cuando sea necesario, 1 ml de solución de fluoruro para inhibir la interferencia de hierro.

14.3.4 Procedimiento analítico

1. Llenar completamente la botella de 250 o 300 ml con la muestra a analizar y dejando rebosar para insertar el tapón sin dejar burbujas.
2. Añada 1 ml de solución de sulfato manganoso y 1 ml de solución álcali de yoduro - nitruro de sodio usando una pipeta. Si las soluciones son agregadas debajo de la superficie del líquido, enjuague las pipetas antes de volver a introducir las botellas de los reactivos.
3. Tapone cuidadosamente la botella para evitar burbujas de aire y mezcle bien, invirtiendo la botella unas quince veces. Deje sedimentar el precipitado hasta la mitad de la botella. Si el precipitado es blanco (hidróxido de manganoso) no existe oxígeno disuelto.

En caso contrario el precipitado será óxido básico mangánico de color café.

4. Remueva el tapón y agregue 1 ml de H_2SO_4 concentrado, sosteniendo la pipeta sobre la superficie del líquido contra el cuello de la botella. Retapone la botella, mezcle bien hasta que no se observe ningún floc. Si hay oxígeno se liberará yodo. El volumen que se toma para titulación debe corresponder a 200 ml de muestra original, por ello debe hacerse una corrección por la pérdida de muestra debida al desplazamiento provocado por la adición de los 2 ml de reactivo: 1 ml de sulfato manganoso y 1 ml de reactivo álcali de yoduro - nitruro. Para botellas de 300 ml el volumen que se toma para la titulación debe ser de:

$$(200) (300)/(300-2) = 201 \text{ ml}$$

Retire 201 ml de la botella y colóquelos en un frasco erlenmeyer. Titule añadiendo tiosulfato de sodio y agitando la solución hasta obtener un color amarillo pajizo pálido. Agregue 1 ml de solución fresca de almidón, el cual produce un color azul y continúe la titulación hasta que el color azul desaparezca. Anote la cantidad de tiosulfato gastado. Ignore cualquier reaparición del color azul.

14.3.4 Cálculos

Calcule el contenido de oxígeno disuelto OD por la siguiente relación:

$$\text{ppm OD} = \frac{\text{ml gastados} \times N \times 8.000}{\text{ml muestra}}$$

donde:

N = normalidad del tiosulfato de sodio empleado

Cuando la normalidad del tiosulfato de sodio es exactamente 0.025 y el volumen de muestra es de 200 ml, como se indicó en el procedimiento anterior, calcule el contenido de OD así:

$$\text{ppm OD} = \text{ml de tiosulfato gastado.}$$

14.4 HIERRO TOTAL, EN AGUAS TRATADAS, POR COMPARACIÓN VISUAL. MÉTODO DE LA FENANTROLINA

14.4.1 Generalidades

1. El contenido de hierro normalmente se evalúa en las corrientes de agua a la entrada y salida de las calderas, y permite conocer el estado interno de la misma.

14.4.2 Elementos, materiales y equipos

- ◆ Balanza analítica con precisión al miligramo
- ◆ Pipeta aforada de 50, 100 ml
- ◆ Erlenmeyer de 125, 250 1000 ml
- ◆ Estufa eléctrica
- ◆ Pipeta graduada de 20 ml
- ◆ Tubos de Nessler de 100 ml forma alta
- ◆ Balón aforado de 100 ml
- ◆ Espectrofotómetro

14.4.3 Reactivos

- ◆ Ácido clorhídrico, HCl, concentrado.
- ◆ Solución de hidroxilamina: disuelva 10 g de $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$ en 100 ml de agua destilada.
- ◆ Solución buffer de acetato de amonio: disuelva 250 g de $\text{NH}_4\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2$ en 150 ml de agua destilada. Agregue 700 ml de ácido acético concentrado ó glacial. Prepare una nueva curva de calibración cada vez que cambie la solución.
- ◆ Solución de fenolftaleína: disuelva 100 mg de ortofenantrolina o 1.10 fenantrolina monohidratada; calentamiento a 80°C , sin hervirla. Descarte la solución si se vuelve oscura. El calentamiento no es necesario si se agregan 2 gotas de HCl concentrado al agua destilada. (Nota: Un ml de este reactivo es suficiente para concentraciones menores de 0.1 mg Fe).
- ◆ Solución patrón de hierro: mida 50 ml de agua destilada y colóquelos en un vaso de precipitados de 250 ml. Agregue lentamente y mezclando 20 ml de H_2SO_4 concentrado al agua destilada. Realice esta

operación con cuidado y deje enfriar la solución a temperatura ambiente. Pese 1.404 g de $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2\cdot 6\text{H}_2\text{O}$, sulfato ferroso amoniacal, y disuélvalo en la solución anterior mediante agitación.

- ◆ Agregue solución 0.1N de KMnO_4 gota a gota hasta que persista un color rosado suave en la solución. (La solución 0.1 de KMnO_4 se prepara disolviendo 3.16 g de KMnO_4 en 1000 ml de agua destilada). Diluya en un frasco volumétrico a 1000 ml con agua destilada. La solución patrón es tal que 1 ml = 0.2 mg Fe.
- ◆ Nota: Los reactivos anteriores son los mismos del método con Espectrofotómetro.
- ◆ Solución estándar de hierro: con una pipeta volumétrica mida 50 ml de solución patrón de hierro y colóquelos en un frasco volumétrico de 1000 ml. Diluya hasta la marca de 1000 ml con agua destilada; 1 ml = 10 Hg Fe.

14.4.4 Procedimiento analítico

1. Preparar los estándares de hierro en los tubos de nessler de 100 ml, siguiendo las diluciones indicadas, según la concentración esperada de hierro.
2. Una vez conocidos los mililitros de solución estándar de hierro necesarios depositarlos en un erlenmeyer de 125 ml
3. Diluir este volumen con agua destilada hasta alcanzar 50 ml totales.
4. Agregar 2 ml de ácido clorhídrico concentrado.
5. Agregar 1 ml de solución de hidroxilamina
6. Añadir 4 ó 5 perlas de ebullición y caliente el frasco hasta ebullición.
7. Continúe la ebullición hasta reducir el volumen total a unos 20 ml
8. Deje enfriar a temperatura ambiente
9. Transfiera la solución en un balón aforado de 100 ml y agregue 10 ml de solución buffer de acetato de amonio.

10. Agregue 4 ml de solución de fenantrolina
11. Diluir con agua destilada hasta la señal de enrase (100 ml)
12. Agitar vigorosamente y dejar reposar entre 10 a 15 minutos para lograr un desarrollo máximo del color.
13. Para anular la interferencia de cualquier color o turbiedad de la muestra prepare un testigo con la misma cantidad de muestra utilizada y aplicándole todos los pasos descritos anteriormente pero sin agregar los 4 ml de fenantrolina.
14. Colocar el testigo en el portamuestra del espectrofotómetro en = de absorbancia (100% de transmitancia con el equipo en 510 nm).
15. Retire el testigo y coloque la muestra con fenantrolina en el aparato y haga la lectura correspondiente de absorbancia.
16. Convierta la lectura de absorbancia leída en mg de Fe mediante la curva de calibración.

14.4.5 Cálculos

Calcular la concentración de hierro en ppm, mediante la siguiente relación.

$$\text{Fe (ppm)} = \frac{\text{mg de Fe} \times 1.000}{\text{ml de muestra}}$$

14.5 DUREZA (método EDTA)

14.5.1 Generalidades

1. La dureza del agua esta conformada por los iones calcio y magnesio los cuales se presentan disueltos en el agua de alimentación de las calderas.
2. Los procesos de coagulación, floculación o filtración no disminuyen el valor de dureza a niveles óptimos sin embargo ciertas operaciones unitarias (como el intercambio ionico de sodio) remueven el calcio y el magnesio del agua, reemplazándolos por elementos químicos inofensivos

14.5.2 Elementos, materiales y equipos

- Solución buffer: Disuelva 16.9 g de NH_4Cl , cloruro de amonio, en 143 ml de hidróxido de amonio concentrado NH_4OH ; agregue 1.25 g de sal de magnesio de EDTA (disponible comercialmente) y diluya en 250 ml con agua destilada. Si no se dispone de la sal de magnesio de EDTA disuelva 1.179 g de sal disódica de EDTA y 780 mg de $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ en 50 ml de hidróxido de amonio concentrado NH_4OH , mezcle bien y diluya a 250 ml con agua destilada. Mantenga la solución bien tapada y no la almacene por más de un mes en un recipiente que se abre continuamente. Descarte la solución cuando al agregar 1 ó 2 ml a la muestra no se obtenga un pH de 10.0 ± 0.1 al punto final de titulación.
- Mezcle indicadora de Eriocromo negro T: pese separadamente 0.5 g de Eriocromo negro T y 100 g de cloruro de sodio NaCl . Coloque ambos compuestos en un mortero y pulverícelos hasta distribuir uniformemente el colorante oscuro en la sal blanca. Almacénelo en una botella bien tapada.
- Solución indicadora de Calmagita: disuelva 0.1 g de Calmagita en 100ml de agua destilada.
- Cristales de cianuro de sodio, NaCN : maneje con extremo cuidado, con una pequeña cuchara o espátula. Es muy tóxico. Evite la ingestión e inhalación de los vapores mortales de cianuro. En la mayoría de las aguas no se requiere agregar este inhibidor de interferencias para el ensayo de dureza.
- Solución tituladora estándar de EDTA – 0.01 M: Pese 8.723 g de EDTA o Na_2EDTA , $\text{Na}_2\text{H}_2\text{C}_10\text{H}_1-2\text{O}8\text{N}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. Disuélvalos en agua destilada y diluya a 1 litro con agua destilada. Tapone y mezcle bien.

La solución es generalmente estable durante seis meses. Almacene preferiblemente en frasco de polietileno o vidrio de borosilicato.

14.5.3 Elementos, materiales y equipos

- Bureta de 25 ml
- Pipeta aforada de 50 ml
- Pipeta graduada de 1 ml
- Balanza analítica con precisión al miligramo
- Erlenmeyer de 125 ml

14.5.4 Procedimiento analítico

1. Coloque 50 ml de muestra en un frasco siempre y cuando no consuma más de 15 ml de solución tituladora. En caso contrario debe hacerse dilución a 50 ml con agua destilada.
2. Agregue 1 a 2 ml de solución buffer. Usualmente 1 ml de buffer es suficiente para obtener un pH de 10.0 a 10.1. La ausencia de un punto de vire claro del indicador demuestra la necesidad de agregar este inhibidor. Úselo con precaución cuando el cambio de color del indicador no es claro y distintivo
3. Agregue 0.2 g de mezcla indicadora de Eriocromo negro T. Alternativamente use 1 ml de solución indicadora de calmagita.
4. Si la coloración obtenida es vino tinto agregue solución tituladora de EDTA hasta obtener el color azul. La titulación no debe durar más de cinco minutos, contados a partir de la adición de la solución buffer.

14.5.5 Cálculos

Calcule la dureza en mg /L CaCO_3 por la siguiente relación:

$$\text{Dureza mg/L CaCO}_3 = \frac{\text{ml EDTA gastados} \times 0.01 \times 100000}{\text{ml de muestra}}$$

15. PREPARACIÓN DE REACTIVOS

15.1 VALORACIÓN DEL HIDRÓXIDO DE SODIO CON FTALATO ÁCIDO DE POTASIO

15.1.1 Generalidades

1. Verificar el buen estado de los aparatos.
2. Utilizar únicamente agua destilada.
3. Los equipos deben estar completamente limpios y secos.
4. Esta prueba debe hacerse por duplicado y trabajar con el promedio.
5. El resultado debe escribirse con cuatro cifras decimales significativas.

15.1.2 Elementos, materiales y equipos

- ◆ Cápsula de porcelana
- ◆ Horno de calentamiento
- ◆ Desecador
- ◆ Pinzas para crisol
- ◆ Erlenmeyer de 250 ml
- ◆ Erlenmeyer de 1000 ml con boca esmerilada
- ◆ Agitador magnético con calentamiento
- ◆ Probeta de 50 ml
- ◆ Bureta automática de 25 ml
- ◆ Frasco cuenta gotas de 50 ml
- ◆ Balanza analítica con exactitud al miligramo
- ◆ Calculadora
- ◆ Cuchara de porcelana

15.1.3 Reactivos

- ◆ Hidróxido de sodio a valorar
- ◆ Ftalato ácido de potasio

- ◆ Agua destilada

- ◆ Fenolftaleína

15.1.4 Procedimiento analítico

1. Secar en una cápsula limpia y seca aproximadamente 1 g de ftalato ácido de potasio en un horno a 120°C por dos horas.
2. Dejar enfriar en un desecador antes de usarlo por espacio de media hora.
3. Pesar 0.400 g. de ftalato ácido de potasio en un erlenmeyer de 250 ml limpio y seco, anotar el peso.
4. Agregar 50 ml de agua destilada al erlenmeyer.
5. Colocar el erlenmeyer en el agitador magnético y calentarlo a una temperatura de 50°C, agitando muy bien hasta que todo el ftalato ácido de potasio se haya disuelto en el agua destilada.
6. Agregar cinco gotas de fenolftaleína
7. Titular con el hidróxido de sodio y/o potasio hasta la aparición de un permanente y suave color rosado.

15.1.5 Cálculos

Aplicar la siguiente formula

$$N = \frac{W \times 1000}{V \times 204.2}$$

donde:

N = Normalidad del hidróxido de sodio.

W = Peso de ftalato ácido de potasio en g

V = Volumen de hidróxido de sodio y/o potasio consumidos en ml

15.2 VALORACIÓN DEL HIDRÓXIDO DE SODIO CON ÁCIDO SULFÚRICO 0.1 N (opcional)

15.2.1 Generalidades

1. Este procedimiento sirve para valorar la soda o hidróxido de sodio 0.1N, que es utilizado para calcular el porcentaje de ácidos grasos libres, como solución tituladora.
2. Este procedimiento puede reemplazar el método de estandarización del hidróxido de sodio 0.1 N usando ftalato ácido de potasio.

15.2.2 Elementos, materiales y equipos

- ◆ Erlenmeyer de 250 ml
- ◆ Pipeta de 25 ml
- ◆ Probeta de 25 ml

15.2.3 Reactivos

- ◆ Ácido sulfúrico 0.1 N
- ◆ Agua desionizada

- ◆ Fenolftaleina
- ◆ Hidróxido de sodio 0.1N

15.2.4 Procedimiento analítico

1. En un erlenmeyer medir 25 ml de ácido sulfúrico 0.1N o títrol con una pipeta graduada de 25 ml.
2. Agregar cuidadosamente 25 ml de agua desionizada con una probeta de 25 ml de capacidad.
3. Añadir dos gotas de fenolftaleina y titular con el hidróxido de sodio 0.1N, con agitación constante hasta la aparición de un ligero pero constante color rosado suave.
4. Aplicar la siguiente fórmula:

$$N = \frac{\text{Volumen ácido sulfúrico} \times 0.1}{\text{Volumen consumido de hidróxido de sodio}}$$

15.3 PREPARACIÓN DEL ÁCIDO SULFÚRICO 0.1 N

15.3.1 Generalidades

1. Se utiliza en la valoración del hidróxido de sodio o de potasio y en la titulación de la muestra de las piscinas de tratamiento de efluentes para calcular la alcalinidad de las mismas.
2. El ácido sulfúrico 0.1 N o titrisol se presenta en ampolletas plásticas.

15.3.2 Elementos, materiales y equipos

- ◆ Balón aforado de 1000 ml
- ◆ Frasco lavador

15.3.3 Reactivos

- ◆ Ampolleta de ácido sulfúrico 0.1 N.
- ◆ Agua destilada.

15.3.4 Descripción de la actividad

1. Cortar la ampolleta de ácido sulfúrico 0.1 N con un cuchillo, conservándola hacia arriba para evitar derrames.
2. En un balón aforado de 1 litro limpio y seco, introducir la ampolleta, dejando caer todo el producto en el balón.
3. Lavar con agua destilada la ampolleta asegurando que todo el ácido sulfúrico se haya lavado y quede dentro del balón.
4. Completar con agua destilada los 1000 ml del balón.
5. Agitar muy bien el balón
6. Guardar al terminar en el frasco respectivo.

15.4 PREPARACIÓN DE ÁCIDO SULFÚRICO 1:1

15.4.1 Generalidades

1. El ácido sulfúrico 1:1 es utilizado en la preparación de la muestra para el cálculo de los ácidos grasos volátiles en las piscinas de tratamiento de efluentes.

15.4.2 Elementos, materiales y equipos

- ◆ Balón aforado de 500 ml
- ◆ Balón aforado de 1000 ml
- ◆ Dosificador plástico de agua

15.4.3 Reactivos

- ◆ Ácido sulfúrico al 96%
- ◆ Agua destilada

15.4.4 Procedimiento analítico

1. Medir 500 ml de agua destilada en un balón aforado de 500 ml y verter en un balón aforado de 1000 ml
2. Medir 500 ml de ácido sulfúrico al 96% de concentración en un balón aforado de 500 ml, guardando las máximas precauciones.
3. Añadir lentamente el ácido en el agua. Esta reacción hace calentar el balón y emana vapores tóxicos, los cuales no deben ser inhalados.
4. Agitar cuidadosamente el balón.
5. Guardar en el respectivo frasco.

15.5 PREPARACIÓN DE LA FENOLFTALEINA AL 1% EN ETANOL AL 95%

15.5.1 Generalidades

1. La fenolftaleina es usada como indicador de la titulación con hidróxido de sodio o de potasio 0.1 N, en el cálculo del porcentaje de ácidos grasos libres.

15.5.2 Elementos, materiales y equipos

- ◆ Balanza analítica
- ◆ Embudo de vidrio
- ◆ Erlenmeyer de 500 ml con boca esmerilada
- ◆ Cápsula de porcelana

15.5.3 Reactivos

- ◆ Fenolftaleina
- ◆ Alcohol neutralizado.

15.5.4 Procedimiento analítico

1. Pesar en una cápsula de porcelana 5 g de fenolftaleina, a la mayor exactitud posible.

2. Con la ayuda de un embudo se introduce la fenolftaleina a un erlenmeyer de 500 ml.
3. Lavar la cápsula y el embudo con alcohol neutralizado, cuidando que todo el producto lavado caiga en el erlenmeyer de 500 ml.
4. Después de que ha pasado la totalidad de la fenolftaleina al erlenmeyer se completa con alcohol neutralizado hasta los 500 ml.
5. Agitar muy bien teniendo cuidado de haber colocado la tapa esmerilada, para que la fenolftaleina quede bien disuelta en el alcohol.

15.5.5 Cálculos

Calcular la cantidad a pesar de fenolftaleina así:

$$\text{Concentración requerida} = 1\%$$

$$\text{volumen a preparar} = 500 \text{ ml (opcional)}$$

$$X = 500 \text{ ml Solución} \times 1\% = 5 \text{ g de fenolftaleina}$$

15.6 PREPARACIÓN DEL HIDRÓXIDO DE SODIO 0.1 N

15.6.1 Generalidades

1. Esta solución se utiliza para determinar el porcentaje de ácidos grasos libres.
2. Verificar que los reactivos usados respondan a la calidad necesaria para el ensayo.
3. Revisar que los instrumentos utilizados se encuentren limpios y en buen estado.

15.6.2 Elementos, materiales y equipos

- ◆ Balanza analítica con exactitud al miligramo
- ◆ Cápsula de porcelana
- ◆ Bureta automática de 25 ml
- ◆ Erlenmeyer de 1000 ml con boca esmerilada
- ◆ Pinzas para crisol
- ◆ Cuchara de porcelana

15.6.3 Reactivos

- ◆ Hidróxido de sodio en hojuelas al 99%
- ◆ Agua destilada

15.6.4 Procedimiento analítico

1. Tarar en la balanza una cápsula de porcelana limpia y seca.
2. Pesar 4.040 g. de hidróxido de sodio en lentejas.
3. Disolver las lentejas con agua destilada

4. Una vez se ha alcanzado la completa disolución de las lentejas, traspasar esta solución a un erlenmeyer de 1000 ml con boca esmerilada, teniendo cuidado en lograr que el producto de la cápsula sea transferido en su totalidad, esto se logra lavando varias veces la cápsula con agua destilada, verificando que está agua de lavado sea llevada al erlenmeyer.
5. Llenar el erlenmeyer con agua destilada hasta la señal de 1000 ml
6. Colocar la tapa al erlenmeyer, agitar cuidadosamente.
7. Tener en cuenta que no se observe hidróxido de sodio sin disolver.
8. Traspasar la solución preparada al frasco de alimentación de la bureta automática.
9. Llenar la bureta utilizando la respectiva pera y desalojando por la llave principal hidróxido de sodio.
10. Valorar la solución según los procedimientos recomendados.

15.6.5 Cálculos

Se realizan los siguientes cálculos para determinar las cantidades de reactivos necesarias:

Concentración requerida = 0.1 N

Volumen Requerido = 1.000 ml

Pureza = 99 %

$$\frac{0.1 \text{ eq - g NaOH}}{1 \text{ Lt Solución}} \times \frac{40 \text{ g. NaOH}}{1 \text{ eq - g NaOH}} \times \frac{100 \%}{99 \%} = 4.040 \text{ g.}$$

15.7 NEUTRALIZACIÓN DEL ALCOHOL ETÍLICO

15.7.1 Generalidades

1. El alcohol etílico ó etanol utilizado en el cálculo de la acidez debe ser neutralizado para evitar que este producto interfiera en la neutralización del aceite con el hidróxido de sodio 0.1 N.
2. La neutralización del etanol se realiza con hidróxido de sodio 0.1 N.

15.7.2 Elementos, materiales y equipos

- ♦ Vaso de precipitado
- ♦ Frasco cuenta gotas
- ♦ Frasco de neutralización
- ♦ Embudo

15.7.3 Reactivos

- ♦ Alcohol etílico

- ♦ Fenolftaleína
- ♦ Hidróxido de sodio

15.7.4 Procedimiento analítico

1. Agregar un litro de alcohol etílico al frasco de neutralización.
2. Agregar 10 gotas de fenolftaleína.
3. Medir 5 ml de hidróxido de sodio 0.1 N y agregarlos al frasco de neutralización.
4. Agitar y observar la aparición de un color rosado suave que indica la finalización de la neutralización.
5. Si este color no aparece repetir el procedimiento desde el punto 1.
6. Almacenar

15.8 SOLVENTIZACIÓN DE GASOLINA BLANCA

15.8.1 Generalidades

1. La gasolina blanca es usada como solvente para determinar las pérdidas de aceite mediante la extracción soxhlet.
2. Esta gasolina es necesario fraccionarla en sus fases liviana y pesada para poder usarla ya que la fase pesada contiene gases que pueden afectar los resultados.
3. Este producto se utiliza como remplazo del hexano o del tricloroetileno.

15.8.2 Elementos, materiales y equipos

- ◆ Balón de 500 ml de fondo plano
- ◆ Refrigerante
- ◆ Soporte con base plana
- ◆ Condensador

- ◆ Vaso de precipitado
- ◆ Estufa

15.8.3 Procedimiento analítico

1. En un matraz de 500 ml de fondo plano se agregan aproximadamente 400 ml de gasolina blanca.
2. En el aparato de destilación para gasolina se instala el balón que contiene la gasolina.
3. Se abre la llave que permite el flujo de agua a través del refrigerante intensivo.
4. Se prende la estufa en la posición alta y se recuperan 350 ml de fracción liviana. Esta medición corresponde a la capacidad de un frasco grande de mayonesa.
5. Se guarda la gasolina solventada en el respectivo frasco. La fracción pesada se desecha.

15.9 SOLUCIÓN STANDARD DE CARBONATO DE SODIO 0.1 N

15.9.1 Generalidades

1. Este producto es usado para valorar el ácido sulfúrico 0.1N, usado en el cálculo de la alcalinidad de aguas.
2. Se debe completar con el respectivo procedimiento de valoración descrito en el presente manual.
3. Mantenga los reactivos preparados en lugares frescos y oscuros, conservándolos bien tapados.

15.9.2 Elementos, materiales y equipos

- ◆ Horno de calentamiento
- ◆ Cápsulas de porcelana
- ◆ Pinza para cápsulas
- ◆ Desecador con sílica gel
- ◆ Balanza digital con precisión al miligramo
- ◆ Balón aforado de 1 Litro

15.9.3 Reactivos

- ◆ Carbonato de calcio (Na_2CO_3) en cristales
- ◆ Agua destilada

15.9.4 Procedimiento analítico

1. En una cápsula de porcelana, introduzca aproximadamente 6 g de Na_2CO_3
2. Secar en el horno de calentamiento a 250 °C durante 4 horas.
3. Transcurrido este tiempo retire la cápsula del horno e introdúzcala en el desecador hasta total enfriamiento (aproximadamente 30 minutos).
4. Tarar en la balanza digital otra cápsula de porcelana limpia y seca
5. Pesar exactamente 5.300 g de Na_2CO_3 seco.
6. Agregue aproximadamente 25 ml de agua destilada a la cápsula y disuelva el carbonato de calcio.
7. Traspase los productos con el mayor cuidado, a un balón aforado de 1 Lt, lavando varias veces la cápsula con agua destilada, y permitiendo que el agua destilada llegue hasta la señal de enrase (Lt).
8. Agitar vigorosamente la solución
9. Transferir al respectivo frasco limpio y seco de almacenamiento

15.9.5 Cálculos

Para determinar la cantidad de Na_2CO_3 requerida se necesita conocer:

Concentración de la solución a preparar = 0.1N

volumen de la solución a preparar = 1000 ml

Entonces:

$$\text{Na}_2\text{CO}_3 = \frac{0.1 \text{ eq-g. Na}_2\text{CO}_3}{1 \text{ Lt solución}} \times \frac{106 \text{ g. Na}_2}{2 \text{ eq-g. Na}_2\text{CO}_3} = 5.300 \text{ g. Na}_2\text{CO}_3$$

15.10 ÁCIDO SULFÚRICO 0.1 N

15.10.1 Generalidades

1. Todas las adiciones de reactivos deben hacerse lentamente
2. Este procedimiento es una alternativa al método descrito en el cual se usa la ampolleta o titrisol.
3. El ácido sulfúrico (H_2SO_4) 0.1 N es usado frecuentemente en la valoración del hidróxido de sodio 0.1N, en la determinación de la alcalinidad de aguas.
4. Si se desea preparar una solución de ácido sulfúrico, con otra concentración o un volumen de solución diferente, realizar los cálculos respectivos.
5. No inhalar los vapores emanados durante la preparación.
2. Medir 2.8 ml de ácido sulfúrico al 96 %, succionando cuidadosamente con la pera de goma.
3. Añadir este volumen cuidadosa y lentamente al balón aforado, nunca dejando caer el producto directamente al agua, sino por las paredes del balón.
4. Completar con agua destilada hasta la señal de enrase. Esta es una reacción exotérmica y es normal un aumento en la temperatura del balón.
5. Mezclar cuidadosamente.
6. Traspasar al respectivo frasco de almacenamiento, que debe encontrarse perfectamente identificado

15.10.2 Elementos, materiales y equipos

- ◆ Balón aforado de 1 Lt
- ◆ Pipeta graduada de 5 ml y 50 ml
- ◆ Pera de goma universal

15.10.3 Reactivos

- ◆ Ácido sulfúrico concentrado (H_2SO_4) 0.1 N al 96 %
- ◆ Agua destilada

15.10.4 Procedimiento analítico

1. Agregar aproximadamente 50 ml de agua destilada al balón aforado de 1 Lt

15.10.5 Cálculos

Para realizar la preparación de la solución se necesita:

Conocer

Normalidad de la solución a preparar = 0.1 N

Volumen de la solución a preparar = 1000 ml

Aplicar la siguiente fórmula para conocer el volumen (ml) de H_2SO_4 necesario

$$m. H_2SO_4 = \frac{0.1 \text{ eq-g}}{1000 \text{ ml Solución}} \times \frac{98 \text{ g } H_2SO_4}{2 \text{ eq-g } H_2SO_4} \times \frac{1 \text{ ml } H_2SO_4}{1.834 \text{ g } H_2SO_4} \times \frac{100.000}{96} = 2.8$$

Ejemplo: preparar 500 ml de H_2SO_4 0.02N

$$m. H_2SO_4 = \frac{0.02 \text{ eq-g}}{500 \text{ ml Solución}} \times \frac{98 \text{ g } H_2SO_4}{2 \text{ eq-g } H_2SO_4} \times \frac{1 \text{ ml } H_2SO_4}{1.834 \text{ g } H_2SO_4} \times \frac{100.000}{96}$$

$$= 1.1 \text{ ml } H_2SO_4$$

15.11 TIOSULFATO DE SODIO 0.1 N

15.11.1 Generalidades

1. Esta es una solución usada en la determinación del índice de peróxidos.
2. A partir de ella se prepara el tiosulfato de sodio 0.01 N, lo cual se logra diluyendo 10 veces.

15.11.2 Elementos, materiales y equipos

- ◆ Horno de calentamiento
- ◆ Cápsulas de porcelana
- ◆ Pinza para cápsulas
- ◆ Desecador con sílica gel
- ◆ Balanza digital con precisión al miligramo
- ◆ Balón aforado de 1 Lt

15.11.3 Reactivos

- ◆ Tiosulfato de sodio R.A. (Reactivo analítico)
- ◆ Agua destilada
- ◆ Hidróxido de sodio

15.11.4 Procedimiento analítico

1. En una cápsula de porcelana, introduzca aproximadamente 30 g de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$
2. Secar en el horno de calentamiento a 250°C durante 4 horas.

3. Transcurrido este tiempo retire la cápsula del horno e introdúzcala en el desecador hasta total enfriamiento (aproximadamente 30 minutos).
4. Tarar en la balanza digital otra cápsula de porcelana limpia y seca
5. Pesar exactamente 24.818 g de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ seco.
6. Agregue aproximadamente 25 ml de agua destilada a la cápsula y disuelva el tiosulfato de sodio.
7. Traspase los productos con el mayor cuidado, a un balón aforado de 1 Lt, lavando varias veces la cápsula con agua destilada y permitiendo que el agua destilada llegue hasta la señal de enrase (1 Lt).
8. Agitar vigorosamente la solución
9. Transferir al respectivo frasco limpio y seco de almacenamiento

15.11.5 Cálculos

Para determinar la cantidad de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ requerida se necesita conocer:

Concentración de la solución a preparar = 0.1N

Volumen de la solución a preparar = 1000 ml

Entonces:

$$\text{g. Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O} = \frac{0,1 \text{ eq-g.}}{1 \text{ litro solución}} \times \frac{248,18 \text{ g}}{1 \text{ eq-gramo}} = 24.818 \text{ g. Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$$

15.12 PREPARACIÓN DEL DICROMATO DE POTASIO 0.25 N

15.12.1 Generalidades

1. La solución de dicromato de potasio es utilizado en la determinación de la demanda química de oxígeno en aguas residuales.
2. El dicromato de potasio se añade en exceso en la reacción de determinación del DQO. Después de la digestión de 2 horas, se mide el dicromato de potasio residual para determinar la cantidad consumida durante la oxidación de la materia orgánica.
3. Los productos una vez preparados, deben almacenarse perfectamente identificados en lugares frescos y oscuros.

15.12.2 Elementos, materiales y equipos

- ◆ Horno de calentamiento
- ◆ Cápsula de porcelana
- ◆ Pinzas para cápsula
- ◆ Desecador con sílica gel
- ◆ Balanza digital con precisión al miligramo
- ◆ Balón aforado de 1 Lt

15.12.3 Reactivos

- ◆ Dicromato de potasio R.A. (reactivo analítico)
- ◆ Agua destilada

15.12.4 Procedimiento analítico

1. En una cápsula de porcelana, introduzca aproxima-

damente 15 g de $K_2Cr_2O_7$

2. Secar en el horno de calentamiento a 250 °C durante 4 horas.
3. Transcurrido este tiempo, retire la cápsula del horno e introdúzcala en el desecador hasta total enfriamiento (aproximadamente 30 minutos).
4. Tarar en la balanza digital otra cápsula de porcelana limpia y seca
5. Pesar exactamente 12.259 g de $K_2Cr_2O_7$
6. Agregue aproximadamente 25 ml de agua destilada a la cápsula y disuelva el dicromato de potasio.
7. Traspase los productos con el mayor cuidado, a un balón aforado de 1 Lt, lavando varias veces la cápsula con agua destilada, y permitiendo que el agua destilada llegue hasta la señal de enrase (Lt).
8. Agitar vigorosamente la solución
9. Transferir al respectivo frasco limpio y seco de almacenamiento

15.12.5 Cálculos

Para determinar la cantidad de $K_2Cr_2O_7$ requerido se necesita conocer:

Concentración de la solución a preparar = 0.25 N

Volumen de la solución a preparar = 1000 Lt

$$g. K_2Cr_2O_7 = \frac{0.25 \text{ eq-g } K_2Cr_2O_7}{1 \text{ litro solución}} \times \frac{294.1838}{6 \text{ eq-g } K_2Cr_2O_7} = 12.259$$

15.13 SULFATO DE PLATA EN ÁCIDO SULFÚRICO

15.13.1 Generalidades

1. Esta solución es usada en la determinación de la demanda química de oxígeno (DQO) en aguas residuales.
2. El manejo del ácido sulfúrico concentrado, debe ser especialmente cuidadoso. No olvidar leer las recomendaciones sobre seguridad dados en los anexos 1 y 2.
3. Esta solución se debe empezar a usar 2 días después de preparada, tiempo que demora en disolverse el sulfato de plata.

15.13.2 Elementos, materiales y equipos

- ◆ Balanza digital
- ◆ Cápsula de porcelana
- ◆ Balón aforado de 1 litro
- ◆ Embudo de vidrio

15.13.3 Reactivos

- ◆ Sulfato de plata

- ◆ Ácido sulfúrico concentrado

15.13.4 Procedimiento analítico

1. Tarar una cápsula de porcelana limpia y seca .
2. Pesar 9.9 g de sulfato de plata a la mayor exactitud. Evitar tener contacto con este producto, en caso de ello, lavar abundantemente con agua.
3. Transfiera el producto totalmente al balón aforado de 1 litro, lavando varias veces en pequeñas porciones de ácido sulfúrico para asegurar que el reactivo haya pasado totalmente.
4. Completar con ácido sulfúrico concentrado hasta la señal de enrase (1 litro), tan lentamente como sea posible.
5. Agitar suavemente hasta disolver la totalidad del sulfato de plata
6. Almacenar la solución en un frasco ámbar, debidamente marcado *que debe mantenerse en un lugar fresco y oscuro.*

15.14 SOLUCIÓN DE SULFATO FERROSO AMONICAL (FAS) 0.25 N

15.14.1 Generalidades

1. El sulfato ferroso amoniacal (FAS) es utilizado para titular el dicromato de potasio, que no se oxidó en la determinación de la demanda química de oxígeno.
2. Es aconsejable preparar cantidades apropiadas de FAS, teniendo en cuenta que este producto se oxida rápidamente. Se aconseja no preparar cantidades mayores a 250 ml
3. Este reactivo se debe valorar el día en que se vayan a realizar las determinaciones de la demanda química de oxígeno, según el procedimiento

15.14.2 Elementos, materiales y equipos

- ◆ Balón aforado de 250 ml
- ◆ Balanza digital con precisión al miligramo
- ◆ Pipeta graduada de 5 ml
- ◆ Cápsula de porcelana

15.14.3 Reactivos

- ◆ Sulfato ferroso amoniacal (FAS)
- ◆ Ácido sulfúrico concentrado
- ◆ Agua destilada

15.14.4 Procedimiento analítico

1. En la boca del balón aforado de 250 ml, se hace un

cono con papel aluminio que haga las veces de embudo.

2. Tarar el balón aforado con el papel aluminio
3. Pesar 24.500 g. de sulfato ferroso amoniacal a la mayor exactitud.
4. Lavar el producto con agua destilada, permitiendo que el agua y el reactivo escurran dentro del balón.
5. Disolver la totalidad del reactivo.
6. Medir 5 ml de ácido sulfúrico concentrado al 98 % agregarlos al balón aforado, por las paredes del mismo.
7. Completar con agua destilada hasta la señal de enrase
8. Mezclar suavemente.
9. Valorar esta solución según el procedimiento recomendado.

15.14.5 Cálculos

Para determinar las cantidades de productos a usar se recomienda basarse en el siguiente cuadro.

Estas cantidades de reactivos, son las necesarias para preparar el sulfato ferroso amoniacal 0.25 N.

15.15 VALORACIÓN DEL SULFATO FERROSO AMONIACAL (FAS) 0.25 N

15.15.1 Generalidades

1. Esta valoración debe realizarse el día en que se vayan a realizar determinaciones de la demanda química de oxígeno.
2. Se ha observado experimentalmente que una solución de FAS puede llegar a tener una vida útil de 1 - 2 meses, tiempo durante el cual va disminuyendo paulatinamente la concentración a la que fue preparada.
3. Todos los reactivos que se usen en la valoración del FAS deben provenir de los mismos frascos que se usan para realizar los montajes de demanda química de oxígeno del día.

15.15.2 Elementos, materiales y equipos

- ◆ Bureta de 25 ml de capacidad
- ◆ Erlenmeyer de 250 ml
- ◆ Probetas de 100 ml
- ◆ Pipeta aforada de 10 ml

15.15.3 Reactivos

- ◆ Dicromato de potasio 0.25 N
- ◆ Ácido sulfúrico concentrado
- ◆ Agua destilada
- ◆ Solución de sulfato ferroso amoniacal a valorar

15.15.4 Procedimiento analítico

1. Tomar un erlenmeyer de 250 ml limpio y seco.
2. En una pipeta aforada medir 10 ml de solución de dicromato de potasio 0.25 N y depositarlos en el erlenmeyer.
3. Medir 60 ml de agua destilada con una probeta y agregarlos al erlenmeyer.
4. En otra probeta medir 30 ml ácido sulfúrico concentrado al 96% y agregarlos al erlenmeyer, dejándolo caer por las paredes del mismo.
5. Dejar enfriar hasta la misma temperatura en la cual se realizaron las valoraciones de la demanda química de oxígeno.
6. Agregar 2 o 3 gotas de ferroina.
7. Llenar la bureta con la solución FAS a valorar.
8. Titular gota a gota hasta el cambio de verdoso a café-rojizo.
9. Registrar el volumen de FAS consumido.

15.15.5 Cálculos

Para determinar la normalidad del FAS preparado aplicar la siguiente relación.

$$\text{Normalidad FAS} = \frac{0.25 \times 10 \text{ ml Dicromato de potasio}}{\text{ml de FAS consumidos}}$$