



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO
ESCUELA NACIONAL DE CIENCIAS QUIMICAS

"DETERMINACION DEL CONTENIDO DE
CALCIO, SODIO Y POTASIO DEL AZUCAR
DE CAÑA COMERCIAL PRODUCIDO EN
LA ZAFRA 1956-1957. EN LA REPUBLICA
MEXICANA"

TESIS PROFESIONAL

SILVIA CATANO CALATAYUD

MEXICO, D. F.

1958



Universidad Nacional
Autónoma de México



UNAM – Dirección General de Bibliotecas

Tesis Digitales

Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©

PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

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

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

ESCUELA NACIONAL DE CIENCIAS QUIMICAS

U.N.A.M.

"DETERMINACION DEL CONTENIDO DE
CALCIO, SODIO Y POTASIO DEL AZUCAR
DE CAÑA COMERCIAL PRODUCIDO EN
LA ZAFRA 1956-1957, EN LA REPUBLICA
MEXICANA"

T E S I S

Que para obtener el título de:
QUIMICO FARMACOBIOLOGO
.. p r e s e n t a :
SILVIA CATANO CALATAYUD

MEXICO, D. F.

1958



A mis Padres con admiración y cariño.

A mis hermanos.

A Sonny.

*Con agradecimiento y estimación al Sr.
Q. B. P. Javier de la Mora, por su
valiosa ayuda.*

*Al Sr. Ing. Quím. Pablo Hope
por su acertada dirección.*

Al Sr. Ing. Quím. Roberto Gálvez.

Al Sr. Ignacio López Negrete.

I.- INTRODUCCION.

En toda industria el producto terminado está sujeto a ciertas - normas; en el caso particular del azúcar de caña la regulación o inspección la realiza la Secretaría de Economía, a través de un Laboratorio especializado.

Las determinaciones que sirven para definir la calidad de un - azúcar son: polarización, color, humedad y cenizas. Los valores de las cenizas que determinan las distintas calidades son: refinado, máximo 0.04%; standard blanco, máximo 0.20%; mascabado, más de 0.20%.

El objeto de este trabajo es estudiar las cenizas, no como un - conjunto de substancias minerales que quedan en el azúcar después del proceso a que se sujeta al guarapo o jugo de caña para obtenerla, sino desde el punto de vista de la composición de las mismas, determinando cuantitativamente los 3 elementos que probablemente se encuentran en mayor proporción: el sodio, el potasio y el calcio; relacionando los resultados con - la posición geográfica del ingenio de donde proviene el azúcar, la variedad de caña usada, la composición del suelo de cultivo, los fertilizantes y los procesos que se hayan usado que son los factores que más influyen en la cantidad de cenizas y en la proporción de sus componentes.

Otro fin que se persigue en este trabajo es establecer, como un procedimiento de rutina, la determinación de dichos elementos en el azúcar de caña, para su regulación en el laboratorio anteriormente citado con fines de normalización.

El principal inconveniente que había para la dosificación de estos elementos era lo laborioso de los métodos. Ahora que se dispone de los espectrofotómetros de flama, este inconveniente se ha eliminado por completo.

En la mayoría de los estados de la República Mexicana (fig. I) se puede cultivar la caña de azúcar, la cual sólo alcanza su madurez en las áreas que quedan dentro de la zona tropical a altitudes variables, desde el nivel del mar hasta los 1350 m; las zonas cañeras de Culiacán y los Mochis son las únicas en el país que quedan fuera del trópico y se extienden hasta los 26° de latitud norte (7).

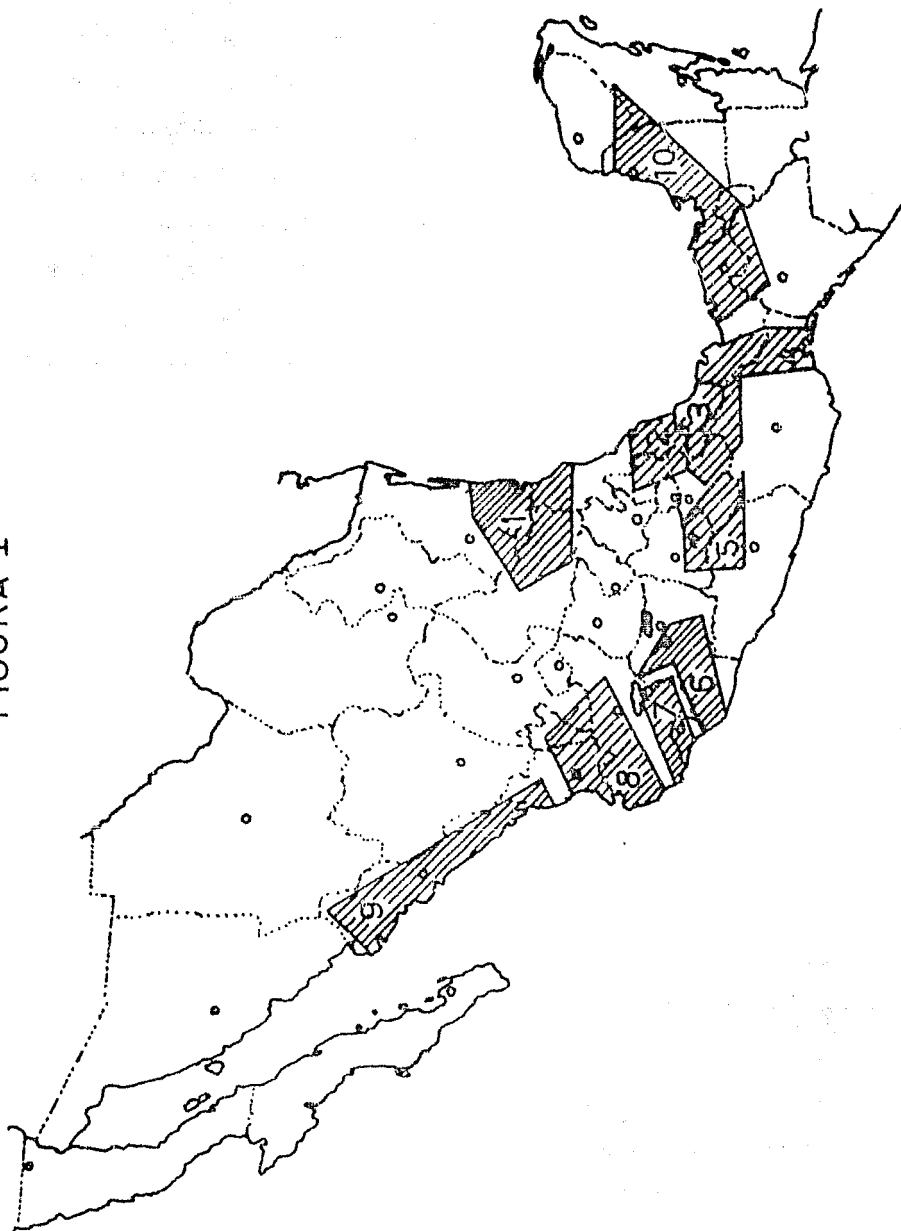
Desde hace algunos años se hizo la distribución de las áreas de cultivo de caña para la industria azucarera y se formaron varias regiones cañeras de las que dependen varias zonas. Los linderos que se trazaron fueron límites fisiográficos sin especificar la extensión que abarca cada región y sin indicar la extensión actual de cultivo.

Los ingenios de la República Mexicana, además de usar distintos procesos, extraen el azúcar de diferentes variedades de caña, las que se seleccionan por alguna cualidad particular como la riqueza en sacarosa, la resistencia a las enfermedades, la época de madurez, sus cualidades para la molienda, su valor como combustible, su color, etc.

La composición de las sustancias minerales en el guarapo varía constantemente aún en el mismo ingenio, porque los lotes de caña que entran a éste, provienen de diferentes zonas de cultivo, con distintos tipos de suelo. Ahora bien, dependiendo del proceso, estas sustancias son eliminadas en mayor o menor grado.

De hecho, las sustancias que aparecen en el producto final, el azúcar, tienen su origen en las sustancias que se usan en la purificación y en las sustancias minerales del suelo y de la caña.

FIGURA I



Para comparar la composición de los diferentes tipos de suelo de los principales ingenios se indican los análisis físicos y químicos de algunas tierras típicas donde se cultiva la caña, con el fin de poder encontrar alguna relación entre la composición de las cenizas y las características del suelo (Tabla # I).

Los datos referentes a los suelos fueron proporcionados por el Laboratorio Agrológico de la Secretaría de Agricultura.

El potasio y el calcio no se indican como tales sino que se transforman a sulfatos correspondientes para poderlos comparar con las cenizas sulfatadas.

El cloruro de sodio y el carbonato de sodio también se transforman a sulfatos para poder expresar el contenido total de sodio como sulfato de sodio.

Los valores que interesan para relacionarlos con los encontrados en este trabajo son específicamente los de sodio, potasio y calcio; los demás se incluyen aunque no tengan en este caso relación directa con él.

Por lo que respecta al proceso de obtención del azúcar, es muy semejante en los diferentes ingenios de la República, variando como es natural con el tipo de equipo que tengan y así la diferencia más notable es entre los ingenios con refinería y los que no la tienen.

En resumen se siguen los siguientes pasos:

Primero la caña es transportada hasta el batey del ingenio, se pasa a su interior por medio de un transportador de banda donde unas cuchillas empiezan por romper las fibras de la caña. De aquí la caña entra a una desmenzadora compuesta de dos masas ramadas que reducen la caña a fragmentos pequeños y de ahí pasa por un juego de molinos (generalmente 5 o 6) compuestos de tres masas con estrías.

El jugo o guarapo extraído por los molinos cae directamente a un tanque y a partir del 3º o 4º molino se agrega agua al bagazo (agua de inhibición) que puede o no estar tratada, la cual es expulsada en los siguientes molinos y así se extrae la mayor cantidad de azúcar de la caña. El bagazo en algunos ingenios se usa como combustible y en algunos otros para la fabricación de papel.

El guarapo una vez colado por talas perforadas o coladores vibratorios para eliminar parte del bagacillo, se bombea a la casa de cocimientos, se sulfita en frío con una corriente de anhídrido sulfuroso hasta un pH de 4 a 5 y después se alcaliza con lechada de cal de mas o menos 10°Bé hasta un pH de 8 a 8.5; enseguida se calienta el líquido hasta la temperatura de ebullición y se envía a un decantador (clarificador) de tipo continuo, en este aparato el guarapo clarificado sale por la parte superior mientras que en la parte inferior queda un precipitado formado por productos orgánicos e inorgánicos, estos últimos formados como consecuencia del encalado por la precipitación de los fosfatos que originalmente contiene la caña, o bien agregados al jugo cuando su contenido original es bajo en fosfatos. Las impurezas finas insolubles que han logrado pasar al clarificador se eliminan en filtros continuos al vacío (filtros Oliver) o bien a través de filtros prensa. El producto insoluble que sale de estos aparatos se llama cachaza y es actualmente un desperdicio del procedimiento, aunque tiene grandes posibilidades de industrializarse.

El jugo clarificado y caliente se envía para ser concentrado hasta 60° Brix en un equipo de evaporadores de múltiple efecto de donde sale un producto llamado meladura, que se bombea hasta los evaporadores al vacío de tipo intermitente, denominados tachos, donde se concentra la meladura hasta formar el grano (cristal) y hacerlo crecer hasta determinado tamaño. Para -

iniciar la cristalización de las meladuras que están sobresaturadas se emplea azúcar sólido que se le llama semilla.

El contenido de los tachos (templa A) se vacía en las canastas - de las centrifugas que a alta velocidad permiten la salida de la miel, pero no del cristal; durante esta operación de centrifugación se añaden pequeñas cantidades de agua con el objeto de eliminar la mayor parte de miel, pero no tanto que disuelva el cristal formado.

La miel que sale de las centrifugas se retorna a los tachos. Esto da origen a templas cada vez de menor calidad (B, C y a veces D). A medida que se va introduciendo a los tachos las mieles que salen de las centrifugas, generalmente en el cuarto retorno, la miel que se obtiene es incristalizable y es otro subproducto del proceso.

En los ingenios en que se produce azúcar refinada se redissuelven los azúcares crudos salidos de las centrifugas en agua caliente, dando un licor llamado de fundición o crudo de 60° Brix que se pasa a un tanque donde se le agrega lechada de cal y ácido fosfórico, produciéndose un precipitado de fosfato de calcio gelatinoso que arrastra otras impurezas y que por ser menos denso que el licor, flota en la superficie como espuma, de donde se elimina por medio de paletas.

En los ingenios donde el contenido de sales minerales del licor es muy alto en lugar de usar cal se usa una solución concentrada de hidróxido de sodio para no aumentar el contenido de iones calcio.

El licor clarificado se trata con carbón activado para decolorarlo, el que luego se elimina haciendo pasar el licor a través de filtros continuos.

El licor así refinado se envía a los tachos donde se cristaliza el azúcar, de ahí pasa a las centrifugas, de éstas a los secadores rotativos y por último al envase.

En resumen las substancias que se usan generalmente en la purificación del azúcar son: anhídrido sulfuroso, ácido fosfórico, sosa y carbón.

TABLA No. I
ANÁLISIS DE SUELOS TIPO.

	El Mante.		Xicotencatl.		La Concepción.		El Modelo.	
	S.	ss.	S.	ss.	S.	ss.	S.	ss.
	R	Mr	R	E	R	R	Ma	R
Textura								
Na ₂ CO ₃ %	0.00	0.00	0.02	0.06	0.03	0.04	0.01	0.00
NaCl%	0.01	0.03	0.02	0.01	0.01	0.01	0.02	0.01
Na ₂ SO ₄ %	1.23	0.13	0.05	0.00	0.00	0.00	T	0.00
Na total expresado en sulfatos ppm.	12420	1660	1000	920	520	650	370	120
Materia orgánica %	4.27	1.62	3.87	1.20	5.18	3.75	5.75	2.18
N total %	0.809	0.245	0.158	0.035	0.188	0.140	0.218	0.031
P ppm.	10	6	6	10	83	83	28	28
K expresado en sulfatos ppm.	749	189.5	256	189.5	749	749	749	223
Ca soluble expresado en sulfatos ppm.	4675	4675	4675	4675	1375	1375	5610	4675
Mg ppm.	14	14	28	21	14	14	42	28
Mn ppm.	T	T	T	T	21	14	10	10
pH.	6.84	7.40	7.03	7.53	6.20	5.91	7.4	7.85

ABREVIATURAS:

S. Suelo.
ss. Sub-suelo.

R. Arcilla.

Mr. Migajón arcilloso.

Ma. Migajón arenoso.

Ma. Migajón arcilloso arenoso.

	Motzorongo.		El Potrero.		Calipam.		San Pedro.		San Martín Cocula.		Padernales.	
	S.	ss.	S.	ss.	S.	ss.	S.	ss.	S.	ss.	S.	ss.
Textura	R	R	R	R	R	R	Mra	Mra	R	R	Mra	Ra
Na ₂ CO ₃ %	0.00	0.01	0.00	0.02	0.02	0.01	0.00	0.00	0.04	0.06	0.00	0.00
NaCl%	0.02	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.005	0.002	0.01	0.01	0.02	0.01
Na ₂ SO ₄ %	0.06	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.004	0.001	T	T	0.06	0.06
Na total expresado en sulfatos ppm.	840	250	120	360	800	250	107	34	650	930	640	720
Materia orgánica %	7.13	1.99	5.08	2.10	4.10	3.05	6.96	8.17	2.84	2.62	2.15	3.71
H total %	0.350	0.090	0.16	0.07	0.166	0.109	0.30	0.35	0.094	0.074	0.13	0.09
P ppm.	110	83	21	28	42	42	55	28	28	28	42	42
K expresado en sulfatos ppm.	749	190	256	189	749	625	780	780	-189	-189	749	749
Ca soluble expresado en sulfatos ppm.	2810	1190	3740	2810	4675	3740	4675	3740	4675	3740	3740	4680
Mg ppm.	21	21	28	42	28	28	12	9	14	14	21	28
Mn ppm.	10	T	21	21	3	T	6	5	T	T	5	3
pH	4.46	5.00	6.90	6.67	6.66	6.90	7.33	6.80	7.20	7.60	6.65	6.65

	Tamasula.		Tala.		Estipac.		Los Mochis.		El Dorado.		El Roble.	
	S.	ss.	S.	ss.	S.	ss.	S.	ss.	S.	ss.	S.	ss.
Textura	Mr	Mra	Mr	Mr	R	R	Mr	R	Mr	Mr	Mr	Mr
Ca ₂ CO ₃ %	0.00	0.01	0.04	0.04	0.04	0.04	0.07	0.05	0.04	0.08	0.03	0.03
CaCl ₂ %	0.02	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.02	0.01
Ca ₂ SO ₄ %	0.00	0.01	0.00	0.00	0.00	0.01	T	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
Ca total expresado en sulfatos ppm.	240	350	650	650	650	650	1060	790	650	1190	640	520
Materia orgánica %	1.53	1.65	2.48	1.03	1.42	2.43	2.10	0.98	0.58	1.79	1.82	1.39
N total %	0.06	0.02	0.10	0.09	0.01	0.06	0.113	0.056	0.033	0.084	0.060	0.069
P ppm.	42	42	10	14	10	10	110	110	42	55	110	83
K expresado en sulfatos ppm.	625	625	509	749	366	256	749	749	749	749	749	256
Ca soluble expresado en sulfatos ppm.	2810	3740	3740	1190	3740	4675	3740	3740	3740	3740	5610	4675
Mg ppm.	42	28	28	28	14	28	14	14	21	28	28	21
Mn ppm.	T	3	3	5	6	5	5	6	3	6	5	10
pH.	6.99	7.05	6.90	6.50	7.72	7.45	6.81	6.66	6.91	6.68	6.70	6.85

II.- GENERALIDADES.

Las cenizas o contenido de substancias minerales del guarapo es variable y Spencer (8) encontró que en Cuba fluctuaba entre 0.25 y 0.60% del mismo.

La composición de las cenizas es también variable, estando constituidas por diversas substancias en diferentes proporciones según la región de cultivo, variando también de un año a otro.

Los análisis de la caña de Misiana dieron los siguientes resultados (Ague y Halligan) (2).

TAULA NO. II

	Baja %	Tallo %	Hojas %	Semilla %	
Agua	68.79	74.96	74.38	11.03	
Cenizas	1.87	0.64	2.23	5.22	
Cenizas sobre base seca	6.00	2.56	8.69	5.90	
Grasas y Cera	0.54	0.38	0.69	2.01	
Substancias Nitrogenadas . . .	1.59	0.58	1.70	8.47	
Fibra {	Celulosa Cruda	9.58	4.86	9.18	25.51
	Pentosanas	7.04	3.04	5.49	26.56
	Lignina	4.25	2.14	4.13	21.50
Asúcaros	6.34	13.40	2.20	- -	

En la caña de Hawaii, Maxwell (2) encontró 3.2% de cenizas en el tallo y 9.2% en las hojas y Popp (2) en trabajos recientes encontró 4.05% de cenizas en el tallo y 8.25% en las hojas, ambos calculados sobre materia seca.

Schlegel y Weber (8) examinando azúcares de 18 países representativos del 68.6% de la producción mundial de azúcar de caña, encontraron la siguiente composición de las cenizas.

K ₂ O		32.35 %
Na ₂ O		2.03 %
CaO		15.94 %
MgO		4.37 %
Fe ₂ O ₃ + Al ₂ O ₃		3.23 %
SiO ₂		6.58 %
P ₂ O ₅		3.89 %
SO ₃		10.19 %
Cl		2.82 %
CO ₂		19.42 %
		100.82 %

Deer (8) encontró que el constituyente de la ceniza que se encuentra en mayor proporción es el potasio, hallándose presentes también calcio, sodio, magnesio y huellas de hierro que se encuentran combinados con los ácidos orgánicos y con los ácidos sulfuroso, sulfúrico, silícico, fosfórico y alcohólico.

La espectroscopía se ha venido desarrollando desde que Newton en 1666 observó que la luz blanca al pasar a través de un prisma, se dispersa en un espectro debido al fenómeno de la refracción. Por espectro se entiende el ordenamiento de las radiaciones de acuerdo con su longitud de onda.

La refracción interviene en un gran número de fenómenos que han atraído la atención del hombre: el cintilar de las estrellas, el arco iris y los espejismos son algunas de las manifestaciones naturales de la refracción, que es la desviación que sufren los rayos de luz al pasar oblicuamente a través de materiales transparentes de densidad variable (4).

La ley que define la refracción de la luz fue formulada en 1620. Los experimentos de Snell revelaron que la relación entre el seno del ángulo de incidencia y el de refracción de un rayo de luz es una constante, - cuando el rayo pasa a través de dos sustancias transparentes homogéneas. Esta relación de los senos, que es constante para una longitud de onda dada, se llama índice de refracción del segundo medio cuando el primer medio es el vacío y se representa por el símbolo n .

El índice de refracción de las sustancias depende de la naturaleza intrínseca del material y de la longitud de onda de la luz.

En una longitud de onda determinada a la cual la sustancia es transparente, el índice de refracción aumenta con la disminución de la longitud de onda. En espectroscopía interesa el fenómeno de refracción de la luz porque da el medio para separar de un haz de rayos luminosos sus diferentes longitudes de onda.

Al pasar oblicuamente un haz de rayos luminosos a través de una placa plano paralela no sufre una desviación angular sino sólo un desplazamiento paralelo. Si el medio refractante es un sólido cuyas caras planas no son paralelas, ocurre una desviación angular del rayo y su descomposición en las distintas longitudes de onda que lo formaban. La forma geométrica de uso más común como sustancia refractante es un prisma triangular recto o equilátero. En algunos aparatos de desviación constante se emplea un prisma de sección cuadrilátera (6).

Wollaston y Fraunhofer (1) observaron que las fuentes de luz tales como el sol, no son homogéneas pues contienen regiones espectrales claras y oscuras.

Fraunhofer midió las líneas oscuras del espectro e indicó las más importantes por letras; este sistema de nomenclatura se usa todavía, tal como la raya D ($5893 \text{ \AA}$) o amarilla, que corresponde al sodio.

Estas líneas oscuras en el espectro solar son debidas a la absorción de las radiaciones continuas por los vapores de los elementos en la superficie del sol.

Wollaston y Herschel (1) usaron la flama de la lámpara de alcohol en sus investigaciones de las líneas brillantes que son visibles en los espectroscopios de prismas.

Se considera a Talbot (4) como el fundador del análisis espectroscópico, porque lo introdujo en 1834 en un estudio del espectro de flama del litio y del estroncio.

Las primeras aplicaciones prácticas de la espectroscopia fueron cualitativas y son aún las que mejor se conocen; ahora se han desarrollado técnicas cuantitativas y la espectroquímica cuantitativa ha ganado gran aceptación.

Se sabe que los átomos excitados emiten luz de una longitud de onda definida y que la dispersión de esta luz con un prisma, por ejemplo, produce un espectro que es característico de un átomo o molécula (fig. II).

Los átomos o moléculas pueden ser excitados por aplicación de energía en forma de calor o electricidad.

La forma general en que los átomos adquieren energía suficiente para emitir radiaciones es a través de colisiones no elásticas con otros átomos, moléculas o iones.

Proveer este movimiento rápido de las partículas es una de las dos funciones principales de la fuente de luz espectroscópica. La otra función es dar suficiente energía a los átomos en su estado sólido, para vaporizarlos. Es difícil separar las dos fases del proceso, volatilización y excitación, pero es suficiente considerarlas como sucesos diferentes.

Fundamentalmente hay tres clases de fuente excitante.

- 1.- El modo de obtener excitación a menor temperatura es usando una flama, que produce de 1000-3000°C.
- 2.- Para temperaturas mayores se puede usar el arco eléctrico en el cual se pueden obtener de 3000-6000°C.
- 3.- Para temperaturas aún mayores se puede usar la chispa.

La energía liberada en la reacción química de los hidrocarburos con el oxígeno (flama) hace que las moléculas de anhídrido carbónico, agua, nitrógeno y oxígeno adquieran altas velocidades (4). Las colisiones entre tales moléculas y los átomos de los metales alcalinos o sus compuestos dan la energía suficiente para excitarlos.

Como se dijo anteriormente, la desventaja de la flama es que da baja temperatura y en consecuencia excita a los metales alcalinos y a otros elementos alcalinos pertenecientes a las tierras raras y en total, sólo 25

elementos emiten espectro al ser excitados por la flama, pero su sensibilidad es comparativamente baja en la mayoría de los casos. Esta desventaja se convierte en ventaja, cuando se desean determinar substancias fácilmente excitables en presencia de grandes cantidades de material de alto potencial de excitación.

Una de las principales ventajas del uso de una flama es su alto grado de constancia y facilidad para reproducir resultados análogos satisfactorios, para lo cual basta ajustar las velocidades de flujo de los gases comburentes y combustible.

En el espectrofotómetro de flama el análisis cuantitativo se basa en que la intensidad del color que le imparten a la flama los elementos capaces de ser excitados por ella, es proporcional a la concentración de dichos elementos en la solución y a su velocidad de alimentación dentro de la flama.

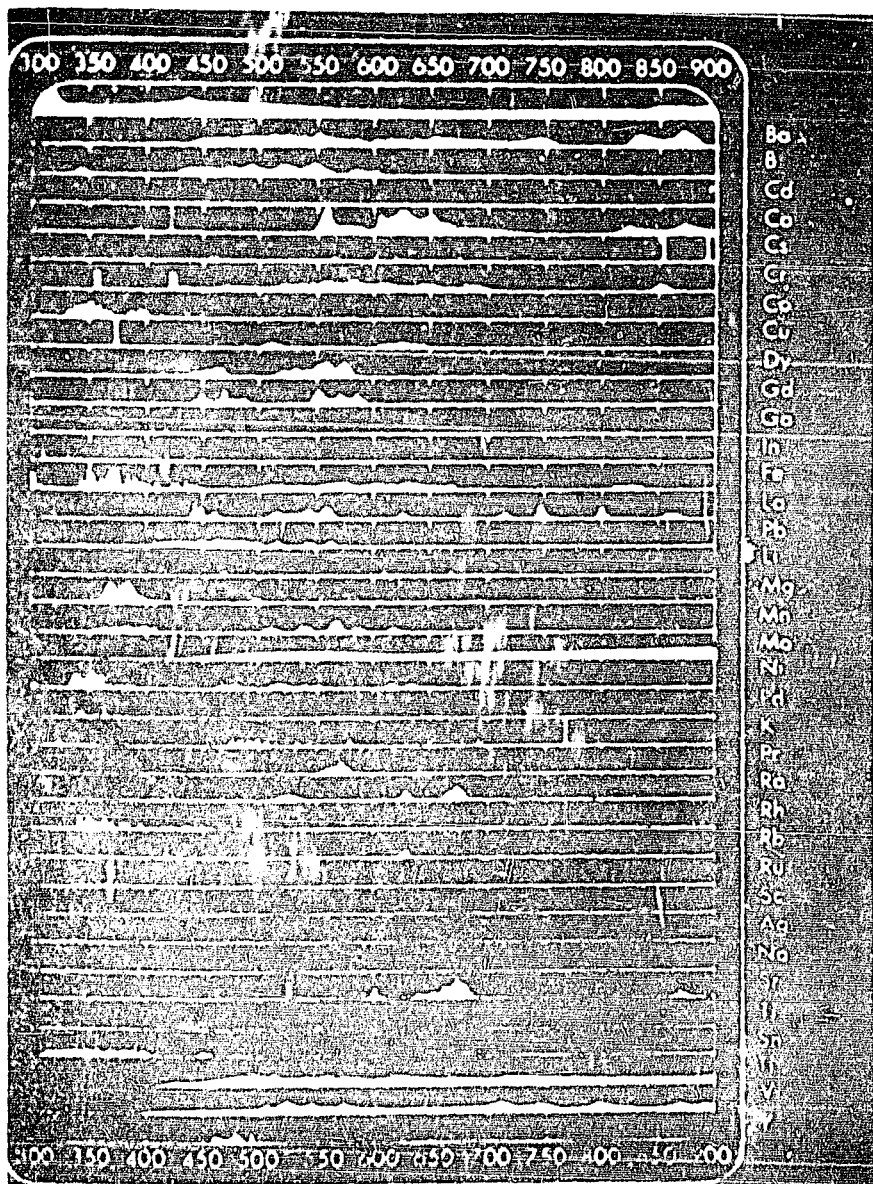
Se han descrito dos métodos espectrométricos básicos usando la flama como fuente de excitación: El procedimiento popularizado por el botánico sueco Lindergerdh (4) y el método de combustión del papel de Ramage - recomendado por Steward y Harrison (4).

El método de Lindergerdh consiste en asperjar dentro de la flama la solución problema y es el que se va a utilizar en este estudio.

El método de combustión del papel consiste en quemar un rollo - pequeño de papel filtro que ha sido impregnado con la solución que va a ser analizada.

Los aparatos usados actualmente permiten determinar con bastante exactitud los elementos que tienen espectro de emisión, midiendo por medio de celdas fotoeléctricas o fototubos, la cantidad de luz emitida por dichos elementos en una determinada zona de su espectro.

FIGURA II



III.- APARATOS.

Descripción del espectrofotómetro de flama.

Se trabajó con un espectrofotómetro de flama Purkin Elser, modelo 52 C que consta esencialmente de tres secciones:

A).- Sistema aspersor y mechero.

Una compresora suministra el aire que una vez regulado a una presión de 0.7 Kg/cm^2 pasa al aspersorio propiamente dicho (fig. IV). La solución es asperjada al caer por el capilar de embudo (IV-1). La parte gruesa del asperjado cae por la trampa (IV-2) hasta el drenaje, mientras que las partículas finas pasan hasta el mechero a través de las perforaciones de su collar (III-9). El mechero está construido con acero inoxidable.

Se puede usar indistintamente propano-butano o acetileno con el mismo mechero cambiando la boquilla y usando un tubo reductor especial para el acetileno.

El combustible es suministrado por un tanque y pasa hasta la base del mechero una vez regulado a una presión de 0.25 Kg/cm^2 .

En la parte superior del mechero va colocado un reflector y una chimenea de vidrio Pyrex que evita se caliente al resto del aparato, dando además estabilidad a la flama.

B).- Sistema Óptico.

Dentro de la caja principal está colocado el sistema óptico que consiste principalmente de : dos prismas (III-10) que descomponen la luz que proviene del mechero y que pasa por una rendija (III-11), un espejo (III-12) colocado enseguida, refleja el 75% de la luz hasta los fototu-

bos de medida (III-14), intercalada hay una pantalla (III-13) con una rendija, que se puede mover desde el exterior para seleccionar la longitud de onda que se desea, según el elemento que se vaya a determinar; el otro 25% de la luz pasa a través de una rendija fija (III-15) que selecciona la longitud de onda de emisión del litio, la cual pasa hasta otro fototubo de medida (III-16).

C).- Sistema Electrónico.

La luz que llega a los fototubos es transformada en una señal electrónica que una vez amplificada provoca la desviación de la aguja del galvanómetro colocado en la parte frontal del aparato.

El sistema electrónico es alimentado con corriente alterna de 115 volts, 50 ciclos a través de un regulador de voltaje.

En la parte frontal del aparato están las manijas que sirven para su manipulación.

En la fig. III se tiene:

Una manija para seleccionar la longitud de onda - 1 -

Dos manijas concéntricas - 2 - de ajuste grueso y fino respectivamente, del galvanómetro - 3 -

Dos manijas que mueven los reostatos para el balanceo interno del circuito - 4 y 4' -

Un disco graduado de 0 a 100 a intervalos iguales, que se usa únicamente en el método del tipo interno - 5 -

Fundamento.-

El espectrofotómetro de flama es un instrumento de comparación ya que las lecturas obtenidas en el medidor son función de la luz emitida por las muestras al ser excitadas en la flama y para transformar estas lecturas en valores de concentración es necesario calibrar el aparato con soluciones

de concentración conocida.

La intensidad de la luz emitida depende de muchos factores como son: la presión del aire y del gas, la viscosidad de las muestras, la cantidad de muestra asperjada, etc. Estos factores generalmente ejercen efectos depresores sobre las lecturas, los cuales se pueden disminuir pero no eliminarlos completamente.

La aplicación más simple del espectrofotómetro de flama es medir la intensidad de la luz emitida por el elemento problema y compararla con la luz emitida por una solución de concentración conocida, este es el método de intensidad directa, que tiene el error de considerar que la cantidad de solución asperjada es constante, que la presión del aire y del gas combustible es siempre la misma y por lo tanto la temperatura de la flama no varía; estas fuentes de error hacen que la exactitud del método sólo sea de 2.3% (5) mientras que con el método del tipo interno se obtiene una exactitud de 1% (5). Este método consiste en añadir a las muestras por analizar y a las soluciones tipo de concentración conocida, la misma cantidad de un elemento no presente en el problema: el litio. La luz emitida por el elemento problema llega a un fototubo, mientras que la emitida por el tipo interno (Li) es registrada por otro y la medida del primero se hace en función del segundo.

La señal electrónica producida por la luz que emite el elemento por determinar se balancea con la correspondiente a la del litio con un potenciómetro, determinando la relación que existe entre el problema y el litio y así las variantes antes mencionadas afectan al tipo interno y al problema en una relación que tiende a mantenerse constante con lo que se disminuyen las posibilidades de error.

Para las determinaciones de sodio y potasio se utilizan respeg

tivamente las longitudes de onda de $5990 \text{ \AA}$ y $7665 \text{ \AA}$ usando propano como combustible. No se recomienda usar acetileno.

Para la determinación de calcio se puede hacer uso de las longitudes de onda de $4226 \text{ \AA}$ con acetileno o $6162 \text{ \AA}$ con propano.

Descripción del aparato Leeds & Northrup para medir la conductividad de soluciones de azúcar.

Consta de una caja que contiene el circuito necesario para medir la conductividad de las soluciones (fig. V). En el costado izquierdo está la entrada de corriente de la red, 110 V, 50 ciclos (V-11).

Al frente tiene dos discos concéntricos (V-9 y 10) uno para fijar la "constante de la celda", valor que es necesario encontrar para cada celda, esta calibración se hace por una sola vez con una solución de cloruro de potasio, de acuerdo con las instrucciones del fabricante; el otro disco sirve para compensar el circuito según sea la temperatura de las soluciones problema.

En la parte superior de la caja se tienen: un galvanómetro (V-5), un reóstato graduado de 1 a 12 en vigésimos (V-2) que da los valores numéricos de la conductividad de las soluciones; cinco bornes marcados 1, 10, 100, 1000 y 10000 (V-6) valores que multiplican el número señalado por el reóstato, según sea la conductividad de la solución problema, una clavija móvil (V-7) que sirve para conectar el borne adecuado, con el resto del circuito, dos tornillos con tuerca colocados en la esquina posterior derecha (V-3 y 4) que reciben los alambres para conectar el aparato a los electrodos (V-12) y junto a los cinco bornes mencionados primero, el botón de un interruptor (V-8) que es necesario oprimir mientras se están haciendo las medidas de conductividad.

La pieza de plástico que sirve de soporte a los electrodos (V-14)

se introduce en una probeta especial de vidrio (V-13), que contiene la solución por analizar.

FIGURA III

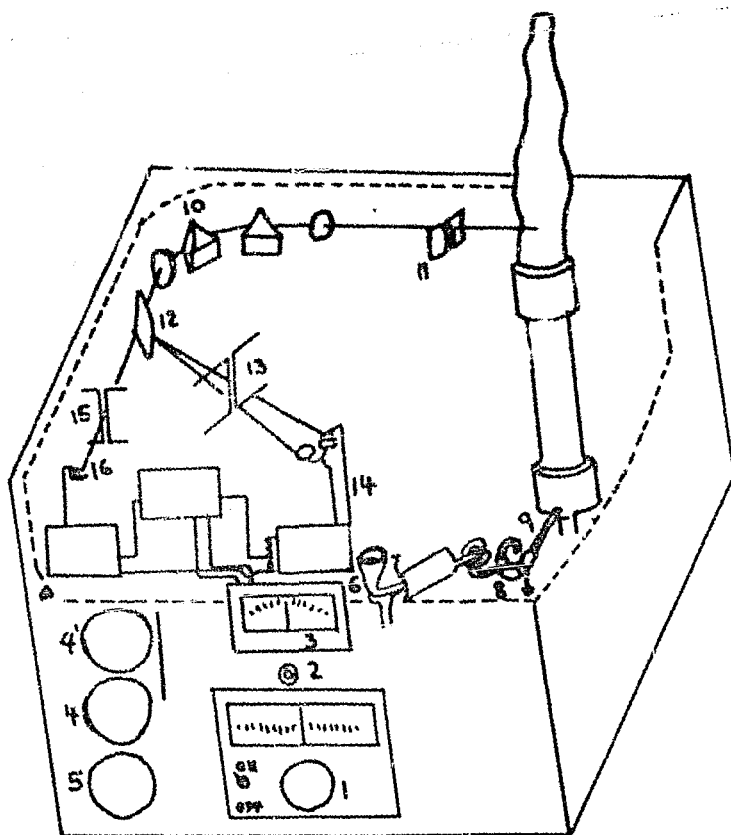


FIGURA IV

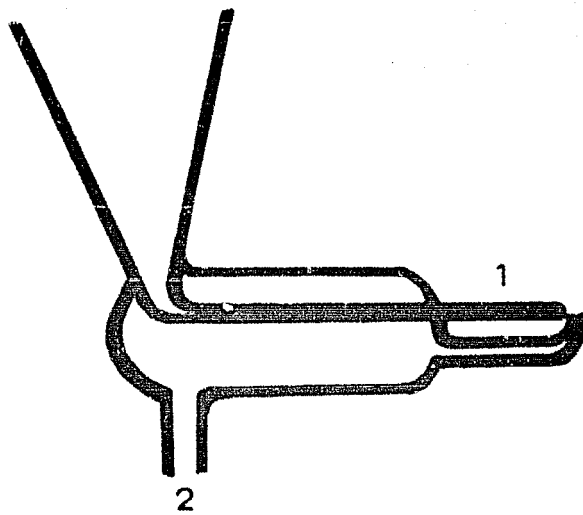
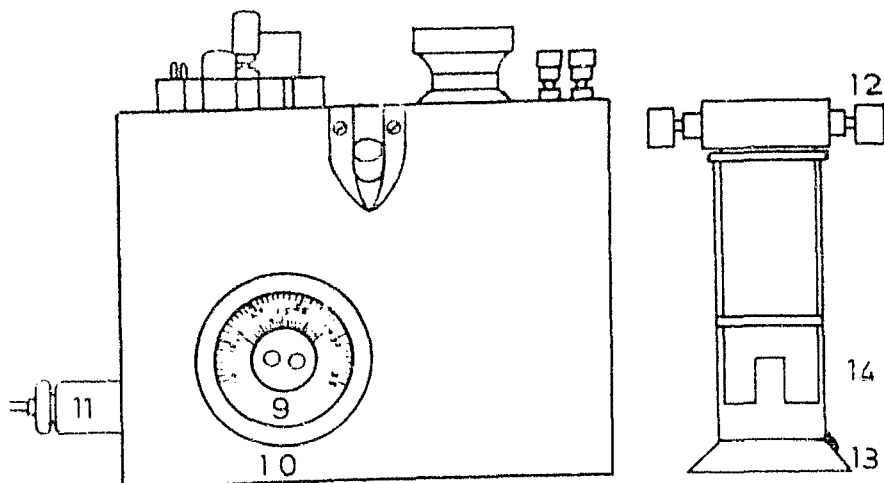
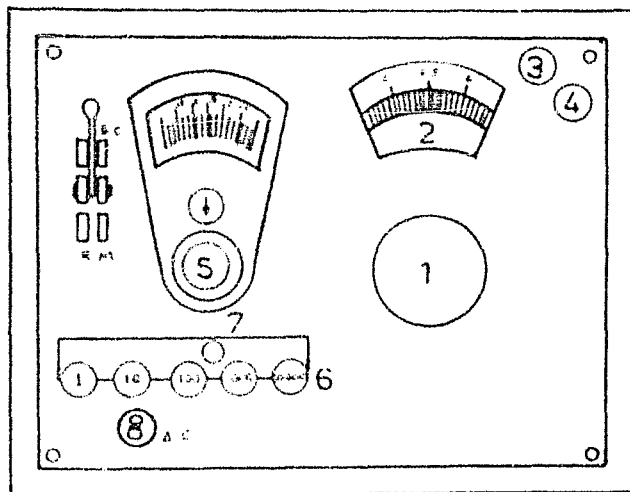


FIGURA V



IV.- PARTE EXPERIMENTAL.

Métodos.-

La determinación de las cenizas totales se hizo por dos métodos: gravimétrico y conductimétrico.

Método gravimétrico de cenizas sulfatadas.- Pesar 5.000 g de azúcar en un crisol de porcelana Coors No. 2 o su equivalente, a peso constante (500-550°C) añadir 1 ml de ácido sulfúrico Q.P., dejar que el azúcar se carbonice espontáneamente y a continuación calentar en la mufia al rojo oscuro (500-550°C) hasta la oxidación de todo el carbón. Enfriar y pesar.

$$\text{Cenizas sulfatadas } \% = \frac{\text{peso de las cenizas} \times 100}{\text{peso de la muestra en g.}}$$

$$= \text{peso en g de las cenizas} \times 20$$

Método conductimétrico.- Pesar 5.00 g de azúcar, disolver en agua destilada libre de bicrudo de carbono, que no de en el aparato una lectura mayor de 20, en un matraz de Erlenmeyer de 100 ml y aforar; mezclar perfectamente la solución, vaciar más o menos 50 ml en la probeta (V-13) de la celda (V-14), enjuagar ésta rotándola y sacándola varias veces, cambiar por el resto de la solución e introducir de nuevo la celda.

Una vez que el aparato ha sido conectado a la red de alimentación, oprimir el botón (V-8), hacer que la aguja del galvanómetro quede sobre el 0 de su escala, moviendo el reóstato hacia donde sea necesario. Como la operación se empieza siempre con el borne (V-7) colocada en la posición 1, si la lectura es mayor de 12, que es el máximo del reóstato, -

cambiar a 10 y así sucesivamente hasta que sea posible llevar a cero la aguja del galvanómetro.

La lectura del redstató multiplicada por el valor de la posición del borne da la conductividad de la solución, la que a su vez multiplicada por un factor da el por ciento de cenizas sulfatadas. Este factor se obtiene experimentalmente determinando el por ciento de cenizas sulfatadas - por el método gravimétrico y las conductividades de las soluciones de las mismas muestras y relacionando estos valores.

$$F_1 = \frac{\text{Cenizas sulfatadas \% (1)}}{\text{Conductividad de sol. (1)}} \quad F_2 = \frac{\text{Cenizas sulfatadas \% (2)}}{\text{Conductividad de sol. (2)}}$$

$$\dots\dots\dots F_n = \frac{\text{Cenizas sulfatadas \% (n)}}{\text{Conductividad de sol. (n)}}$$

$$F_{\text{final}} = \frac{\text{Suma de factores}}{\text{No. de factores}}$$

Este factor es válido siempre y cuando las condiciones de fabricación de un azúcar permanescan constantes, por lo tanto para cada ingenio se determina un factor por lo menos anual.

Determinación de sodio, potasio y calcio en el Espectrofotómetro de Flama.

Materiales:

Operaciones preliminares.- Conectar la compresora y el espectrofotómetro de flama a la línea de alimentación.

Abrir la válvula del tanque de combustible estando la llave del regulador cerrada.

Cuando la presión de la compresora sea suficiente para suministrar el aire a una presión de 0.7 Kg/cm², encender el mechero. Este deberá estar provisto de los aditamentos adecuados para el combustible que se vaya a usar (acetileno o propano) y colocar la chimenea.

Dejar durante 15 minutos para que se estabilice el circuito eléctrico.

Calibración:

Método Directo.

1).- Poner la aguja del selector de longitud de onda sobre el símbolo del elemento que se va a determinar.

2).- Vaciar en el embudo del aspersorio la solución tipo más concentrada del elemento por analizar, mover suavemente el selector de longitud de onda (III-1) hasta obtener la máxima respuesta de la aguja del galvanómetro - (III-3).

3).- Pasar agua destilada por el embudo, mover la manija (III-2) hasta que la aguja del galvanómetro marque exactamente el 0 de la escala.

4).- Pasar de nuevo la solución tipo más concentrada del elemento por determinar, mover los reóstatos (III-4, 4') hasta que la aguja del galvanómetro llegue a 100 (La manija 4' es fraccionaria de la 4 y sirve para el ajuste fino).

5).- Repetir los pasos 3 y 4 hasta que la lectura 0 y 100 se reproduzcan.

Anotar las posiciones de las resistencias 4, 4' porque estos valores son casi constantes para analizar concentraciones semejantes de un elemento dado.

6).- Pasar las soluciones tipo de concentración intermedia y anotar las lecturas para obtener una gráfica de calibración (gráficas 1, 3 y 5).

Método del Tipo Interno.

1).- Fijar la longitud de onda como se indicó para el método directo.

2).- Pasar la solución del tipo interno que substituye al agua del

método directo (solución de concentración cero) con la escala del tipo interno (III-5) en 0 poner la aguja del galvanómetro en 50 con la manija - (III-2). El punto que se escoge es arbitrario, pero se recomienda el 50 porque es el punto central de la escala y es más fácil apreciar la intensidad de las desviaciones tanto a la derecha como a la izquierda.

3).- Poner la escala del tipo interno (III-5) en la posición 100, pasar la solución más concentrada y mover las resistencias 4, 4' hasta que la aguja del galvanómetro vuelva a 50.

4).- Poner en 0 la escala del tipo interno, verter la solución de concentración cero y ajustar nuevamente a 50 la escala del galvanómetro con la manija (III-2).

5).- Repetir los pasos 3 y 4 hasta que la aguja del galvanómetro llegue al punto muerto sin necesidad de mover las manijas 2 y 4, 4'.

6).- Pasar las soluciones tipo de concentraciones intermedias, - llevar la aguja del galvanómetro a 50 moviendo la escala 5 y anotar las - lecturas señaladas en ella, valores que van a servir para dibujar la gráfica correspondiente (gráficas 2, 4 y 6).

Estas gráficas se deben verificar en el curso de una serie de determinaciones y siempre antes de iniciar los análisis del día.

Preparación de las soluciones concentradas.-

Pesar 2.5418 g de cloruro de sodio, Q.P. (seco 100-110°C) disolver en agua destilada y aferrar a 1000 ml. Concentración final de sodio: 100 ppm.

Pesar 1.9069 g de cloruro de potasio, Q.P. (seco 100-110°C) disolver en agua destilada y aferrar a 1000 ml. Concentración final de potasio: 1000 ppm.

Pesar 2.4972 g de carbonato de calcio, Q.P. bajo en álcalis (seco

1X 110°C), añadir un poco de agua destilada y 4.6 ml de ácido clorhídrico (p.e. = 1.18) esperar a que se desprenda todo el anhídrido carbónico y agregar a 1000 ml. Concentración final de calcio: 1000 ppm.

Pesar 61.0907 g de cloruro de litio, Q.P. (seco 100-110°C) disolver en agua destilada y agregar a 1000 ml. Concentración final de litio: 10000 ppm.

Preparación de las soluciones diluidas.-

Método directo.

Soluciones de sodio: medir respectivamente 25, 50, 75 y 100 ml de la solución concentrada de sodio en matraces volumétricos de 1000 ml y agregar con agua destilada.

Concentración final de sodio: 25, 50, 75 y 100 ppm. respectivamente.

Soluciones de potasio: medir respectivamente 25, 50, 75 y 100 ml de la solución concentrada de potasio en matraces volumétricos de 1000 ml y agregar con agua destilada.

Concentración final de potasio: 25, 50, 75 y 100 ppm. respectivamente.

Soluciones de calcio: medir respectivamente 25, 50, 75 y 100 ml de la solución concentrada de calcio en matraces volumétricos de 1000 ml y agregar con agua destilada.

Concentración final de calcio: 25, 50, 75 y 100 ppm. respectivamente.

Método del tipo interno.

Soluciones de sodio: medir respectivamente 25, 50, 75 y 100 ml de la solución concentrada de sodio y 80 ml de la solución de litio en matraces volumétricos de 1000 ml y agregar con agua destilada.

Concentración final de sodio: 25, 50, 75 y 100 ppm. respectivamente.

te. Cada una contiene además 800 ppm. de litio.

Soluciones de potasio: medir respectivamente 25, 50, 75 y 100 ml de la solución concentrada de potasio y 80 ml de solución de litio en matraces volumétricos de 1000 ml y aforar con agua destilada.

Concentración final de potasio: 25, 50, 75 y 100 ppm. respectivamente y 800 ppm. de litio.

Soluciones de calcio: medir respectivamente 25, 50, 75 y 100 ml de la solución concentrada de calcio y 10 ml de solución de litio en matraces volumétricos de 1000 ml y aforar con agua destilada.

Concentración final de calcio: 25, 50, 75 y 100 ppm. respectivamente y 100 ppm. de litio.

Soluciones de concentración cero: medir respectivamente 50 y 10 ml de la solución concentrada de litio en matraces volumétricos de 1000 ml y aforar con agua destilada.

Concentración final de litio en las soluciones de concentración cero: 800 y 100 ppm.

Durante el desarrollo del trabajo se encontró que la concentración de sodio en las soluciones de azúcar nunca excedía de 25 ppm., por lo que se prepararon soluciones de sodio de 5, 10 y 15 ppm.

Preparación de las muestras. (azúcar correspondiente a la Zafra - 1956 - 1957).

Método Directo.

Disolver 10 g de azúcar en agua destilada, en un matraz de -
Kohlrausch de 100 ml, aforar, mezclar y filtrar.

Estas soluciones sirven para determinar sodio, potasio y calcio.

Método del tipo interno.

Disolver 10 g de azúcar en agua destilada, en un matraz de -

Kohlrausch, añadir 8 ml de solución concentrada de litio, aforar, mezclar y filtrar. Estas soluciones sirven para las determinaciones de sodio y potasio.

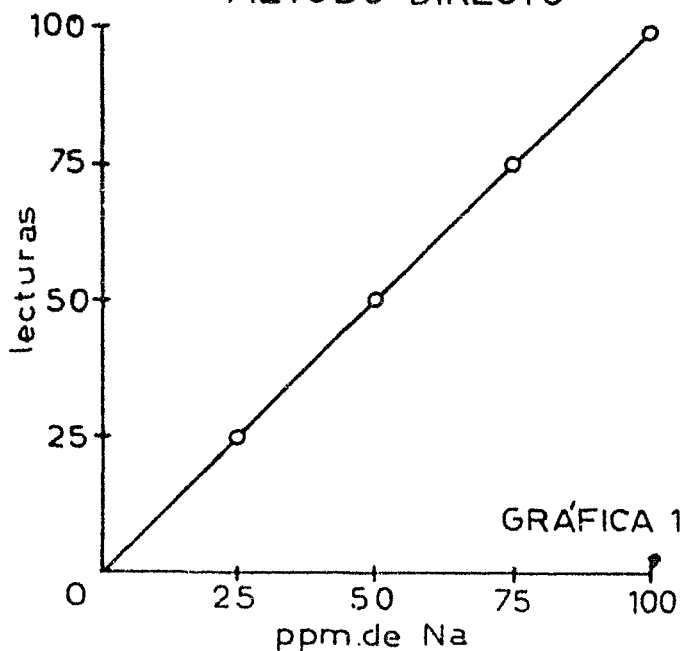
Disolver 10 g de asúcar en agua destilada en un matraz de Kohlrausch, añadir 1 ml de solución concentrada de litio. Estas soluciones sirven para determinar calcio.

Se emplearon el método directo y el método del tipo interno usando el primero como preliminar y el segundo como definitivo.

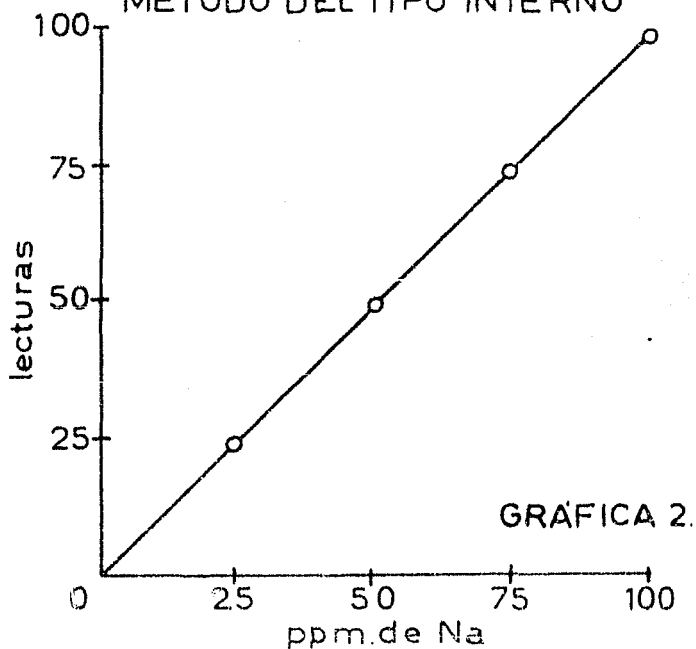
Las lecturas se efectuaron siguiendo las técnicas ya descritas en la calibración del aparato.

Se analizó el calcio usando una flama de acetileno y flama de propano y el sodio y potasio únicamente con flama de propano.

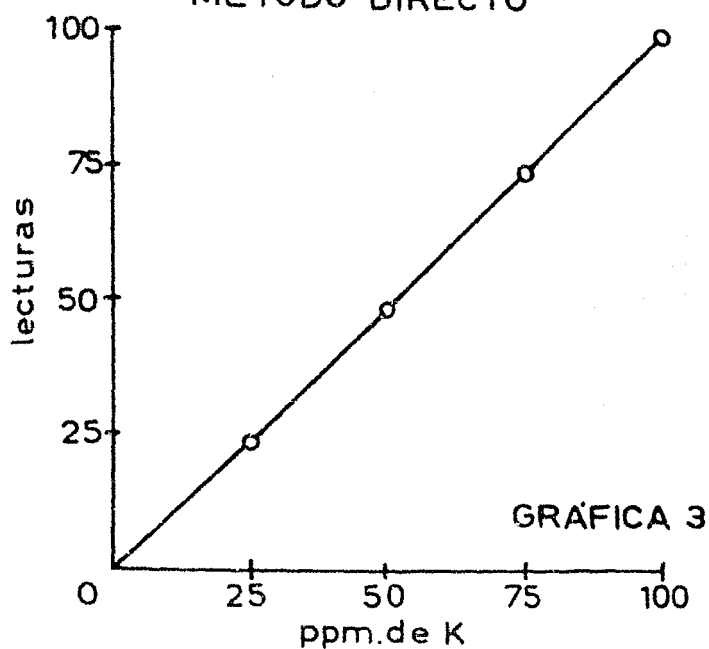
MÉTODO DIRECTO



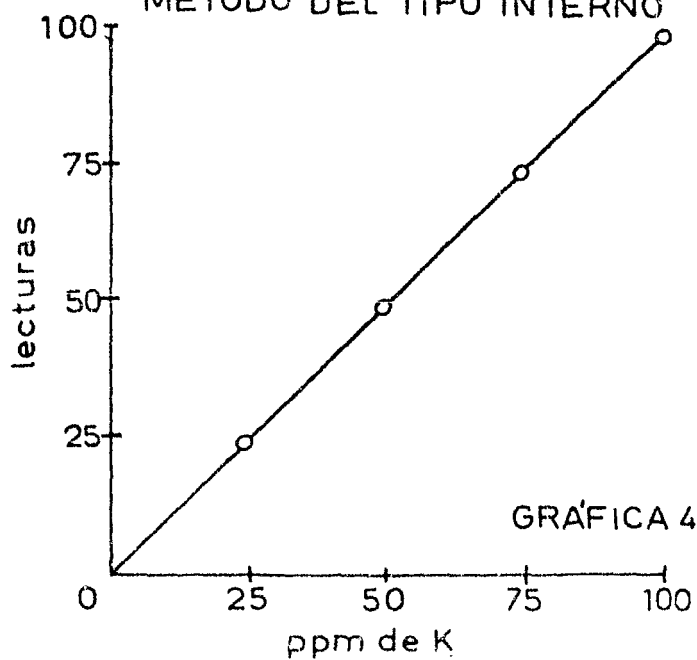
MÉTODO DEL TIPO INTERNO

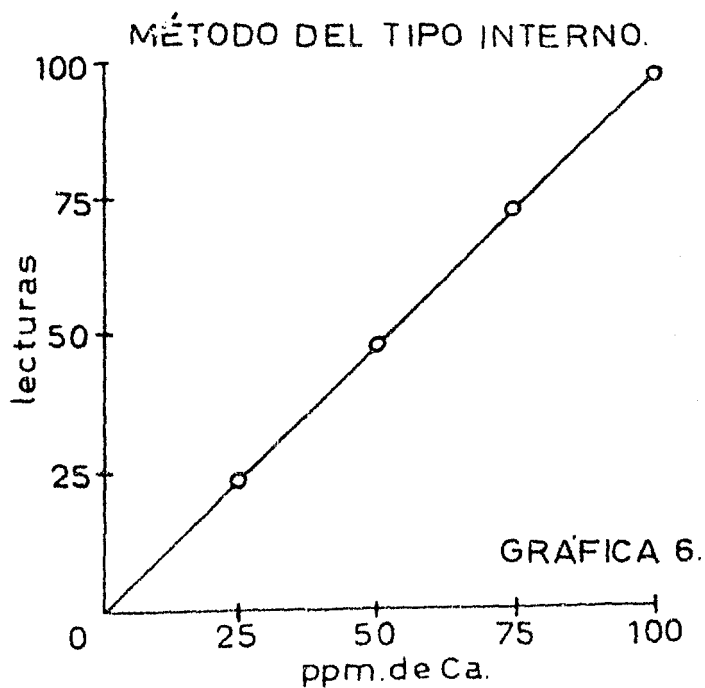
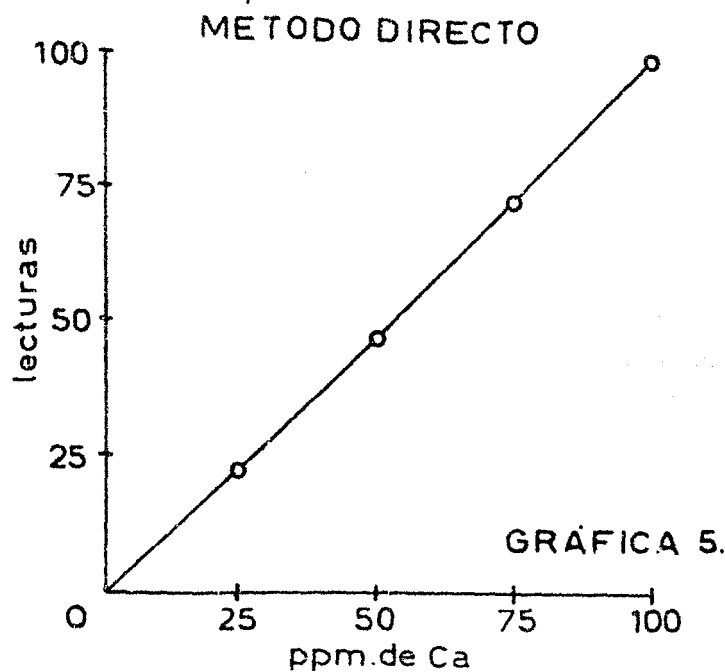


MÉTODO DIRECTO



MÉTODO DEL TIPO INTERNO





V.- RESULTADOS.

Los resultados obtenidos con el flamómetro dan directamente los miligramos en 100 g de azúcar al calibrar el aparato con las soluciones preparadas como se indicó. Para expresarlos en partes por millón (mg del elemento en un Kg de azúcar) se multiplica el valor obtenido en el flamómetro por 10. Para expresarlos en por ciento (g del elemento en 100 g de azúcar) se divide el valor de la lectura en el aparato entre 100.

Los resultados obtenidos en el presente trabajo se indican desde la tabla número III a la XXII, agrupados por ingenios y estos por zonas.

Además se incluyen los datos de: localización del ingenio, la caña empleada y el contenido de sodio, potasio y calcio del suelo, expresados como sulfatos.

Ingenio.- EL MANTE.

TABLA III

No. de muestra.	Na en ppm.	Na ₂ SO ₄ en ppm.	K en ppm.	I ₂ SO ₄ en ppm.	Ca en ppm.	CaSO ₄ en ppm.	Suma de los sulfatos en ppm.	Suma de sulfatos en %	Cenizas sulfatadas en %	Cenizas Método conductimétrico.
1	15	46	32	72	30	102	220	0.022	0.025	0.025
2	8	25	11	25	17	60	110	0.011	0.015	0.016
3	15	46	32	72	30	102	220	0.022	0.026	0.032
4	8	25	14	31	18	61	120	0.012	0.013	0.017
5	20	62	40	89	34	160	310	0.031	0.034	0.033
6	8	25	10	22	23	68	120	0.012	0.016	0.018
7	15	46	46	103	59	200	350	0.035	0.040	0.027
8	10	31	14	31	31	105	170	0.017	0.020	0.024
Promedio	12	38	25	56	32	107	200	0.020	0.023	0.024
Suelo.		12420		749		4675	17844	1.784		
Subsuelo.		1660		189.5		4675	6525	0.6525		

Localización.- A los 22° 50' de Latitud Norte y a los 99° de Longitud Oeste. En el Mante, Tamps.

Suelos.- Se asientan sobre una formación caliza que por ser impermeable origina que el 50% de las tierras que forman su zona de abastecimiento estén salinizadas o en peligro de estarlo.

Caña.- CO - 290, POJ - 2878, CO - 312, CO - 213 en orden de importancia.

Ingenio.- MICOLACATE.

TABLA IV

No. de muestra.	As en ppm.	Fe_2SO_4 en ppm.	K en ppm.	K_2SO_4 en ppm.	Ca en ppm.	CaSO_4 en ppm.	Suma de los sulfatos en ppm.	Suma de sulfatos en %	Conductividad en %	Conductividad método conductímetro.
9	8	25	16	36	42	142	200	0.030	0.024	0.024
10	13	40	44	98	47	158	300	0.030	0.034	0.034
11	12	37	33	74	59	200	310	0.031	0.036	0.036
12	13	40	22	40	58	200	240	0.024	0.028	0.028
13	10	31	17	38	60	205	270	0.027	0.030	0.030
14	10	31	11	92	52	177	300	0.030	0.034	0.034
15	8	25	19	42	58	200	270	0.027	0.030	0.029
16	10	31	35	78	79	267	380	0.038	0.042	0.039
Promedio	10	32	28	62	53	181	280	0.028	0.032	0.031
Suelo		1000		256		4675	5931	0.9931		
Al suelo		920		189.5		4675	5783	0.5783		

Localización.- A 22 Km al Noroeste del Ingenio El Monte.

Suelos.- Con características muy parecidas a El Monte, surgen más abundantes.

Cañas.- Las mismas variedades que se usan en El Monte.

TABLA

Ingente.- LA CONCEPCION.

No. de muestra.	Fe en ppm.	Fe_2SO_4 en ppm.	F en ppm.	F_2SO_4 en ppm.	Ca en ppm.	CaSO_4 en ppm.	Suma de los sulfatos en ppm.	Suma de sulfatos en %	Grasas sulfatadas en	Grasas sulfatadas en método conductométrico.
17	17	53	132	234	311	1053	1400	0.140	0.149	0.151
18	20	62	123	274	292	907	1320	0.132	0.140	0.138
19	14	43	95	212	270	916	1170	0.117	0.124	0.130
20	14	43	80	179	248	840	1060	0.106	0.112	0.111
21	14	43	97	216	234	961	1190	0.119	0.126	0.131
22	13	40	96	224	276	936	1200	0.120	0.122	0.124
23	13	40	122	272	292	988	1300	0.130	0.147	0.156
24	13	40	97	216	290	934	1240	0.124	0.138	0.147
25	13	40	90	201	294	999	1240	0.124	0.137	0.138
Promedio.	15	45	105	232	255	963	1240	0.124	0.133	0.137
Suave.		520		749		1375	2644	0.2644		
Subtotal.		630		749		1375	2774	0.2774		

Localización.- En la población del río o nombre, perteneciente al Municipio de Kilotepes, Ver.

Suaves.- La generalidad de los suaves son ricos en Ca pero en forma parcialmente asimilables, ya que gran parte está en forma de CaSO_4

Abono.- NH_4PO_3

Grasas.- CO - 290, PO - 2878.

TAJERA VI

Ingenio.- EL MODELO.

No. de muestra.	Na en ppm.	Na ₂ SO ₄ en ppm.	K en ppm.	K ₂ SO ₄ en ppm.	Ca en ppm.	CaSO ₄ en ppm.	Suma de los sulfatos en ppm.	Suma de sulfatos en %	Cenizas sulfatadas en %	Cenizas método conductimétrico.
26	9	28	37	83	44	149	260	0.026	0.029	0.029
27	16	50	51	114	40	136	300	0.030	0.030	0.028
28	6	19	40	90	41	140	290	0.025	0.027	0.032
29	5	15	40	90	46	156	260	0.026	0.027	0.032
30	5	15	22	40	37	125	180	0.018	0.020	0.027
31	7	22	40	90	67	228	320	0.032	0.035	0.030
32	8	25	37	83	54	182	290	0.029	0.030	0.028
33	6	19	40	90	41	140	290	0.025	0.027	0.026
34	8	25	51	114	40	136	310	0.031	0.036	0.035
Promedio.	8	24	37	82	46	155	260	0.026	0.029	0.030
Suma.		370		749		5610	6729	0.6729		
Subsuma.		120		223		4675	5018	0.5018		

Localización.- Municipio de Veracruz.

Caña.- Orizaba, CO - 290, POJ - 2878 y Carrizillo.

Ingenio.- NOTZOROWCO.

TABLA VII

No. de muestra.	Na en ppm.	Na ₂ SO ₄ en ppm.	K en ppm.	K ₂ SO ₄ en ppm.	Ca en ppm.	CaSO ₄ en ppm.	Suma de los sulfatos en ppm.	Suma de sulfatos en %	Cenizas analíticas en %	Cenizas método conductimétrico.
35	15	46	64	143	215	727	900	0.090	0.098	0.071
36	10	31	55	123	141	476	630	0.063	0.067	0.069
37	12	37	64	143	183	620	800	0.080	0.083	0.107
38	12	37	73	163	210	710	910	0.091	0.095	0.109
39	14	43	96	214	272	923	1180	0.118	0.122	0.136
40	10	31	56	125	159	539	690	0.069	0.072	0.087
41	12	31	70	156	203	687	880	0.088	0.091	0.108
Procedimiento.	12	37	69	152	203	689	860	0.086	0.090	0.098
Suelo.		840		749		2810	4399	0.4399		
Subsuelo.		250		190		1190	1630	0.1630		

Localización.- En el Municipio Zongolica, Edo. de Ver.

Suelos.- Delgados de textura arcillosa, ácidos con pH de 6.0 bajos en materia orgánica P y K de riqueza variable en cal y Mg. Son variados.

Abono.- Guano Mex.

TABLA VIII

Ingenio.- EL POTRERO.

No. de muestra.	Ea en ppm.	Na_2SO_4 en ppm.	K en ppm.	K_2SO_4 en ppm.	Ca en ppm.	CaSO_4 en ppm.	Suma de los sulfatos en ppm.	Suma de sulfatos en %	Cenizas sulfatadas en %	Cenizas método conductimétrico.
42	7	22	6	13	14	50	90	0.009	0.010	0.016
43	9	28	10	22	23	81	130	0.013	0.016	0.010
44	10	31	6	13	17	58	100	0.010	0.012	0.015
45	8	25	7	16	18	61	100	0.010	0.012	0.017
46	6	19	8	18	21	72	110	0.011	0.014	0.013
47	9	28	10	22	28	80	130	0.013	0.015	0.015
Promedio.	8	26	8	17	20	67	110	0.011	0.013	0.014
Suelo.		120		256		3740	4116	0.4116		
Subsuelo.		360		189		2810	3359	0.3359		

Localización.- Potrero, Ver.

Suelos.- Dalgados de textura arcillosa, ácidos con pH de 6.0, bajos en materia orgánica P y K de riqueza variable en cal y Mg. Son variados.

Caña.- CO - 290, POW - 2878, H - 37 - 1933

Ingenio.- CALIPAN.

TABLA IX

No. de muestra.	Na en ppm.	Na_2SO_4 en ppm.	K en ppm.	K_2SO_4 en ppm.	Ca en ppm.	CaSO_4 en ppm.	Suma de los sulfatos en ppm.	Suma de sulfatos en %	Cenizas sulfatadas en %	Cenizas método conductimétrico.
48	16	50	623	1390	544	1849	3280	0.328	0.354	0.380
49	13	40	473	1055	323	1075	2490	0.249	0.261	0.319
50	10	31	230	513	217	736	1280	0.128	0.140	0.136
51	13	40	195	435	246	831	1310	0.131	0.145	0.128
52	10	31	515	1240	504	1737	2980	0.298	0.309	0.268
53	12	31	185	412	245	841	1220	0.122	0.111	0.149
54	10	31	128	286	202	683	1000	0.100	0.114	0.115
55	10	31	165	364	215	725	1120	0.112	0.133	0.137
56	14	40	365	815	337	1142	2000	0.200	0.229	0.230
57	20	62	687	1535	596	2013	3610	0.361	0.380	0.405
Promedio.	13	39	358	799	343	1161	2000	0.200	0.221	0.227
Sumo.		800		749		4675	6224	0.6224		
Subsumo.		250		625		3740	4615	0.4615		

Localización.- En el pueblo Calipán, Municipio de Comatlán, Edo. de Puebla.

Sales.- De naturaleza desértica, predomina la textura arcillo-limosa, tienen reacción alcalina pH de 8.0, ricas en materia orgánica, medios o altos en cal y Mg con algo de sal libre, las aguas de riego aportan cierta cantidad de sales de Na.

Abonos.- $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ y limo de Río.

No. de muestra.	Fe en p.p.m.	Ba_2SO_4 en p.p.m.	Li en p.p.m.	K_2CO_3 en p.p.m.	Ca en p.p.m.	CaSO_4 en p.p.m.	Suma de los sulfatos en p.p.m.	Suma de sulfatos en %	Centenas sulfatadas.	Centenas sulfatadas con el nítrico.
58	10	31	145	324	59	205	660	0.066	0.070	0.064
59	8	25	142	317	288	975	1320	0.132	0.140	0.130
60	8	25	113	252	103	349	630	0.063	0.068	0.066
61	7	22	130	290	221	752	900	0.090	0.095	0.085
62	10	31	122	272	107	365	670	0.067	0.072	0.067
63	7	22	90	201	133	451	690	0.067	0.070	0.076
64	7	22	130	290	225	765	1080	0.108	0.111	0.115
65	7	22	100	223	136	460	710	0.071	0.076	0.084
66	7	22	92	205	170	577	810	0.081	0.085	0.086
67	8	25	96	214	123	417	660	0.066	0.070	0.078
68	8	25	135	301	109	570	700	0.070	0.072	0.078
69	10	31	94	210	50	206	570	0.057	0.059	0.054
Promedio.	8	25	116	258	145	491	780	0.078	0.082	0.082
Enalo.		107		780		4575	5562	0.556		
Subtotal.		34		780		3740	4554	0.455		

Localización.- En la Congregación San Pedro, Municipio Villa Lerdo de Tejada, Edo. de Ver.

Anexo.- $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ y en algunos ejidos en una cachaca.

Catón.- PR - 902, media luna (PGV - 2714), PPQL. En menor proporción PGV - 2878, CO - 290 y violeta.

Ingenio.- SAN MARTIN COCULA.

TABLA AI

No. de muestra.	Fe en pps.	Fe ₂ SO ₄ en pps.	Mn en pps.	K ₂ SO ₄ en pps.	Ca en pps.	CaSO ₄ en pps.	Suma de los sulfatos en pps.	Suma de sulfatos en %	Centenas sulfatadas en %	Centenas método conductimétrico.
70	10	31	35	72	145	490	600	0.060	0.064	0.058
71	10	31	38	84	99	336	450	0.045	0.048	0.051
72	10	31	30	67	49	164	260	0.026	0.031	0.030
73	30	93	30	67	50	220	380	0.038	0.041	0.033
74	30	93	30	67	60	202	360	0.036	0.039	0.038
75	30	93	30	67	58	195	360	0.036	0.040	0.039
76	12	37	30	67	55	186	290	0.029	0.033	0.035
77	15	46	31	70	74	249	370	0.037	0.040	0.039
78	22	68	30	67	73	246	380	0.038	0.041	0.036
79	16	50	33	74	58	196	320	0.032	0.036	0.040
Promedio.	13	41	32	71	75	248	360	0.036	0.041	0.040
Scalo.		650		-169		4675	5514	0.551		
Subscalo.		930		-189		3740	4851	0.485		

Localización.- En el Municipio de Cocula.- Edo. de Guerrero.

Caña.- PQN y Carricillo.

Ingenio.- OACALCO.

TABLA XII

No. de muestra.	Na en ppm.	Na ₂ SO ₄ en ppm.	K en ppm.	K ₂ SO ₄ en ppm.	Ca en ppm.	CaSO ₄ en ppm.	Suma de los sulfatos en ppm.	Suma de sulfatos en %	Cenizas sulfatadas en %	Cenizas método conductimétrico.
80	9	28	160	360	157	532	920	0.092	0.100	0.087
81	9	28	70	156	116	382	570	0.057	0.060	0.060
82	6	19	70	156	135	459	630	0.063	0.068	0.064
83	18	56	43	107	82	277	440	0.044	0.048	0.047
84	8	25	70	156	144	489	670	0.067	0.070	0.063
85	8	25	70	156	118	400	580	0.058	0.061	0.057
86	14	43	50	112	136	460	500	0.050	0.055	0.059
87	10	31	55	123	105	355	510	0.051	0.055	0.056
88	5	15	59	132	117	395	540	0.054	0.057	0.060
Promedio.	10	30	73	162	123	417	582	0.058	0.064	0.061

Localización.- En el pueblo de Oacalco, en el Edo. de Morales a 5 Km de Yautepes.

Suelos.- Tierras calizas, por lo que su asúcar contiene alto porcentaje de cenizas.

Caña.- POJ y Carricillo.

Ingenio.- Sta. Clara.

TABLA XIII

No. de muestra.	Na en ppi.	K_2SO_4 en ppi.	K en ppi.	K_2SO_4 en ppi.	Ca en ppi.	$CaSO_4$ en ppi.	Suma de los sulfatos en ppi.	Suma de sulfatos en %	Cenizas sulfatadas en %	Cenizas método conductimétrico.
89	10	31	103	234	304	1035	1300	0.130	0.137	0.126
90	8	25	116	277	276	936	1220	0.122	0.130	0.132
91	10	31	173	386	349	1181	1600	0.160	0.167	0.151
92	10	31	86	192	330	1170	1340	0.134	0.140	0.132
93	8	25	173	386	318	1079	1500	0.150	0.155	0.152
94	9	28	147	328	287	972	1330	0.133	0.139	0.139
95	10	31	116	259	218	740	1090	0.109	0.109	0.119
96	11	34	186	437	332	1129	1600	0.160	0.171	0.167
Promedio.	10	30	140	310	303	1090	1340	0.134	0.144	0.140

Localización.- Al Sureste de Zamora, en el Edo. de Michoacán.

Nombre.- Sulfato de amonio.

Carac. - CO - 290, que es muy resistente al frío, a la humedad y a la sequía.

TARLA XIV

Ingenio.- FIDERNALES.

No. de muestra.	Na en ppm.	Na ₂ SO ₄ en ppm.	K en ppm.	K ₂ SO ₄ en ppm.	Ca en ppm.	CaSO ₄ en ppm.	Suma de los sulfatos en ppm.	Suma de sulfatos en %	Cenizas sulfatadas en %	Cenizas método conductimétrico.
97	9	28	265	592	289	980	1600	0.160	0.173	0.186
98	6	19	321	716	409	1385	2120	0.212	0.233	0.226
99	5	15	219	488	330	1170	1620	0.162	0.178	0.175
100	4	12	230	514	398	1349	1670	0.167	0.200	0.202
101	6	19	280	625	397	1346	1990	0.199	0.211	0.239
102	11	34	282	630	418	1416	2110	0.211	0.213	0.226
103	10	31	260	580	404	1369	1930	0.198	0.209	0.209
Pro-medio.	8	23	265	592	380	1288	1900	0.190	0.202	0.209
Scalo.		240		749		3740	4728	0.4728		
Subscalo.		120		749		4680	5589	0.555		

Localización.- Al Sureste del Edo. de Michoacán.

CaSa.- CO - 290 en un 96%, y el resto de POJ - 2878.

Ingenio.- TIAZULA.

TABLA XV

No. de muestra.	Na en ppm.	K ₂ SO ₄ en ppm.	K en ppm.	K ₂ SO ₄ en ppm.	Ca en ppm.	CaSO ₄ en ppm.	Suma de los sulfatos en ppm.	Suma de sulfatos en %	Cenizas sulfatadas en %	Cenizas método conductimétrico.
104	10	31	22	49	52	176	260	0.026	0.028	0.022
105	5	15	19	42	40	136	190	0.019	0.021	0.018
106	10	31	20	45	49	168	240	0.024	0.026	0.022
107	9	28	20	43	49	168	240	0.024	0.027	0.024
108	10	31	22	49	57	192	260	0.026	0.031	0.032
109	9	28	20	43	41	139	210	0.021	0.026	0.025
110	10	31	20	45	41	139	220	0.022	0.025	0.024
111	8	25	17	38	40	136	200	0.020	0.021	0.017
112	10	31	38	85	63	214	330	0.033	0.037	0.034
Promedio.	9	28	22	49	48	163	240	0.024	0.027	0.024
Suma.		240		625		2810	3675	0.3675		
Subsuma.		350		625		3740	4715	0.4715		

Localización.- En el Edo. de Jalisco.

Caña.- CO - 290 principalmente, en baja proporción POJ - 2878, PPQK, Ets. Cruz.

TABLA XVI

Ingenio.- TALA.

No. de muestra.	Na en ppm.	Na ₂ SO ₄ en ppm.	K en ppm.	K ₂ SO ₄ en Ppm.	Ca en ppm.	CaSO ₄ en ppm.	Suma de los sulfatos en ppm.	Suma de sulfatos en %	Cenizas sulfatadas en %	Cenizas método conductimétrico.
113	11	34	39	87	38	128	250	0.025	0.030	0.022
114	10	31	9	20	32	108	160	0.016	0.016	0.025
115	10	31	12	27	48	164	220	0.022	0.026	0.026
116	10	31	19	42	74	251	320	0.032	0.036	0.036
117	10	31	21	47	51	171	250	0.025	0.029	0.022
118	9	28	12	27	41	138	190	0.019	0.021	0.026
119	9	28	11	25	51	171	220	0.022	0.025	0.022
Promedio.	10	31	17	39	48	162	230	0.023	0.026	0.028
Suelo.		650		509		3740	4899	0.4399		
Subsuelo.		650		749		1190	2589	0.2589		

Localización.- En el Km 719 de la Carretera que une la Ciudad de México con Puerto Vallarta, Jal.

Com.- CP - 3479, debido al clima extenuoso esta caña produce jugos que no flocculan convenientemente y que tienen gran dificultad para cristalizar.

Agenda.- ESTIMAC.

En. de muestra.	En. en ppm.	En. H_2SO_4 en ppm.	I en ppm.	En K_2SO_4 en ppm.	En en ppm.	Ca SO_4 en ppm.	Suma de las sulfatos en ppm.	Suma de sulfatos en $\%$	Suma de sulfatos en $\%$	Consume nitrato comercial- nitrato.
120	7	22	52	116	146	495	630	0.053	0.071	0.071
121	10	31	61	136	109	369	340	0.034	0.039	0.031
122	8	25	28	63	41	140	230	0.023	0.027	0.039
123	11	34	31	70	47	160	260	0.026	0.033	0.040
124	6	19	68	158	139	453	600	0.080	0.089	0.086
125	11	34	30	67	51	173	270	0.027	0.034	0.048
126	3	15	62	139	181	646	600	0.080	0.086	0.080
127	7	22	11	25	60	203	250	0.025	0.030	0.034
Promedio.	8	25	43	96	93	331	450	0.045	0.051	0.057
Sumo.		639		368		3740	4738	0.4738		
Subtotalo.		650		256		4675	5581	0.5581		

Localización.- En el Municipio de Villa Guzmán, Eds. de Jolisco.

Abono.- Sulfato de amonio, nitrato de amonio, etc.

Cuía.- Co - 250 y mureda.

TARLA XVIII

Ingenio.- LOS MOCHIS.

No. de muestra.	Na en ppm.	Mn ₂ SO ₄ en ppm.	K en ppm.	K ₂ SO ₄ en ppm.	Ca en ppm.	CaSO ₄ en ppm.	Suma de los sulfatos en ppm.	Suma de sulfatos en %	Cenizas sulfatadas en %	Cenizas método conductimétrico.
128	8	25	23	51	46	155	210	0.021	0.026	0.027
129	8	25	32	72	44	148	250	0.025	0.028	0.028
130	9	28	39	87	29	91	210	0.021	0.025	0.026
131	10	31	40	89	99	133	250	0.025	0.029	0.022
Promedio.	9	27	34	75	39	132	230	0.023	0.027	0.026
Suelo.		1060		749		5740	5249	0.5549		
Sabrunalo.		790		749		3740	5279	0.5279		

Localización.- En los Mochis, Sin.

Suelos.- Son alcalinos, tienen alto porcentaje en sodio, calcio y potasio, deficientes en nitrógeno y fósforo.

Cuba.- POF = 2878 y POF = 36, también usan las variedades CO = 301, 331 y 421.

Ingeniería - EL DORADO.

No. de muestra.	Na en ppm.	K ₂ SO ₄ en ppm.	K en ppm.	K ₂ SO ₄ en ppm.	Ca en ppm.	CaSO ₄ en ppm.	Suma de los sulfatos en ppm.	Suma de sulfatos en %	Concentración sulfatos.	Concentración método conductimétrico.
132	13	40	105	234	253	976	1250	0.125	0.135	0.118
133	12	37	90	201	135	456	690	0.069	0.076	0.073
134	10	31	61	136	113	383	550	0.055	0.060	0.065
135	13	40	92	205	138	455	700	0.070	0.076	0.072
136	19	59	147	328	314	1063	1450	0.145	0.156	0.154
137	15	46	116	259	196	653	960	0.096	0.103	0.118
138	10	31	46	103	82	276	410	0.041	0.045	0.054
139	17	53	122	272	290	985	1310	0.131	0.140	0.148
Promedio.	14	42	97	217	194	656	915	0.091	0.099	0.100
Suma.		650		749		3740	5139	0.5139		
Subsuma.		1190		749		3740	5679	0.5679		

Localización.- A 64 Km de Culiacán en la población del mismo nombre, en el Edo. de Sinaloa.

Sonios.- En su mayoría son de alubión y los demás son de barreal. Son alcalinos con un pH de 7.8 a 8.8. Pobres en nitrógeno y ricos en potasio.

Abono.- Sales de amonio.

Cada.- POJ - 36 y POJ - 2878.

Ingenio.- EL ROSIE.

TABLA XI

No. de muestra.	Fe en ppm.	MgSO ₄ en ppm.	K en ppm.	K ₂ SO ₄ en ppm.	Ca en ppm.	CaSO ₄ en ppm.	Suma de los sulfatos en ppm.	Suma de sulfatos en %	Cenizas sulfatadas en %	Cenizas método conductimétrico.
140	7	22	182	406	163	552	900	0.078	0.110	0.112
141	5	16	139	290	96	324	630	0.067	0.072	0.069
142	6	19	145	324	100	340	680	0.068	0.075	0.074
143	6	19	110	246	120	365	630	0.063	0.070	0.067
144	7	22	120	268	69	296	630	0.063	0.071	0.067
145	5	15	150	335	121	410	760	0.076	0.082	0.082
146	8	25	110	246	99	336	610	0.062	0.077	0.065
147	8	25	138	308	113	383	720	0.072	0.080	0.076
148	5	15	155	346	139	470	820	0.083	0.090	0.083
149	8	25	140	322	100	340	690	0.069	0.075	0.078
Promedio.	6	20	139	309	111	375	700	0.070	0.080	0.077
Suelo.		640	7	749		5610	6999	0.6999		
Subsuelo.		520		256		4575	5451	0.5451		

Localización.- En Matilla, Sin.

Suelos.- Muy fértiles, en su totalidad son de aluvida y contados son los de barreal.

Abono.- Eitrato de amonio en cantidad variable.

Café.- FOF - 2878 en su totalidad.

No. de muestra.	Na en ppm.	Na ₂ SO ₄ en ppm.	K en ppm.	K ₂ SO ₄ en ppm.	Ca en ppm.	CaSO ₄ en ppm.	Suma de los sulfatos en ppm.	Suma de sulfatos en %	Cenizas sulfatadas en %	Cenizas método conductimétrico.
150	6	19	11	24	71	299	280	0.018	0.031	0.826
151	9	28	10	22	50	169	220	0.022	0.025	0.018
152	8	25	8	16	26	91	140	0.014	0.015	0.015
153	10	31	9	20	45	152	200	0.020	0.023	0.013
154	10	31	9	20	38	128	180	0.018	0.022	0.018
155	9	28	9	20	33	112	160	0.016	0.018	0.016
156	9	28	9	20	14	50	100	0.010	0.014	0.014
157	6	19	7	16	35	118	150	0.015	0.016	0.013
Promedio.	8	26	9	20	39	132	180	0.018	0.022	0.017

Localización.- En el Edo. de Campeche.

Suelos.- Los subuelos son de composición calcarea, los suelos en su mayoría de tipo negro, arenoso y ar

Caba.- PQJ - 2878 en un 50% y al resto de las variedades MPR - 336, CP - 29 120, PR - 905, NL - 318, CP - 36 105 y PPQE.

Ingenio.- STA. ROSALIA.

TABLA XXII

No. de muestra.	Na en ppm.	Na ₂ SO ₄ en ppm.	K en ppm.	K ₂ SO ₄ en ppm.	Ca en ppm.	CaSO ₄ en ppm.	Suma de los sulfatos en ppm.	Suma de sulfatos en %	Cenizas sulfatadas en %	Cenizas método conductimétrico.
158	6	19	78	174	155	527	720	0.072	0.080	0.066
159	9	28	72	161	85	289	580	0.058	0.063	0.056
160	6	19	90	201	121	410	630	0.063	0.070	0.058
161	9	28	82	183	112	379	590	0.059	0.063	0.060
162	5	15	82	183	83	296	490	0.049	0.053	0.049
163	8	25	64	143	46	154	380	0.038	0.042	0.050
164	5	15	44	98	46	157	250	0.025	0.027	0.034
165	5	15	58	130	53	177	300	0.030	0.037	0.032
166	6	19	113	252	86	292	560	0.056	0.061	0.059
167	7	22	63	141	62	211	350	0.035	0.040	0.042
Promedio.	7	21	74	166	85	289	480	0.048	0.054	0.051

Localización.- En la región de Centalpa, Edo. de Tabasco.

TABLA No. XIII

REFINADORES.

Ingenio.	Zona.	Cenizas Promedio ppm.	Na Promedio ppm.	K Promedio ppm.	Ca Promedio ppm.
MATE.	1a.	200	12	25	32
XICOTENCATL.	"	320	10	28	53
MODELO.	2a.	290	8	37	46
POTERO.	3a.	130	8	8	20
OACALCO.	5a.	640	10	73	123
SAN MARTIN COCULA. [†]	"	410	13	32	73
TAMAZULA.	7a.	270	9	22	48
TAIA.	8a.	260	10	17	48
MOCHIS.	9a.	270	9	34	39
LA JOYA.	10a.	210	8	9	39
Promedio.		244	9	28	41

[†] Los valores de estos ingenios se omitieron al calcular los promedios.

[‡] No se tomaron en cuenta por estar fuera de los límites oficiales de cenizas para azúcares refinados.

NO REFINADORES.

Ingenio.	Zona.	Cenizas Promedio ppm.	Na Promedio ppm.	K Promedio ppm.	Ca Promedio ppm.
CONCEPCION.	2a.	1330	15	105	283
MOTZONCAGO.	3a.	900	12	69	203
CALIPAN.	"	2210	13	356	343
SAN PEDRO.	4a.	820	8	116	73
STA. CLARA.	6a.	1440	10	140	303
FEDERNALES.	"	2020	8	265	380
ESTIPAC.	8a.	540	8	43	98
EL DORADO.	9a.	990	14	97	194
EL ROSLE.	"	800	6	139	111
STA. ROSALIA.	10a.	540	7	74	65
Promedio.		1159	10	141	215

VI.- DISCUSION Y CONCLUSIONES.

Las determinaciones de sodio, potasio y calcio en el espectrofotómetro de flama Perkin Elmer, se pueden llevar a cabo sin necesidad de calcinar el azúcar.

Una solución que en 100 ml contenga 10 g de azúcar es adecuada para determinar el sodio, el potasio y el calcio. Soluciones más concentradas no lo son por tener una viscosidad mayor. Basándose en que el aparato sólo da buenos resultados cuando las soluciones tipo y las soluciones de la muestra pasan a la misma velocidad por el aspersorio, si aumenta la viscosidad del problema este principio no se cumple y los resultados serán bajos. Los jarabes muy concentrados pueden obstruir las tuberías y el mechero.

No es conveniente hacer más diluidas las soluciones, porque su contenido en sodio, potasio y calcio es muy bajo y se aumentarían las posibilidades de error.

Es indispensable filtrar la solución, para evitar que el espílar del aspersorio se tape, debido a las pequeñas partículas insolubles que contiene el azúcar.

No se encontró apropiado el uso de propano para la determinación de calcio a la longitud de onda de $6162 \text{ \AA}$ por lo que se determinó este elemento en $4226 \text{ \AA}$ usando acetileno como combustible.

El método seguido es rápido y exacto, por lo que es adecuado para usarse con fines de normalización y regulación.

Sistemáticamente la suma de sulfatos calculados a partir de los -

resultados de calcio, potasio y sodio son menores a los correspondientes de cenizas sulfatadas. Esta diferencia se explica por la presencia de pequeñas cantidades de compuestos de magnesio, fierro y huellas de otros elementos no analizados.

Las cenizas determinadas por conductividad no guardan una relación constante con las determinadas gravimétricamente.

No se encontró ninguna relación entre el contenido de sodio, potasio y calcio en el azúcar y la posición geográfica del ingenio, a pesar de la diferente concentración de estos elementos en el suelo de cultivo de la caña.

Las diferencias se encuentran entre el grupo de ingenios refinadores y los que no refinan. (Tabla No. XXIII).

De los ingenios estudiados, Cacalco y San Martín Cocula son la excepción en el grupo de refinadores. Tienen un porcentaje mayor de cenizas y su contenido de potasio y calcio es más alto. Dan la idea de que depende casi totalmente del proceso la proporción en que se encuentran estos elementos en el azúcar.

A pesar de que los ingenios que refinan agregan durante el proceso varias substancias éstas son eliminadas casi totalmente. Un ejemplo típico se tiene en los ingenios que como el Hante agregan en el proceso y sin embargo, su contenido es tan bajo en este elemento como el de otros ingenios que no lo usan.

El sodio está presente en cantidades semejantes y muy pequeñas, en relación al potasio y al calcio, tanto en los azúcares refinados como en los que no lo están.

Los resultados de potasio y calcio en los azúcares de ingenios con refinería, son bajos independientemente de la composición del suelo.

Al no usar sales de potasio durante la obtención del azúcar - éste necesariamente proviene del jugo de la caña.

El cuerpo principal de las cenizas del azúcar está formado por sales de potasio y de calcio.

Independientemente de las diferentes variedades de caña, la - composición del suelo de cultivo y abonos que se usen, las cantidades - de sodio, potasio y calcio que quedan en el azúcar dependen del proceso que se haya seguido para obtenerlo.

VII.- BIBLIOGRAFIA.

- 1.- Brode W. R.- Chemical Spectroscopy. 2a. Ed. John Wiley and Sons, Inc. New York (1943).
- 2.- Dear H.- Cane Sugar. Norman Rodger. London (1921).
- 3.- Heredia F. O. Estudio sobre determinación de cenizas por métodos conductimétricos. U.N.A.M. (1952).
- 4.- Machtrieb H. B. Principles and Practice of Spectrochemical Analysis. 1a. Ed. Mc. Graw. Hill Book Company, Inc. New York, Toronto, London. (1950).
- 5.- Perkin E.- "Manual Instructive for Flame Spectrophotometer 52 - C".
- 6.- Sawyer R.A.- Experimental Spectroscopy. 2a. Ed. Prentice - Hall, Inc. New York (1951).
- 7.- Eria. de Economía Nacional, Dirección General de Normas. Informes que rinden los Químicos Calificadores. México. Zafra 1956-1957.
- 8.- Spencer G.L.- Manual de Fabricantes de Azúcar de Caña y Químicos Azucareros. John Wiley and Sons. New York (1932).