



**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA
DE MÉXICO**

FACULTAD DE QUÍMICA

**COMPARACIÓN DE TRES AGENTES CLARIFICANTES:
SUBACETATO DE PLOMO, "OCTAPOL" Y ALCOHOL
ETÍLICO PARA LA CLARIFICACIÓN DE JUGOS DE CAÑA
DE AZÚCAR A NIVEL DE LABORATORIO**

T E S I S

QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE:

QUÍMICA DE ALIMENTOS

PRESENTA

LAURA ROCÍO ESPINOSA CERVANTES



MÉXICO, D.F.

2008



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.

Reconocimientos

Ing. Manuel Enríquez Poy por permitir la estancia y el apoyo brindado para llevar a cabo el trabajo experimental en el ingenio Central Motzorongo S.A de C.V Motzorongo Veracruz.

Ing. Antonio Sarmiento por la atención brindada, su paciencia y conocimientos durante la estancia en el ingenio.

Dra. en Ing. María del Carmen Durán Domínguez de Bazúa por permitirme llevar a cabo esta investigación, por su paciencia, sus conocimientos y su persistente guía.

M en A.I. Landy Irene Ramírez Burgos su valiosa ayuda, sus aportaciones y siempre sabios consejos.

Agradecimiento especial a Dra. Ernestina Cervera Flores por su apoyo incondicional.

Al jurado revisor Profesores Luis Orlando Abraján Villaseñor y María de Lourdes Osnaya Suárez por sus aportaciones, conocimientos, su atención, su disposición y ayuda.

Al equipo de trabajo del Programa de Ingeniería Química y Química Ambiental.

Agradecimientos:

A mis padres, por su amor, su comprensión, su cariño y pese a las adversidades su ejemplo de perseverancia

A Dios por la fuerza

A mis hermanos por su compañía, su apoyo, por llenar mi vida de dicha y momentos de mucha felicidad, y por ser mis mejores amigos

A mis tíos que me enseñan a respetar ideas diferentes, por ser mi ejemplo y apoyo

A mis abuelos por sus cuidados y amor

A mi tía Lety mi mejor amiga aunque no alcanzó tiempo, siempre estás conmigo

Por haber encontrado el amor, compartir mi existencia con el y descubrir que significa libertad, confianza y amistad.

A mis amigas y amigos

ÍNDICE

	Página
Resumen	1
Capítulo 1. Problemática	4
1.1. Objetivos	7
1.2. Metas	7
1.3. Hipótesis	8
Capítulo 2. Antecedentes	9
2.1. La caña de azúcar y el azúcar	9
2.1.1. Posición de la caña de azúcar en el reino vegetal	10
2.1.2. Datos de producción de azúcar a partir de la caña de azúcar en México	11
2.2. Composición de la caña de azúcar	15
2.2.1. Oligosacáridos	16
2.2.2. Propiedades de la sacarosa	17
2.2.3. Azúcar invertido	18
2.3. Resumen del proceso de la elaboración del azúcar a partir de caña de azúcar	19
2.4. Estudio de caso	27
2.4.1. Cuantificación del % de sacarosa	27
2.4.2. Método de clarificación de jugo mezclado en los ingenios azucareros a nivel de laboratorio	27
2.4.3. Contaminación por metales	31
2.4.4. Métodos de cuantificación de carbohidratos	33
2.4.4.1. Polarimetría	33
2.4.4.2. Cromatografía de líquidos de alta resolución	35
Capítulo 3. Metodología	39
3.1. Calibración del cromatógrafo de líquidos de alta resolución	39

3.2. Clarificación de jugo de caña con alcohol etílico a diferentes concentraciones (70, 75, 80, 90 y 96%).	42
3.3. Mediciones turbidimétricas	43
3.4. Cuantificación de azúcares por polarimetría	43
3.4.1. Método de clarificación con subacetato de plomo (<i>NMX-F-271-1991 Método del peso normal, DOF, 1991</i>)	45
3.4.2. Método de clarificación con octapol	45
3.4.3. Método de clarificación con etanol	46
3.5. Cuantificación de azúcares por cromatografía de líquidos de alta resolución	46
3.6. Análisis por espectrofotometría inducida con plasma	47
3.7. Destilación para recuperación de etanol	49
3.8. Análisis estadísticos de los datos experimentales	49
Capítulo 4. Resultados y análisis de resultados	50
4.1. Mediciones espectrofotométricas o densidad óptica	50
4.2. Cuantificación de azúcares en jugo de caña sin clarificar, clarificados con alcohol etílico a diferentes concentraciones y con subacetato de plomo por cromatografía de líquidos de alta resolución (jugos de caña extraídos en el laboratorio de la UNAM)	51
4.3. Cuantificación de sacarosa por polarimetría	54
4.3.1. Análisis de varianza	55
4.4. Cuantificación de azúcares en el jugo denominado mezclado por cromatografía de líquidos de alta resolución	57
4.4.1. Análisis de varianza	59
4.5. Aspecto de las soluciones filtradas	61
4.6. Análisis de varianza entre métodos. (polarimetría vs. cromatografía de líquidos de alta resolución) para la clarificación con subacetato de plomo	62

4.7. Análisis de varianza entre métodos (polarimetría vs. cromatografía de líquidos de alta resolución) para la clarificación con alcohol etílico	63
4.8. Análisis de varianza entre métodos (polarimetría vs. cromatografía de líquidos de alta resolución) para la clarificación con octapol	65
4.9. Cuantificación de azúcares por cromatografía de líquidos de alta resolución presentes en el jugo desmenuzado clarificado con los tres agentes en estudio (subacetato de plomo, octapol y etanol)	66
4.10. Cuantificación de azúcares por cromatografía de líquidos de alta resolución presentes en el jugo verde clarificado con dos de los agentes en estudio (octapol y etanol).	69
4.11. Análisis de trazas de metales por espectrofotometría inducida con plasma en residuos de las clarificaciones de los jugos y precipitados obtenidos	70
4.12. Tratamiento de residuos	71
4.13. Rendimiento	72
4.14. Discusión final	73
Capítulo 5. Conclusiones, recomendaciones y comentarios	75
5.1. Conclusiones	75
5.2. Recomendaciones y comentarios	75
Anexo 1. Datos experimentales y análisis estadístico	78
Anexo 2. Acervo fotográfico	96
Bibliografía	101

Índice de tablas y figuras

Tabla 1.1.	Otros agentes de clarificación para soluciones azucaradas	6
Tabla 2.1.	Producción mundial en campos cañeros (CNPR, 2007)	11
Tabla 2.2.	Estados productores y número de ingenios que poseen (CNPR, 2007)	12
Tabla 2.3.	Uso de los reactivos subacetato de plomo y octapol durante el proceso de una zafra (seis meses aproximadamente)	30
Tabla 3.1.	Condiciones para la operación del cromatógrafo de líquidos de alta resolución	40
Tabla 3.2.	Estándares de fructosa, glucosa y sacarosa	40
Tabla 3.3.	Datos de las curvas de calibración de sacarosa, fructosa, glucosa	41
Tabla 4.1.	Datos de la determinación de la densidad óptica en muestras de jugo de caña sin clarificar, clarificadas con alcohol etílico a diferentes concentraciones y con subacetato de plomo	50
Tabla 4.2.	Resultados de las cantidades de azúcares presentes en las muestras de jugos sin clarificar, clarificadas con alcohol etílico a diferentes concentraciones y subacetato de plomo analizadas por CLAR	52
Tabla 4.3.	Porcentaje de sacarosa aparente en jugo mezclado clarificado con los tres diferentes agentes (subacetato de plomo, octapol y etanol) analizado por polarimetría	54
Tabla 4.4.	Análisis estadístico de los datos experimentales	54
Tabla 4.5.	Análisis de varianza	56
Tabla 4.6.	Porcentaje de sacarosa aparente, de glucosa y de fructosa en jugo mezclado clarificado con los tres diferentes agentes (subacetato de plomo, octapol y etanol) analizado por cromatografía de líquidos de alta resolución	57

Tabla 4.7.	Análisis estadístico de los datos experimentales de la clarificación del jugo mezclado clarificado con etanol	58
Tabla 4.8.	Análisis estadístico de los datos experimentales de la clarificación del jugo mezclado clarificado con subacetato de plomo	58
Tabla 4.9.	Análisis estadístico de los datos experimentales de la clarificación del jugo desmenuzado clarificado con octapol	58
Tabla 4.10.	Resultados obtenidos del análisis de varianza de los datos experimentales (sacarosa cuantificada por CLAR)	60
Tabla 4.11.	Aspecto de las soluciones filtradas y los precipitados obtenidos con los diferentes agentes de clarificación subacetato de plomo, octapol y etanol	61
Tabla 4.12.	Resultados del análisis de varianza entre métodos de cuantificación de sacarosa (polarimetría vs. CLAR usando como agente clarificante subacetato de plomo)	62
Tabla 4.13.	Resultados del análisis de varianza entre métodos de cuantificación de sacarosa (polarimetría vs. CLAR usando como agente clarificante etanol)	64
Tabla 4.14.	Resultados del análisis de varianza entre métodos de cuantificación de sacarosa (polarimetría vs. CLAR usando como agente clarificante octapol)	65
Tabla 4.15.	Por ciento de sacarosa aparente, de glucosa y de fructosa en jugo desmenuzado clarificado con etanol, subacetato de plomo y octapol analizados con CLAR	68
Tabla 4.16.	Análisis estadístico de los datos experimentales (azúcares cuantificados con CLAR) de la clarificación del jugo desmenuzado con etanol, subacetato de plomo y octapol	68
Tabla 4.17.	Por ciento de sacarosa, de glucosa y de fructosa cuantificadas por CLAR en la clarificación del jugo verde	69

Tabla 4.18.	Análisis estadístico de los datos experimentales (azúcares cuantificados por CLAR) de la clarificación del jugo verde con etanol	70
Tabla 4.19.	Análisis estadístico de los datos experimentales (azúcares cuantificados por CLAR) de la clarificación del jugo verde con octapol.	70
Tabla 4.20.	Cantidades de plomo y aluminio (mg L^{-1})	71
Tabla 4.21.	Volumen final de los residuos (3 semanas de estancia)	72
Tabla 4.22.	Volumen (mL) de etanol recuperado (3 semanas de estancia)	72
Tabla 4.23.	Por ciento de sacarosa, de glucosa y de fructosa en jugos desmenuzado y verde clarificados con etanol, subacetato de plomo y octapol medidos con CLAR	73
Tabla 4.24.	Por ciento de sacarosa aparente en jugo mezclado clarificado con los tres diferentes agentes (subacetato de plomo, octapol y etanol) analizado por polarimetría	73
Figura 2.1.	Por ciento de sacarosa en la caña de azúcar durante la zafra (Sarmiento, 2007)	10
Figura 2.2.	Molécula de la sacarosa	17
Figura 3.1.	Gráfico de la curva de calibración de sacarosa	41
Figura 3.2.	Gráfico de la curva de calibración de fructosa	41
Figura 3.3.	Gráfico de la curva de calibración de glucosa	42
Figura 4.1.	Gráfica de lecturas espectrofotométricas de las muestras de jugo clarificadas con alcohol etílico a diferentes concentraciones	51
Figura 4.2	Por ciento de sacarosa presente en muestras de jugo sin clarificar, clarificadas con alcohol etílico a diferentes concentraciones y subacetato de plomo	53

Figura 4.3.	Por ciento de sacarosa aparente en las muestras de jugo mezclado clarificadas con los agentes clarificantes subacetato de plomo, octapol y etanol cuantificada por polarimetría	55
Figura 4.4.	Por ciento de sacarosa aparente en las muestras de jugo mezclado clarificadas con los tres agentes clarificantes subacetato de plomo, octapol y etanol cuantificada por CLAR	59
Figura 4.5.	Diagrama del proceso de producción de azúcar de caña en el ingenio cooperante (señalando los puntos donde se tomaron las muestras de los jugos de caña desmenuzado y jugo verde)	67

Resumen

Esta investigación se realizó con la finalidad de encontrar alternativas de solución a un problema ambiental generado por uno de los sectores agroindustriales más importantes de México, la producción de azúcar de caña. Con objeto de verificar el contenido de sacarosa de los jugos de la caña de azúcar, se llevan a cabo métodos de determinación y cuantificación químicas. Primero se clarifican los jugos para eliminar impurezas y después se determina la cantidad de sacarosa por polarimetría. En esta investigación se compararon dos métodos de cuantificación de carbohidratos, la polarimetría y la cromatografía de líquidos de alta resolución, que se aplicaron después de la clarificación de los jugos, utilizando tres agentes de clarificación (subacetato de plomo, etanol y *octapol*). En los laboratorios de control de calidad de los ingenios azucareros se emplea subacetato de plomo para clarificar los jugos de caña siguiendo la metodología de la Norma Mexicana **NMX-F-271-1991. Industria azucarera – determinación de pol (sacarosa aparente) en muestras de jugos de especies vegetales productoras de azúcar – método del peso normal** del Diario Oficial de la Federación de 1991. Como los residuos de esta técnica se van a los drenajes se planteó la búsqueda de otros agentes clarificantes que impactaran en menor grado el ambiente. Algunos ingenios se han dado a la tarea de plantear la sustitución del subacetato de plomo con un reactivo conocido comercialmente como “*octapol*”, que contiene sales de otros metales, entre ellos aluminio. Sin embargo, el aluminio también ha sido reportado como peligroso para la salud y, por ello, en esta investigación se estudió un tercer agente clarificante, el etanol, previamente probado con mieles para la separación de dextranas y la cuantificación de sacarosa por cromatografía de líquidos de alta resolución. Los resultados de esta investigación experimental indican que al clarificar el jugo de caña, denominado mezclado, con los tres diferentes agentes de clarificación en estudio (subacetato de plomo, *octapol* y alcohol etílico) todos reaccionan con las sustancias presentes en el jugo mezclado generando precipitados y líquidos clarificados con diferentes coloraciones. En un estudio posterior se realizarán análisis para identificar estos compuestos que imparten la coloración a los productos con objeto de elucidar el método de separación más idóneo. El uso continuo del subacetato

de plomo opaca el material de vidrio utilizado para realizar las determinaciones, precisamente porque reacciona químicamente con la sílice del vidrio. En algunas ocasiones, en las clarificaciones con subacetato de plomo, se observaba el filtrado con una ligera coloración blanca producida por un precipitado lechoso (al que los técnicos azucareros le conocen como “mala defecación”). En un estudio posterior, se identificarán también estos compuestos coloidales. Este tipo de problemas no se presentan en el caso del uso del alcohol etílico y representaría un método rentable. Además, su uso elimina en gran proporción las dextranas y otros materiales de alto peso molecular presentes en el jugo mezclado. Al clarificar las muestras de jugo mezclado con alcohol etílico se presentó un porcentaje ligeramente mayor de sacarosa en los dos métodos de cuantificación de sacarosa (polarimetría y CLAR). El agente comercial octapol es un buen clarificante ya que al realizar la cuantificación de sacarosa por polarimetría y cromatografía de líquidos de alta resolución no se observan pérdidas de sacarosa pero, a largo plazo, los efluentes pueden perjudicar la calidad del agua de ríos y otras fuentes de agua a las que alcanzan estos residuos y, a su vez, a plantas y animales ya que tiene concentraciones muy elevadas de aluminio. La cantidad de sacarosa aparente cuantificada por polarimetría reportó un porcentaje menor con respecto a la cantidad de sacarosa aparente cuantificada por cromatografía de líquidos de alta resolución. Esto puede deberse a la sensibilidad de este último método. El método de cuantificación de sacarosa por polarimetría es más rápido y el método de cuantificación de azúcares por CLAR es más sensible. Al realizar el análisis de varianza se encontró que no existe diferencia significativa entre los resultados del contenido de sacarosa aparente cuantificada por polarimetría en las muestras clarificadas con los tres diferentes agentes: subacetato de plomo, octapol y etanol. Esto significa que puede usarse el etanol sin problemas. Por el contrario, al realizar el análisis de varianza se encontró que SÍ existe diferencia significativa entre los resultados del contenido de sacarosa cuantificada por cromatografía de líquidos de alta resolución en las muestras clarificadas con los tres diferentes agentes (subacetato de plomo, octapol y etanol), en el siguiente orden etanol>octapol>subacetato de plomo. El etanol fue recuperado mediante destilación, dejando un residuo que solamente contiene las sustancias originales del jugo mezclado. Además, los sólidos que

se separaron de esta clarificación tampoco contienen metales pesados potencialmente peligrosos y ese sólido también puede disponerse sin problemas. El método de clarificación con etanol no representa tantos riesgos de contaminación y toxicidad en los laboratorios analíticos de los ingenios azucareros y evita que sustancias tan peligrosas como el plomo y el aluminio entren en contacto con el medio ambiente. Al realizar el análisis de espectrofotometría inducida con plasma tanto del octapol como de los residuos de las clarificaciones, se encontraron metales pesados, principalmente aluminio en el primero, como plomo y aluminio en los jugos clarificados con subacetato de plomo y octapol y en los sólidos (precipitados) obtenidos de las clarificaciones.

Palabras clave: Clarificación, jugo de caña, sacarosa, subacetato de plomo, “octapol”, aluminio, alcohol etílico, polarimetría, cromatografía de líquidos de alta resolución

CAPÍTULO 1. PROBLEMÁTICA

En los laboratorios de control de calidad de los ingenios azucareros, tanto para el análisis de materia prima (caña de azúcar) y de control de proceso, se utiliza para la clarificación de muestras de soluciones azucaradas y jugos el subacetato de plomo que es un clarificador excelente para la industria azucarera.

Sin embargo, debido al impacto que el plomo en forma orgánica y/o biodisponible puede causar al ambiente, es catalogado como tóxico y peligroso, por lo cual constituye una fuente de contaminación ambiental.

Se ha planteado en varios foros el uso de un reactivo conocido comercialmente como "octapol", que parece estar basado en sales de aluminio y copolímeros. Las sales de aluminio, dependiendo de su forma química podrían ser también un producto tóxico y sus residuos potencialmente peligrosos (Panizza-de-León, 2006).

En la presente investigación se pretende demostrar que el alcohol etílico, aunque es una sustancia de carácter volátil e inflamable, posee la capacidad de precipitar materiales con un peso molecular mayor a 10,000 daltones y sus residuos son menos peligrosos que los que contienen plomo y aluminio. Esta opción podría evitar el uso de reactivos potencialmente contaminantes y tóxicos debido al impacto que pudieran causar al ambiente (Castillo-Guajardo, 1996).

Se compararán los tres métodos de clarificación mencionados con objeto de evaluar la bondad del alcohol etílico como sustituto de los otros dos agentes clarificantes, subacetato de plomo y octapol.

En la industria azucarera mexicana, los responsables del control de calidad de los ingenios azucareros toman muestras de los jugos para determinar el contenido de sacarosa a los laboratorios de cada ingenio.

Esta operación de muestreo y análisis se lleva a cabo por personal del ingenio (químicos) en presencia del o los representantes de los cañeros.

Esta etapa es un punto crucial para la relación entre los cañeros (personas que cultivan y venden la materia prima) y los ingenios azucareros (fábricas que procesan la materia prima para obtener diversos productos de ella), ya que dependiendo del contenido de sacarosa por tonelada de caña se efectúan los pagos a los proveedores de la materia prima (cañeros).

Las muestras deben seguir un procedimiento protocolizado en las normas específicas aprobadas en forma bilateral por las partes. En ellas se plantea su clarificación en el laboratorio utilizando subacetato de plomo, de acuerdo con la norma mexicana NMX-F-271-1991 Método del peso normal (DOF, 1991).

Dado que internacionalmente se ha insistido en la problemática generada por los residuos de estos análisis, ya que se envían directamente a los drenajes de los ingenios azucareros y de estos a los cuerpos receptores, han habido propuestas de utilización de otros agentes precipitantes para clarificar el jugo en los laboratorios.

Haciendo una búsqueda de posibles agentes clarificantes, a continuación se presenta una tabla elaborada con esa búsqueda bibliográfica (Tabla 1).

Como se puede observar en la Tabla 1, los diferentes agentes de clarificación existentes son todos de naturaleza potencialmente tóxica y contaminan los efluentes de los laboratorios de control de calidad de los ingenios azucareros.

Tabla 1.1. Otros agentes de clarificación para soluciones azucaradas

Agente clarificante	Características y modo de empleo	Referencia bibliográfica
La crema de alúmina	Se prepara mediante la adición de un ligero exceso de hidróxido de amonio a una solución saturada de alúmina. Puede usarse sin lavar, o bien lavado por decantación repetida	Kirk (1996)
El acetato de plomo básico	Se recomienda agregar después de la crema de alúmina con el propósito de reducir la tendencia a absorber los azúcares, el exceso de plomo debe eliminarse mediante la adición de una solución de sulfato de sodio	Kirk (1996)
El acetato de plomo neutro	Agente clarificante menos eficiente, pero parece no absorber los azúcares	Kirk (1996)
Ferrocianuro de zinc	Buen agente de clarificación	Kirk (1996)
El carbón animal	Tiende a absorber los azúcares	Kirk (1996)
Ácido fosfotúngstico y tungstato de sodio	Buen agente clarificante	Kirk (1996)
Reactivo denominado Octapol	Buen agente clarificante	NMX-F-271-1991 Método del peso normal (DOF, 1991)
Reactivo denominado Separan AP-30	Buen agente clarificante	Spencer y Meade (1967)

1.1. OBJETIVOS

Los objetivos de esta investigación son:

- Comparar el subacetato de plomo vs. el octapol vs. el alcohol etílico como agentes clarificantes utilizados para muestras de jugos obtenidos de la caña de azúcar.
- Encontrar las condiciones adecuadas del uso del alcohol etílico como agente clarificante para obtener mayor eficiencia del agente clarificante.

- **1.2. METAS**

Las metas de esta investigación son:

- Llevar a cabo dos metodologías analíticas para cuantificar la cantidad de sacarosa presente en el jugo mezclado previamente clarificado, la polarimetría y la cromatografía de líquidos de alta resolución. Se probó la metodología específica de cromatografía de líquidos de alta resolución para medir los azúcares: glucosa, fructosa y sacarosa presentes en los jugos de caña denominados desmenuzado y verde.
- Comparar los resultados obtenidos de concentración de sacarosa en el jugo mezclado obtenidos por polarimetría y por cromatografía de líquidos de alta resolución.
- Llevar a cabo un método de destilación simple para la recuperación del etanol utilizado para la clarificación del jugo mezclado
- Identificar la presencia de plomo (Pb) y aluminio (Al) en los residuos generados en las clarificaciones de jugo de caña.

1.3. HIPÓTESIS

El agente clarificante alcohol etílico (etanol) es tan efectivo como el subacetato de plomo actualmente normado y no presenta riesgos de contaminación y toxicidad en los residuos generados por los laboratorios analíticos de los ingenios azucareros.

CAPÍTULO 2. ANTECEDENTES

2.1. LA CAÑA DE AZÚCAR Y EL AZÚCAR

La caña de azúcar es uno de los cultivos más viejos en el mundo. Se cree que empezó hace unos 3000 años como un tipo de césped en la isla de Nueva Guinea y de allí se extendió a Borneo, Sumatra e India (Anónimo, 2006a).

El término de azúcar se escuchó primero en la India tan temprano como en el año 3000 A.C. Una leyenda local en las Islas de Salomón dice que los antepasados de la raza humana se generaron de un tallo de la caña. Una corona hecha de caña de azúcar se describe en el Atharvveda, libro sagrado de los hindúes, escrito aproximadamente 800 A.C. El general griego Nearchus, quien acompañó a Alejandro el Grande a la India en el siglo IV A.C., cuenta de una caña que produjo 'miel' sin la ayuda de las abejas (Anónimo, 2006a).

Cristóbal Colón introdujo la caña en América en su segundo viaje (1493) a la isla de La Española, cañas que no prosperaron. Tan sólo en 1501 fueron introducidas plantas que sí crecieron. El éxito de las plantaciones de azúcar en el Santo Domingo llevó a su cultivo a lo largo del Caribe y América del Sur (Anónimo, 2006a).

La caña de azúcar es una gramínea gigante perenne del género *Saccharum* que crece en los climas tropicales y subtropicales, con temperaturas promedio de 20 a 30°C (Carmona, 1997). Durante la temporada del año en que prevalecen temperaturas altas y es máxima la actividad pluvial, la caña de azúcar alcanza un gran crecimiento. Bajo estas condiciones la fotosíntesis se desplaza hacia la producción de carbohidratos de alto peso molecular como la celulosa y otros compuestos que constituyen el follaje y el soporte fibroso del tallo. El fruto agrícola de la caña de azúcar es el tallo, en el que se acumula sacarosa en el periodo de maduración (GEPLACEA, 1988).

La caña florece luego de estar completamente madura por lo que el corte para su uso industrial se produce antes de la floración.

En la Figura 2.1 se muestra el incremento de concentración de sacarosa presente en la caña de azúcar durante el periodo de la zafra¹.

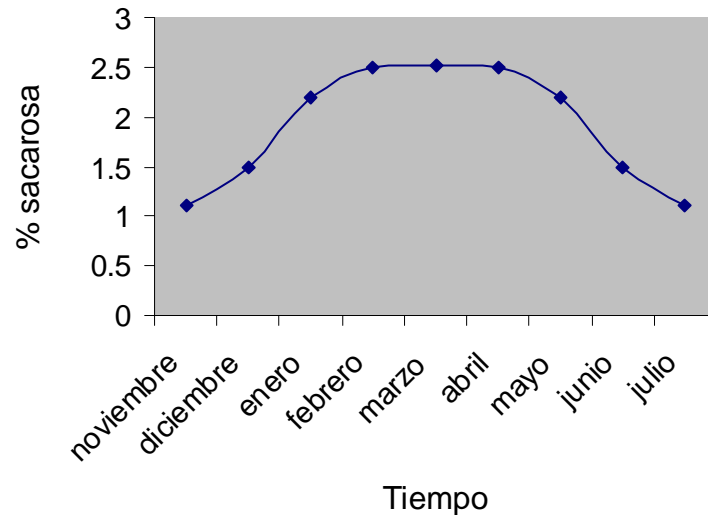


Fig. 2.1. Porcentaje de sacarosa en la caña de azúcar durante la zafra (Sarmiento, 2007)

2.1.1. Posición de la caña de azúcar en el reino vegetal (Pedrosa-Puertas, 1975)

De acuerdo con la bibliografía, la caña de azúcar pertenece a:

Tipo: Fanerógamas	Familia: Gramináceas	Variedades:
Subtipo: Angiosperma	Tribu: Antropógeas	Naturales de <i>Saccharum officinarum</i> : Cristalina blanca, Cheribón, Batjam,
Clase: Monocotiledóneas	Género: <i>Saccharum L.</i>	Banjarmasin, Badlla,

¹ (Del ár. hisp. *sáfra*, y este del ár. clás. *safrāh*, viaje, por el que hacían los temporeros en época de recolección).

1. f. Cosecha de la caña dulce.
 2. f. Fabricación del azúcar de caña, y, por ext., del de remolacha.
 3. f. Tiempo que dura esta fabricación.

Orden: Grumales	Especie: <i>Saccharum officinarum</i> L. (cultivada)	Caledonis amarilla, Fidji, Loethers Naturales de <i>Saccharum sinense</i> : Uba Kavangir y Cayena
-----------------	--	---

2.1.2. Datos de producción de azúcar a partir de la caña de azúcar en México (CNPR, 2007)

En la Tabla 2.1 se presenta la eficiencia de producción mundial de caña en varios países del orbe.

Tabla 2.1. Producción mundial en campos cañeros (CNPR, 2007)

País	Toneladas por hectárea
Colombia	110-120
Australia	90-100
Guatemala	78-90
México	74-75
EEUU	68-75
Sudáfrica	65-68

a) Producción

De acuerdo con la Cámara Nacional de las Industrias Azucarera y Alcohólica, la producción de caña de azúcar se registra en 15 estados del país. En el país, se benefician 227 municipios de la caña de azúcar (CNIIAA, 2007):

En la Tabla 2.2 se presentan los estados productores de caña de azúcar en México y el número de ingenios con los que cuentan.

Tabla 2.2. Estados productores y número de ingenios que poseen (CNPR, 2007)

Estados productores	Número de ingenios
Veracruz	22
Jalisco	6
San Luís Potosí	4
Oaxaca	4
Michoacán	3
Tabasco	3
Sinaloa	3
Chiapas	2
Nayarit	2
Puebla	2
Tamaulipas	2
Morelos	2
Quintana Roo	1
Colima	1
Campeche	1

La agroindustria de la caña de azúcar tiene un efecto socioeconómico en 12 millones de personas.

Actualmente en México operan 58 ingenios azucareros.

La Unión Nacional de Cañeros participa con el 43% de la producción total de caña.

El cultivo de la caña se tiene en un superficie de 680 mil hectáreas a nivel nacional.

La superficie cosechada en el ciclo 2003/2004 fue de 610 mil hectáreas.

La participación de producción de caña de azúcar en el PIB nacional es de 0.5%.

México ocupa el 4º lugar en la relación producción de caña de azúcar por hectárea a nivel mundial.

b) Competitividad

Durante la zafra 2004/2005, el total de la caña molida de azúcar fue de 50.9 millones de toneladas.

El rendimiento promedio por hectárea en campo fue de 77.5 toneladas por ha.

La producción de azúcar fue de 5.8 millones de toneladas.

El azúcar producido por hectárea fue de 8.8 toneladas.

c) Empleos generados

La producción de caña de azúcar en México genera: 440 mil empleos directos y 2.5 millones de empleos indirectos.

d) Consumo

En México el consumo de azúcar por habitante oscila alrededor de 44 kilogramos, anualmente.

e) México en el mundo

México ocupa en el contexto mundial del azúcar los siguientes lugares:

7º lugar en producción de azúcar

7º lugar en el consumo de azúcar

4º lugar en la producción de campo de caña de azúcar

Entre el 4º y 5º lugar en la producción de azúcar por hectárea.

f) Mercado de azúcar y edulcorantes de diferentes orígenes

A nivel nacional, el consumo de azúcar y edulcorantes es de 5.4 millones de toneladas, de los cuales:

5.2 millones corresponden a azúcar

200 mil toneladas a jarabe de alta fructosa de maíz importada de los EEUU

Se estima que en el año 2008, el consumo llegue a 6 millones de toneladas. Lo anterior significa que el incremento de consumo de azúcar y edulcorantes en México es de 200 mil toneladas por año.

g) Tipos de azúcar

Las principales fuentes de este disacárido, como ya se mencionó, son la caña de azúcar y la remolacha azucarera y, frecuentemente, se encuentra en vegetales (Belitz y Grosch, 1997). Existen cuatro calidades de azúcar normalizadas (Anónimo, 2006b). Sus especificaciones son: Crudo, blanco, blanco especial y refinado. A continuación se da una breve descripción de ellas:

Azúcar crudo

Definición. El azúcar crudo es el producto cristalizado obtenido del cocimiento del jugo de la caña de azúcar (*Saccharum officinarum* L) o de la remolacha azucarera (*Beta vulgaris* L), constituido esencialmente por cristales sueltos de sacarosa cubiertos por una película de su miel madre original. No debe presentar impurezas que indiquen una manipulación inadecuada del producto.

Azúcar blanco

Definición. El azúcar blanco es el producto cristalizado obtenido del cocimiento del jugo de la caña de azúcar (*Saccharum officinarum* L) o de la remolacha azucarera (*Beta vulgaris* L), constituido esencialmente por cristales sueltos de sacarosa obtenidos mediante procedimientos industriales apropiados y que no han sido sometidos a proceso de refinación.

Azúcar blanco especial

Definición. El azúcar blanco especial es el producto cristalizado obtenido del cocimiento del jugo de la caña de azúcar (*Saccharum officinarum* L) o de la remolacha azucarera (*Beta vulgaris* L), constituido esencialmente por cristales sueltos de sacarosa obtenidos mediante procedimientos industriales apropiados y que no han sido sometidos a proceso de refinación.

Azúcar refinado

Definición. El azúcar refinado es el producto cristalizado constituido esencialmente por cristales sueltos de sacarosa obtenidos a partir de la fundición de azúcares crudo o blanco y mediante los procedimientos industriales apropiados. Debe tener color blanco, olor y sabor característicos y no debe presentar impurezas que indiquen una manipulación inadecuada del producto.

2.2. COMPOSICIÓN DE LA CAÑA DE AZÚCAR (GEPLACEA, 1988)

La composición de la caña de azúcar varía de acuerdo a las variedades y condiciones específicas de crecimiento, maduración y cosecha. Está constituida principalmente por:

Agua
Sacarosa
Fibra
Sólidos orgánicos
Cenizas
Azúcares reductores

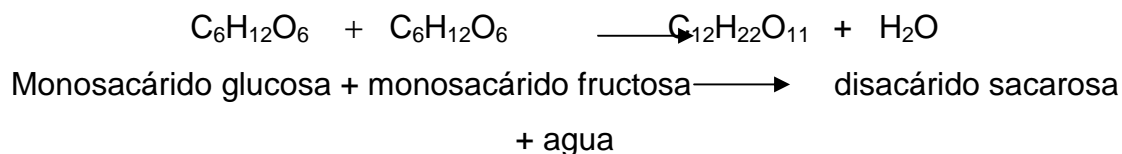
2.2.1 Oligosacáridos (Baduí-Dergal, 1999)

A este grupo de sustancias se les considera como el producto de la condensación de 2 a 10 monosacáridos mediante un enlace glucosídico, cuando el número monómeros es mayor, la molécula resultante se llama polisacárido.

En el área de los alimentos, los más importantes son los disacáridos y algunos tri y tetrasacáridos.

Un disacárido se sintetiza por la unión de dos monosacáridos, con la consecuente pérdida de una molécula de agua, pero también se pueden obtener por hidrólisis de los polisacáridos.

Ejemplo, la síntesis de la sacarosa:



Durante la formación, uno de los azúcares elimina su OH anomérico para poder establecer el enlace glucosídico. Al monómero que lo cede se le agrega el sufijo "sil", que va inmediatamente después de su nombre.

Por ejemplo, la sacarosa es β -D-fructofuranosil -- α -D—glucopiranosido.

La hidrólisis química de los enlaces glucosídicos de los oligosacáridos depende de factores como el pH, la temperatura, la configuración anomérica, ya que, las de configuración β resisten más que las de configuración α (Figura 2.2).

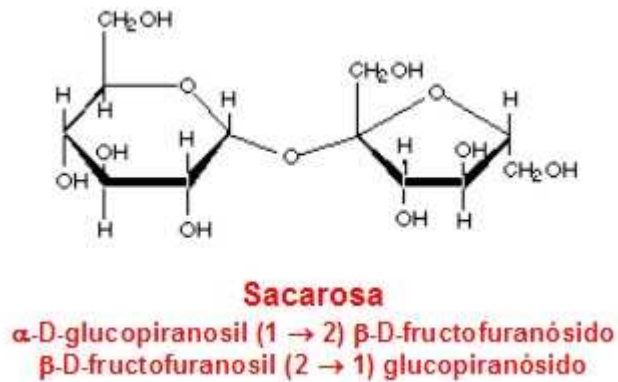


Fig. 2.2. Molécula de la sacarosa

2.2.2. Propiedades de la sacarosa (Baduí-Dergal, 1999)

1. Fórmula condensada $C_{12} H_{22} O_{11}$
2. La sacarosa es un (β -D-fructofuranosil -- α -D--glucopiranósido)
3. Punto de fusión es de $160^{\circ}C$
4. Su rotación específica $[\alpha]_d^{20} + 66.53$ (capacidad de hacer girar el plano de la polarización), hace girar el plano de polarización en el sentido de las manecillas del reloj, y por eso se le denomina dextrorrotatorio o dextrógiro
5. Es un oligosacárido heterogéneo es decir, está integrado por una molécula de glucosa cuyo carbono aldehídico se une al grupo cetónico de la fructosa, estableciendo un enlace glucosídico β (1,2) que impide que este disacárido sea reductor por carecer de grupos aldehídos o cetonas libre. Esto parece ser una propiedad importante de este sacárido desde el punto de vista metabólico (Durán-de-Bazúa, 2008)
6. La fructosa que contiene la sacarosa está como furanosa tensionada, lo que hace que el enlace glucosídico sea muy lábil al calor, a los ácidos y a las bases por lo tanto se puede hidrolizar fácilmente produciendo una mezcla altamente reductora de los correspondientes monosacáridos (glucosa y

fructosa), de hecho, entre todos los disacáridos, esta unión es de las más sensibles

7. Tiene un grado de solubilidad muy alto
8. Gran capacidad de hidratación (6.6 ± 0.7 moles de H_2O / mol azúcar)
9. Menos higroscópica que la fructosa
10. Abunda en forma natural en la mayoría de las frutas, las raíces y los granos, en concentraciones que varían de manera considerable según el grado de madurez de estos productos.

Todas las propiedades anteriores hacen que se emplee en la elaboración de diversos alimentos. Comercialmente se obtiene de la caña de azúcar y de la remolacha azucarera.

2.2.3. Azúcar invertido

Se conoce con este nombre a la mezcla de azúcares producida cuando la sacarosa se hidroliza, química o enzimáticamente. El nombre de inversión se refiere al cambio del poder rotatorio que se observa durante dicha hidrólisis, la sacarosa es dextrorrotatoria ($+66^\circ$), pero al transformarse en glucosa ($+52^\circ$) y en fructosa (-92°), la mezcla resultante desarrolla un poder levorrotatorio (-20°) por la fuerte influencia de la fructosa. (Baduí-Dergal, 1999).

2.3. RESUMEN DEL PROCESO DE LA ELABORACIÓN DEL AZÚCAR A PARTIR DE CAÑA DE AZÚCAR

El azúcar se obtiene industrialmente a partir de la caña de azúcar mediante un proceso que se ha ido modificando a lo largo de los años pero que sigue algunas operaciones unitarias estandarizadas. En el Anexo A-2 se presentan una serie de fotografías del ingenio cooperante que las ejemplifican. El proceso es como sigue:

a. Batey²: Nombre dado en México al patio del ingenio, el cual se acondiciona para el manejo de la caña que proviene del campo:

1. Recepción
2. Descarga
3. Almacenamiento para asegurar la alimentación continua del molino.

Los equipos del cual consta son:

1. **Básculas:** Se usan para pesar la materia prima para conocer el tonelaje de la caña a procesar, que es la base para el cálculo diario del balance de materia.
2. **Grúas:** Existen grúas que descargan la caña directo a la mesa alimentadora o al patio para hacer estibas y moler durante la noche.
3. **Volteadores:** Equipo mecánico usado para voltear la caña directamente del camión ó góndola a los conductores de caña.
4. **Conductores de caña:** Son conductores tipo rodillo que conducen la caña hacia el interior del ingenio.
5. **Cuchillas:** Son unas especies de machetes tipo diente de sierra, las cuales tienen por función trocear la caña para prepararlas, dejando abierto un 50% de células abiertas.
6. **Desfibradora:** Con este equipo se termina de preparar la caña para la molienda, el porcentaje de células abiertas que se obtienen de este equipo es

² (De origen caribe).

1. m. En los ingenios y demás fincas de campo de las Antillas, lugar ocupado por las casas de vivienda, calderas, trapiche, barracones, almacenes, etc.

del 80%. Hasta este equipo la caña ha sido preparada, pero no se le ha extraído todavía el jugo.

b. Molinos: Corresponden a la parte del ingenio donde se realiza la extracción del jugo. En esta etapa del proceso se emplean para la extracción del jugo al menos 6 molinos de 4 mazas cada uno. La caña desfibrada, con un contenido alrededor de 11.8% de sacarosa y 14% de fibra, pasa a través de todo el ³tándem de molinos y, en las unidades intermedias, se le agrega un 25% de agua, conocida como de imbibición, para ayudar a obtener una mayor extracción de azúcar. A la salida del ³tándem se obtiene el bagazo que es el residuo fibroso que contiene un 3% de “pol” (palabra usada en la jerga azucarera para designar la sacarosa aparente medida con un polarímetro) y fibra de 45%. El jugo obtenido se conoce como jugo mezclado por la adición del agua de imbibición, es turbio y cargado de impurezas y con una concentración en grados Brix de 11 a 15°. Esto significa que 100 t de caña con 13.5% de fibra producirán unas 28 t de bagazo (GEPLACEA, 1988). El jugo extraído (jugo mezclado) tiene alrededor de 15°Brix con una pureza fluctuante entre 80 y 87%. Por tanto, 100 t de jugo contendrán 15 t de sólidos totales y entre 12 y 13% de pol. La cantidad de (impurezas), entre ellas las dextranas, en 100 t de jugo pueden entonces variar entre 2 y 3 toneladas (GEPLACEA, 1988).

c. Clarificación: Esta parte del proceso se subdivide en 4 áreas y el objetivo es entregar un jugo limpio, libre de turbiedad y materia en suspensión que repercute en la buena calidad del azúcar. Estas áreas se describen a continuación y son aplicables en México a la llamada azúcar estándar:

1. Sulfitación: El jugo extraído del molino, después de ser pesado pasa a un proceso de sulfitación, el cual se verifica haciendo pasar una corriente de gas

³ (Del lat. *tandem*, a lo largo de, dicho del tiempo y festivamente del espacio).

4. m. Conjunto de dos elementos que se complementan.

en tándem.

1. loc. adv. Dicho de montar ciertos aparatos: De manera que funcionen simultánea o sucesivamente.

sulfuroso a través del jugo mezclado contracorriente, el equipo empleado para este fin, es una torre de madera, donde el gas sulfuroso entra en la parte inferior y el jugo por la parte superior, este proceso baja el pH del jugo original hasta un valor de 3 a 4.

2. Alcalización: El jugo obtenido en la etapa de molienda y sulfitación es de carácter ácido (pH aproximado: 5.2). El producto empleado para este fin es la cal (CaO), la cual se prepara en forma de lechada y se dosifica al jugo, hasta alcanzar un valor normal de pH entre 7.2 – 7.6, con el objetivo de minimizar las posibles pérdidas de sacarosa. La cal también ayuda a precipitar impurezas orgánicas o inorgánicas que vienen en el jugo. La cal al neutralizar el jugo forma un flóculo, compuesto de proteínas, gomas, sales y compuestos insolubles de combinación básica de calcio. La adición de cal al jugo elimina los ácidos orgánicos del jugo porque las sales de calcio son insolubles (ácido oxálico, tartárico, etc.) y las materias albuminosas se coagulan. Una parte de los materiales pécticos y de los materiales colorantes se destruyen o se insolubilizan. Sin embargo, esta eliminación es relativamente insignificante porque la pureza del jugo defecado (desde el punto de vista químico) es, aproximadamente, la misma que la del jugo antes del tratamiento. El incremento de pureza es, generalmente, de 1 a 2 puntos de pol y, algunas veces, no se obtiene ningún incremento. La purificación es, sobre todo, física ya que se forma un precipitado fácil de observar, debido sobre todo a los materiales coagulados. Este precipitado se conoce como cachaza⁴ y arrastra las impurezas físicas al envolverlas. Para aumentar o acelerar el poder coagulante de la cal, se eleva la temperatura del jugo “encalado” mediante un sistema de intercambiadores de calor de tubos. En la clarificación del jugo, que se realiza por sedimentación; los sólidos o cachaza, precipitan por su densidad diferente a la del jugo y separan muchas de las impurezas indeseables, como las dextranas.

⁴ 1. f. Aguardiente de melaza de caña.

2. f. Espumas e impurezas que sobrenadan en el jugo de la caña de azúcar al someterlo a la acción del fuego.

3. Calentamiento: Con el fin de acelerar la reacción de eliminar todos los cuerpos insolubles del jugo en forma de lodo, se calienta el jugo alcalizado hasta una temperatura de ebullición de 100–105°C, con lo que se asegura una buena reacción de la lechada de cal y la mejor vía para facilitar la separación de los lodos y demás materia insoluble. El equipo empleado son los calentadores de jugo, los cuales funcionan en dos etapas, el primer calentamiento eleva la temperatura de 30–60°C y el segundo calentamiento eleva la temperatura de 60–105°C. Estos calentadores se denominan de superficie, ya que el jugo circula por el interior de los tubos y el vapor por el exterior de los mismos.

4. Clarificación: El jugo una vez calentado, se envía a un equipo denominado clarificador. Éste es un equipo cerrado provisto de 4 divisiones parciales cónicas iguales, en las cuales es más rápido el asentamiento de los lodos, por ser 4 charolas por equipo, cada compartimiento tiene sus rastras y su fondo de lodos. El jugo entra en la parte superior, se distribuye por todo el equipo y pierde turbulencia el fluido, la separación se lleva a cabo por asentamiento, debido a la diferencia de densidad del jugo y los lodos. Los sólidos insolubles y las sales formadas van al fondo formando un precipitado y el jugo claro sale por la parte superior. De este modo, el jugo se torna neutro, transparente y limpio (clarificado), pero sólo se separan entre 15 y 20% del total de las dextranas. El producto residual de este proceso de clarificación, como ya se dijo, es la cachaza (75% de humedad), que representa aproximadamente 3 o 4% del peso de la caña y contiene 1 y 2% de pol (GEPLACEA, 1988). El jugo claro queda en la parte superior del tanque. Este jugo sobrenadante se envía a las siguientes etapas del proceso. La cachaza, antes de ser desechada al campo para que ayude al mejoramiento de los suelos pobres en materia orgánica, pasa por unos filtros al vacío donde se les recupera el jugo que lleva ocluido.

Dado que esta investigación se dirige a esta etapa del proceso, a continuación se describen las reacciones que ocurren durante la clarificación.

La naturaleza del precipitado que se forma en el guarapo de caña⁵, bajo la acción combinada de la cal y el calor, es primordialmente fosfato tricálcico que, debido a su naturaleza floculenta engloba y absorbe a las dextranas que son precipitadas por el cambio de la reacción. La introducción de agentes clarificantes sintéticos, coagulantes y floculantes, se basa en la adición de los clarificantes en solución diluida o sin solución diluida al jugo caliente alcalinizado. Todavía no se comprende muy bien la acción físico-química de estos compuestos sintéticos (Spencer y Meade, 1967).

d. Evaporación: El objetivo de este proceso, es evaporar la mayor cantidad posible de agua (del jugo) con un mínimo de consumo de energía (vapor). Se realiza empleando evaporadores de múltiple efecto, que consiste en equipos operando en serie. En una cámara de evaporación, el jugo pasa por el interior de unos tubos de cobre, el vapor lo hace por la parte exterior provocando una ebullición del jugo auxiliándose con vacío en el último efecto. El jugo entra con un Brix de 12 a 14°, saliendo con un Brix de 60°. Se elimina por evaporación el 78% del agua que trae el jugo, denominándose el material que sale como meladura, miel fina o melado.

e. Cristalización: La meladura es alimentada a los tachos⁶, nombre que se da en los ingenios azucareros a evaporadores de simple efecto, más robustos, donde se concentra hasta un alto grado de sobresaturación la miel o meladura. De este modo la sacarosa se cristaliza y queda aislada de las impurezas que permanecen disueltas, haciendo posible su separación por centrifugado. La meladura entra al tacho a 60°Brix. Debido a que siempre es necesario dejar sin evaporar una pequeña parte del agua, a fin de que las impurezas se mantengan disueltas formando la miel, es imposible cristalizar de una sola vez toda la sacarosa que contiene la meladura. En esta miel queda también disuelta una importante cantidad de sacarosa y con ella se hace la segunda

⁵ (Voz quechua).

1. m. *Am.* Jugo de la caña dulce exprimida, que por vaporización produce el azúcar.

2. m. *Am.* Bebida fermentada hecha con este jugo.

⁶ 3. m. *Am.* Paila grande en que se acaba de cocer el melado y se le da el punto de azúcar.

masa cocida. Esta primera cocción recibe el nombre de masa cocida de A (pureza, 85%). Cada descarga del tacho se conoce como **Templa**⁷.

e-1. Centrifugación de azúcar “A”: Consiste en separar los cristales de azúcar y las mieles de las masas cocidas, mediante la acción de la fuerza centrífuga de una máquina que gira a 1200 r.p.m. la máquina consta de un cilindro (canasta) de acero con paredes reforzadas, en cuyo interior se fija un tamiz metálico con aberturas pequeñas, para que se puedan retener los granos de azúcar. La operación de purga se divide en 5 ciclos.

Ciclo 1: Cargado de la máquina. La masa entra en la parte superior en marcha lenta de la máquina, se cierra la compuerta a determinada carga (aproximadamente a 450 kilogramos).

Ciclo 2: Purgado de la carga. Es desalojada la miel de los cristales de azúcar por la fuerza centrífuga, la miel desalojada recibe el nombre de miel A y es retornada al proceso.

Ciclo 3: Lavado de los cristales. Los cristales que quedan dentro de las canastas, tienen una película de miel que la cubren, esta miel se tiene que eliminar para ello, por medio de la aspersion de agua muy fría (no hay traducción para las piezas mecánicas responsables de la aspersion, por lo que en los ingenios azucareros a los “hisopos”⁸ se les conoce como **espreas**), las que pulverizan las gotas de agua que lavan los cristales dejándolos más blancos, libre de miel.

Ciclo 4: Deshidratación. Los cristales húmedos libres de miel reducen su contenido de humedad hasta un 0.8 a 1.0%. El líquido desalojado se denomina **lavado de A** y es retornado al proceso ya que contiene azúcar disuelta.

Ciclo 5: Desalojo de la carga. La máquina disminuye la velocidad de 1200 a 2000 r.p.m. Se abre la compuerta en la parte inferior y una especie de arado o rastra desaloja el azúcar de la canasta dejando ésta lista para reiniciar el ciclo. El azúcar desalojado se conoce como **azúcar A**.

⁷ 1. f. *Canarias, Cuba, Honduras y Puerto Rico*. Porción de meladura contenida en un tacho.

⁸ 2. m. Utensilio usado en las iglesias para dar o esparcir agua bendita, consistente en un mango de madera o metal, con frecuencia de plata, que lleva en su extremo un manojo de cerdas o una bola metálica hueca y agujereada, en cuyo interior hay alguna materia que retiene el agua.

e-2. Cristalización azúcar B: Toda la sacarosa que contiene la meladura, no puede cristalizarse de una sola vez. Esto obedece a que cuando la cantidad de cristales formados equivale al 55-60% en peso de la masa cocida, el funcionamiento se hace muy lento y termina por detenerse. Por esta razón se elaboran tres tipos de masas cocidas A, B y C. La miel A desalojada de las centrifugas y el lavado de A por ser materiales de alto contenido de azúcar se reprocessan elaborando una masa cocida de B. El cristal formado es más pequeño que el de la masa A y con una pureza de 78%. Se conoce también como masa cocida intermedia.

e-3. Centrifugación de azúcar B: Para separar los cristales de azúcar formados de la miel, se procede a la separación por medio de centrifugado. Las centrifugas usadas pueden ser iguales a las de A. En algunos ingenios se tienen centrifugas continuas: La masa entra en la parte inferior de una canasta cónica y, conforme se van purgando los cristales, van ascendiendo hasta salir del cono por rebotamiento centrífugo. La miel al pasar por las telas centrífugas también va siendo expulsada a otro compartimiento.

e-4. Cristalización de azúcar C: Para elaborar esta templa, se procede a un ensemillamiento primario, de ahí se comienza alimentar con miel B de baja pureza hasta terminar la templa. Se conoce como masa cocida final o masa de agotamiento. Como es la última templa del proceso (97°Brix), la masa tiene una pureza de 58–60. Una vez desarrollada la templa y descargada se procede a pasarla por medio continuo a un sistema de agotamiento para aprovechar al máximo la sacarosa contenida en las mieles.

e-5. Centrifugado de masa C: La masa cocida final, una vez enfriada, se envía a la separación de los cristales y de la miel por medio de centrifugas continuas. El azúcar separado se usa para semilla de las masas B. Tiene una pureza de 82% y un tamaño de cristal de 100 micrómetros. La miel obtenida se denomina **miel final o miel incristalizable** y se manda a los tanques exteriores, para su almacenamiento y venta. Tiene una pureza de 36% y no es reprocesable por que no es rentable.

f. Secado y envase: El azúcar obtenido en las centrifugas de A, con un contenido de humedad de 0.8%, se manda a un secador rotatorio para azúcar. Éste es un equipo cilíndrico horizontal que, por medio de un radiador calentado por vapor introduce una corriente de aire caliente, que pasa a través del azúcar en movimiento por el giro del tambor en movimiento, secándola. El azúcar sale de este equipo con 0.04% de humedad. Una vez seca esta azúcar se manda a las tolvas que alimentan a las básculas automáticas que pesan lotes de 50 kg de azúcar neto por descarga. Cada descarga es recibida en un saco abierto en el extremo superior pasándola después por una máquina que lo cose cerrándolo. Los sacos de azúcar envasados se envían para su almacenaje a bodegas, para su distribución o venta.

Existen otras áreas del proceso que son fundamentales en la elaboración del azúcar y éstas son:

1. Calderas: En este departamento se genera el vapor que mueve toda la fábrica.

2. Planta eléctrica: Aquí se genera toda la energía eléctrica que mueve los motores de la fábrica.

3. Laboratorio químico: Este departamento se encarga de analizar la materia prima, los materiales resultantes del proceso y producto terminado, así como los subproductos, generando información diaria y semanal de los balances de materia, aprovechamiento de la fábrica y pérdidas de azúcar durante el proceso de molienda y elaboración.

El azúcar (sacarosa) se obtiene como producto cristalizado para su comercialización y como componente de la miel final, que constituye normalmente del 32 al 38% de su peso. A la sacarosa se suman en la miel los azúcares reductores (glucosa y fructosa) procedentes de la hidrólisis de la sacarosa en el jugo, para constituir en conjunto, entre el 50 y 60% de azúcares totales (GEPLACEA, 1988).

2.4. ESTUDIO DE CASO

En los laboratorios de control de calidad en los ingenios azucareros se extrae información tomando muestras representativas de cada uno de los materiales que entran en el proceso de elaboración: como subproductos, materiales resultantes del proceso y producto terminado (azúcar).

2.4.1. Cuantificación del % de sacarosa

Con objeto de verificar el contenido de sacarosa del jugo caña de azúcar, en el laboratorio químico, se lleva a cabo la clarificación de muestras tomadas al azar de los jugos de caña obtenidos de la molienda para que sean analizados por métodos químicos como la polarimetría.

2.4.2. Método de clarificación de jugo mezclado en los ingenios azucareros a nivel de laboratorio

Para el método de cuantificación de sacarosa aparente (pol) se requiere clarificar muestras de jugo mezclado y para ello se emplea subacetato de plomo siguiendo la metodología de la Norma Mexicana **NMX-F-271-1991. Industria Azucarera – determinación de pol (sacarosa aparente) en muestras de jugos de especies vegetales productoras de azúcar – método del peso normal** (DOF, 1991), ya que este jugo obtenido en la etapa de “molienda” es de carácter ácido (pH aproximado: 5.2), turbio y cargado de impurezas. Este jugo se conoce como jugo mezclado (mezcla de jugo y agua de imbibición). En las tuberías de salida, los químicos encargados del Laboratorio Químico de los ingenios azucareros, toman muestras para determinar su contenido de sacarosa, en una sección del laboratorio de control de calidad a la que se denomina en la “jerga” azucarera **KARBE** (**k**ilogramo de **a**zúcar **r**ecuperable **b**ase **e**stándar).

En el laboratorio de control de calidad del ingenio azucarero, el químico, acompañado de un representante del sector cañero se dirigen al muestrador automático (que se encuentra bajo llave) donde se encuentra un recipiente que

se va llenando de la muestra durante un lapso de 60 minutos y cada hora se recoge el recipiente para realizar la clarificación y verificar el contenido de sacarosa en el laboratorio. Con estas mediciones del contenido de sacarosa se lleva un registro de la calidad del jugo y con esta información se determina la calidad del tonelaje de la caña de azúcar que ingresa al proceso para así efectuar los pagos a los proveedores de la materia prima (cañeros). Dada la premura de estar realizando estas mediciones cada hora y de no medir de manera precisa los reactivos analíticos, significa que se están generando más residuos de los estrictamente necesarios para estos análisis, los que al ser vertidos por el drenaje de la planta y llevar el subacetato de plomo disuelto que no reaccionó y los sólidos precipitados con él, pueden causar problemas ambientales.

Otros métodos en estudio

Como los residuos de esta técnica se van a los drenajes y el compuesto químico de plomo es probablemente biodisponible, se ha planteado a nivel mundial sustituirlo con un reactivo conocido comercialmente como “octapol” que contiene sales de otros metales, entre ellos aluminio. Este último, sin embargo, recientemente también se ha reportado como potencialmente peligroso para la salud cuando se encuentra en forma biodisponible (Panizza-de-León, 2006).

La clarificación con etanol, con base en estudios previos con mieles y soluciones azucaradas de su uso como agente clarificante o coagulante a nivel laboratorio, posee la capacidad de precipitar materiales con pesos moleculares mayores a 10,000 daltones que son los que están generalmente presentes en los jugos de caña. Aunque es una sustancia de carácter volátil e inflamable, definitivamente sus residuos son menos peligrosos que los del plomo y el aluminio del octapol (Castillo-Guajardo, 1996; Severiano, 1997), ya que como se vio en la Tabla 1.1, la naturaleza de la mayor parte de los agentes clarificantes es potencialmente tóxica.

Tomando en cuenta que, actualmente, existen laborando 58 ingenios azucareros en el país durante 6 meses al año (procesando 50 millones de toneladas de caña en ese lapso) y que, aún cuando tienen sistemas de tratamiento de sus efluentes, el plomo saldría de ellos sin tratamiento o estabilización, ya que en el tratamiento de aguas por microorganismos estos no lo metabolizan, se tendrá un problema potencial para los cuerpos de agua que reciban estas aguas tratadas. A continuación, se presenta en la Tabla 2.3 la cantidad que se generaría potencialmente de estos residuos considerando el número de muestras que se clarifican por día empleando los reactivos subacetato de plomo y/u octapol.

Tabla 2.3. Uso de los reactivos subacetato de plomo y octapol durante el proceso de una zafra (seis meses aproximadamente)

Reactivo	En que se usa	Número de muestras	Volumen de aguas residuales con plomo/aluminio (mL)
Subacetato de plomo	% de pol en bagazo	24 muestras al día	2400
	% de pol en jugo mezclado	24 muestras al día	2400
	% de pol en jugo residual	24 muestras al día	2400
Octapol	En el laboratorio de cañas	100 muestras al día	10000
	% de pol en jugo desmenuzado	6 muestras al día	600
	% de pol en jugo claro	6 muestras al día	600
	% de pol en meladura	18 muestras al día	1800
	% de pol en cachaza	36 muestras al día	3600
	% de pol en azúcar	3 muestras al día	300
	% de pol en miel A	24 muestras al día	2400
	% de pol en miel B	24 muestras al día	2400
	% de pol en semilla A	24 muestras al día	2400
	% de pol en semilla B	24 muestras al día	2400
	% de pol en semilla C	24 muestras al día	2400
	% de pol en miel final	24 muestras al día	2400
	Templa A	28-30 muestras al día	2800 / 3000
	Templa B	13-15 muestras al día	1300 / 1500
	Templa C	8-10 muestras al día	800 / 1000
Total de aguas residuales generadas considerando que todos los 58 ingenios produjeran aproximadamente los mismos volúmenes de aguas residuales ya que, independientemente de su producción, deben tomar muestras cada hora			9328 L ó 9.328 m ³ / 6 meses 541024 L ó 541 m ³ / 58 ingenios

2.4.3. Contaminación por metales

Metales tóxicos

Definición: Un metal tóxico es aquel que pertenece al grupo de elementos que no son necesarios o benéficos, capaces de causar efectos indeseables en el metabolismo, aún a concentraciones bajas.

Los metales que se encuentran en los alimentos deben su presencia a diferentes causas, que van desde su obtención o cultivo, hasta su industrialización o distribución.

Algunos metales, como el plomo o el mercurio, pueden considerarse como tóxicos sistémicos, es decir, que pueden afectar a más de un órgano, si son ingeridos (sistema gastrointestinal) y distribuidos a diferentes órganos por la sangre (Valle-Vega, 2005).

Plomo (Pb):

Número atómico 82

Peso o masa molecular 207.19 g/mol

El plomo está considerado como veneno acumulativo si está presente en pequeñas concentraciones constantemente en el agua potable, pudiendo conducir a enfermedades graves o a la muerte (Turk y col., 1973).

Mecanismo de acción:

Sus principales efectos tóxicos fueron caracterizados desde hace unos 2000 años en la cultura grecorromana, llamándosele saturnismo ó plumbismo a la enfermedad causada por la ingestión de este metal, en la cual se presenta: pigmentación de los glóbulos rojos, un retraso en la maduración de glóbulos rojos de la médula ósea e inhibición de la síntesis de hemoglobina debido a la insuficiencia del ácido δ aminolevulínico y de cuproporfirina III (los cuales son eliminados en orina). Las enzimas δ -aminolevulínicodehidratasa y la sintetasa

del grupo hemo son responsables de la formación del porfobilinógeno, así como las de la incorporación de hierro en la protoporfirina IX, siendo las enzimas más afectadas y, por lo tanto, la determinación de su actividad sirve como índice de la intoxicación por plomo, antes de que síntomas más graves aparecen. Estas enzimas son inhibidas a niveles de 0.2 a 0.4 mg/kg de plomo en sangre. Los síntomas de intoxicación comprenden además de los efectos mencionados, problemas gastrointestinales extendiéndose al sistema nervioso, riñón y corazón (Valle-Vega, 2005).

Aluminio (Al):

Número atómico: 13

Peso o masa molecular: 27 g/mol

En la actualidad se duda de la inocuidad del aluminio proveniente de recipientes para cocinar o de empaques y, aparentemente, puede ser una de las causas que provoca la enfermedad de Alzheimer y osteodistrofia (Panizza-de-León, 2006; Valle-Vega 2005).

El aluminio crea una condición que, en la enfermedad de Alzheimer, provoca que los iones de aluminio reemplacen a iones de hierro, acumulándose en las células y, por lo tanto, posiblemente contribuyen a aumentar los síntomas de la enfermedad ya existente.

Las fuentes más comunes de contaminación con aluminio son:

- | | |
|--------------------------|-----------------|
| 1 Utensilios de cocina | 4. Agua liviana |
| 2 Alimentos procesados | 5. Cigarros |
| 3 Envolturas de aluminio | |

2.4.4. Métodos de cuantificación de carbohidratos

El método de elección dependerá de varios factores, por ejemplo, el tipo de información requerida, el tiempo, los aparatos disponibles y la calidad del personal disponible. Sin embargo, la tecnología moderna y los cambios en la legislación a menudo requieren análisis más específicos, sensibles y lo más importante, tecnologías más limpias. Éstos pueden ser proporcionados por la cromatografía de gases, los métodos enzimáticos y la cromatografía de líquidos de alta resolución (Kirk, 1996).

Los métodos disponibles para la determinación cuantitativa de los carbohidratos de los alimentos se basan principalmente en:

La refractometría

La polarimetría

Los métodos reductores

La cromatografía de intercambio iónico

La cromatografía de líquidos de alta resolución

La cromatografía de gases

La espectrofotometría basada en reacciones enzimáticas y de color (Kirk, 1996)

A continuación se describen los métodos de polarimetría y cromatografía de líquidos de alta resolución, que son los que se usaron en esta investigación.

2.4.4.1. Polarimetría

Definición: Luz polarizada:

La luz ordinaria (sol) o la de una lámpara incandescente es una onda electromagnética, cuyo vector eléctrico oscila en todas las direcciones en ángulo recto a la dirección de propagación. Por lo tanto un rayo de luz ordinaria esta compuesto de vibraciones que se propagan en un número infinito de planos. Por medio de varios dispositivos ópticos es posible lograr que un rayo de luz vibre en un solo plano, por lo tanto se dice que esta luz esta polarizada.

Principio de la polarimetría

Cuando un rayo de luz polarizada pasa a través de una solución azucarada, la rotación de la luz varía con: La concentración de la solución, la longitud de la celda, la longitud de onda de la luz y la temperatura.

Si se tiene una longitud constante de la celda y la longitud de onda de la luz, la temperatura, el peso y el volumen y la fuente de la luz son estándar, la rotación se vuelve función de la concentración del azúcar presente en la muestra. Por lo tanto al medir la rotación en estas condiciones constantes se determina la concentración del azúcar presente (Spencer y Meade, 1991).

Polarímetro fotoeléctrico

El principio usado por todos los polarímetros fotoeléctricos implica un elemento adicional entre el polarizador y el analizador que oscila periódicamente a través del plano de polarización. La intensidad de la luz en el analizador se mide con una celda fotoeléctrica y presenta dos picos de intensidad a medida que el plano oscila a cada plano. Un elemento frecuentemente usado en los polarímetros automáticos es la celda de Faraday, que utiliza la propiedad del vidrio de volverse ópticamente activos en un campo magnético. Mediante un detector fotoeléctrico, la medición óptica del contenido de azúcar puede operarse automáticamente sin necesidad de hacer coincidir un campo dividido por medio de los ojos (Meade-Chen, 1991).

2.4.4.2. Cromatografía de líquidos de alta resolución (CLAR)

Es un método que permite separar y cuantificar los componentes de una mezcla. Es ampliamente utilizado por su sensibilidad, su fácil adaptación a las determinaciones cuantitativas exactas, por la separación de compuestos no volátiles o termolábiles. Su aplicación mayor es para sustancias que son de primordial interés como aminoácidos, carbohidratos, etc., tanto en la industria como en muchos campos de la ciencia.

La muestra se desplaza con una fase móvil (en este caso un líquido). Esta fase móvil se hace pasar por una fase estacionaria con la que es inmisible que se fija a una columna. Las dos fases se eligen de tal forma, que los componentes de la muestra se distribuyen de modo distinto entre la fase móvil y la fase estacionaria. Aquellos componentes que son fuertemente retenidos por la fase estacionaria se mueven lentamente con el flujo de la fase móvil; por el contrario, los componentes que se unen débilmente a la fase estacionaria, se mueven con rapidez. Como consecuencia de la distinta movilidad, los componentes de la muestra se separan en bandas que pueden analizarse cuantitativamente y cualitativamente (Skoog y col., 2001).

Componentes e instrumentos para un cromatógrafo de líquidos de alta resolución

Recipientes de vidrio donde se colocan los disolventes.

Equipo de filtración: El objetivo es la filtración del polvo y partículas sólidas en suspensión de los disolventes para evitar que dichas partículas dañen la bomba o el sistema de inyección y la columna.

Desgasificador o baño ultrasónico: El objetivo es quitar as burbujas de aire que interfieren en los ensanchamientos de las bandas y a menudo interfieren en el funcionamiento del detector

Bomba: Los requisitos para un sistema de bombeo en CLAR constituyen: 1) La generación de presiones por encima de 41200 kPa (6000 psig), 2) Un flujo libre de pulsaciones, 3) Un intervalo de caudales de 0.1 a 10 mL/min, 4) El control y la reproducibilidad del caudal mejor del 0.5 por 100 relativo, 5) Componentes resistentes a la corrosión. (acero inoxidable o teflón)

Sistema de inyección: Implica la inyección con una jeringa para la introducción de la muestra. La jeringa entra a través de unos dispositivos llamados bucles, que están integrados a las válvulas del equipo cromatográfico. Hay bucles intercambiables que permiten la elección de tamaños de muestra desde 5 a 500 μ L. Con bucles de este tipo se puede introducir la muestra a presiones de hasta 48051 kPa (7000 psig). También existen válvulas de inyección de micromuestras con bucles con volúmenes de 0.5 a 5 μ L.

Columna: La elución implica el transporte de una especie a través de una columna por la adición continua de una fase móvil, una porción de la muestra se introduce en la parte superior de la columna (t_0) después los componentes de la muestra se distribuyen entre las dos fases (t_1). Las sucesivas adiciones de la fase móvil hacen avanzar las moléculas de soluto por la columna a cierta velocidad.

Fase móvil: Disolventes ó mezcla de disolventes con distintas propiedades como, viscosidad, índice de refracción, punto de ebullición, índice de polaridad y fuerza del eluyente.

Fase estacionaria: Columnas de tubo de acero inoxidable de diámetro interno uniforme, aunque en algunas ocasiones pueden ser tubos de vidrio de paredes resistentes, aunque estas últimas sólo se utilizan a presiones menores de unos 600 psig o 4211 kPa pueden ser columnas analíticas, precolumnas, columnas "termostatizadas" y columnas con rellenos de fases unidas químicamente, se preparan con sílice rígida ó composiciones constituidas principalmente con sílice y unidos a grupos como OH, amino, etc.

Detector: Los detectores en cromatografía de líquidos son de dos tipos básicos:

1. Los detectores que se basan en la medida de una propiedad de la disolución que responden a una propiedad del efluente tal como el índice de refracción, la constante dieléctrica ó la densidad, que se modifica por la presencia de los analitos.
2. Los detectores basados en una propiedad del soluto, que responden a algunas de las propiedades del soluto, como la absorbancia en el UV con filtros ó con monocromadores, en el infrarrojo, fluorescencia ó corriente límite, luz dispersada tras evaporación, que no son inherentes a la fase móvil.

También hay detectores de espectrometría de masas y detectores electroquímicos.

Índice de refracción: Este detector se basa en la medida de una propiedad de la disolución, y responde a una propiedad del efluente ya que se modifica por la presencia de los analitos. El disolvente en su camino hacia la columna pasa a través de una mitad de la cubeta y el eluyente de la columna pasa por la otra mitad. Los dos compartimentos están separados por una placa de vidrio montada a un ángulo tal que si las dos disoluciones difieren en el índice de refracción, se produce una desviación del haz incidente. El desplazamiento resultante del haz con respecto a la superficie fotosensible del detector provoca una variación de la señal de salida, la cual una vez amplificada y registrada proporciona el cromatograma. Tienen la ventaja de que responden a casi todos los solutos, es decir son universales.

Tiempo de retención: El tiempo que transcurre después de la inyección de la muestra hasta que el pico de concentración del analito alcanza el detector se llama tiempo de retención.

Cromatograma: La posición de los picos sobre el eje del tiempo sirven para identificar los componentes de la muestra. Las áreas y las alturas de los picos proporcionan una medida cuantitativa de la cantidad de cada componente (Skoog y col., 2001).

CAPÍTULO 3. METODOLOGÍA

3.1 CALIBRACIÓN DEL CROMATÓGRAFO DE LÍQUIDOS DE ALTA RESOLUCIÓN

En esta investigación, como primer paso se hizo una calibración del cromatógrafo de líquidos de alta resolución, ubicado en el Laboratorio 302 del Conjunto E de la Facultad de Química de la UNAM. La calibración se llevó a cabo mediante la preparación de una curva de calibración con estándares de glucosa, fructosa y sacarosa (grado reactivo analítico), con el objetivo de determinar los tiempos de retención de cada uno de los azúcares presentes en los jugos clarificados y con las alturas de las bandas se puedan determinar las concentraciones de dichos azúcares presentes en las muestras a analizar (jugo de caña clarificado). Las muestras de jugo sin clarificar se filtraron pasándolas por acrodiscos de 0.45 micrómetros, antes de inyectar en el cromatógrafo de líquidos, para evitar el daño de la columna.

Materiales, equipo y reactivos

Equipo:

Cromatógrafo de líquidos de alta resolución Perkin Elmer modelo 200 con bomba binaria modelo 200 Perkin Elmer, interfase serie 900 Perkin Elmer modelo 900 con un detector de índice de refracción.

Baño ultrasónico modelo Branson 1210

Balanza analítica

Reactivos:

Estándar de glucosa grado reactivo analítico Merck, Alemania.

Estándar de sacarosa grado reactivo analítico Merck, Alemania.

Estándar de fructosa grado reactivo analítico Merck, Alemania.

Acetonitrilo grado CLAR (HPLC por sus siglas en inglés)

Agua desionizada

Material

Acrodiscos de 0.45 micrómetros

Espátula

Jeringa

Procedimiento

Los análisis por cromatografía de líquidos se hicieron según la metodología montada por Castillo–Guajardo (1996). Las condiciones de operación en el cromatógrafo se listan en la Tabla 3.1.

Tabla 3.1. Condiciones para la operación del cromatógrafo de líquidos de alta resolución

Columna	Termo "Hypersil" 250 x 4.6 mm. Sílice Amino-Ligada
Fase móvil	Acetonitrilo : Agua 70:30
Flujo fase móvil	1.2 mL / min
Detector	Índice de refracción
Volumen inyección	20 μ L

Se inyectó un volumen de 20 μ L de cada uno de las soluciones de los estándares por triplicado para obtener las curvas de calibración de sacarosa, fructosa y glucosa. Una vez obteniendo las alturas de los cromatogramas se obtienen los promedios y se realiza la curva de calibración graficando altura vs. concentración (Tabla 3.2). En las Figuras 3.1 a 3.3 se muestran los coeficientes de correlación de estos datos.

Tabla 3.2. Los estándares de fructosa, glucosa y sacarosa fueron preparados en las siguientes concentraciones

Azúcar	Concentración %				
Fructosa	0.025	0.075	0.1	-	-
Glucosa	0.025	0.05	0.075	0.1	-
Sacarosa	5	10	15	20	25

Tabla 3.3. Datos de las curvas de calibración de sacarosa, fructosa y glucosa

Sacarosa		Fructosa		Glucosa	
Concentración (%)	Promedio alturas	Concentración (%)	Promedio alturas	Concentración (%)	Promedio alturas
5	48308.333	0.025	3021.3	0.025	2169
10	100491.333	0.075	9318	0.05	5008.3
15	155757.666	0.1	12557.7	0.075	6313
20	201348.333	-	-	0.1	9041.7
25	263794.666	-	-	-	-

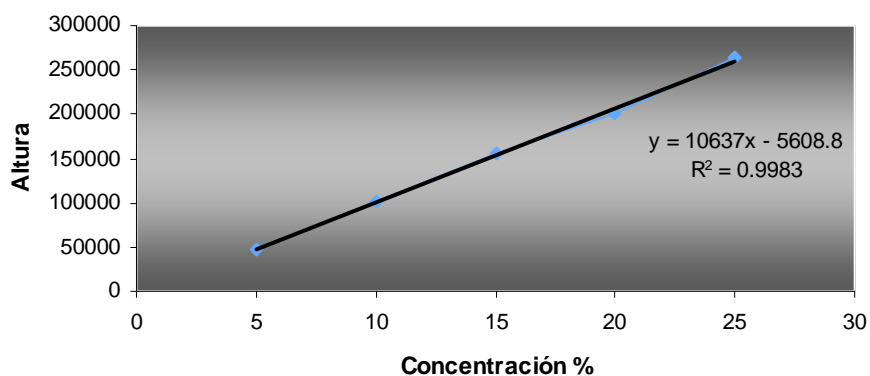


Fig. 3.1. Gráfico de la curva de calibración de sacarosa

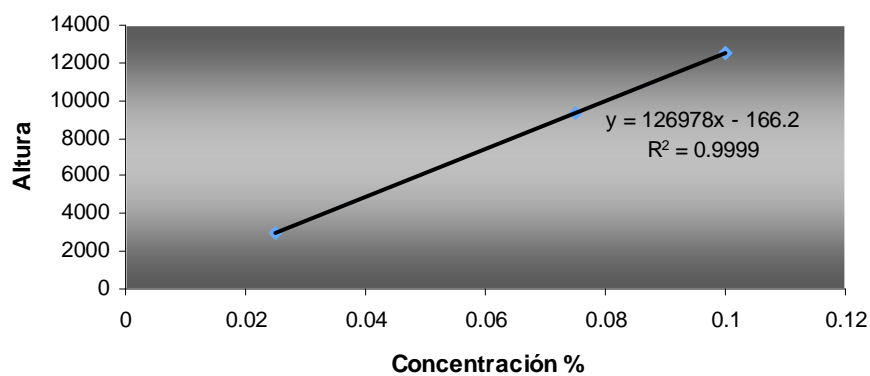


Fig. 3.2. Gráfico de la curva de calibración de fructosa

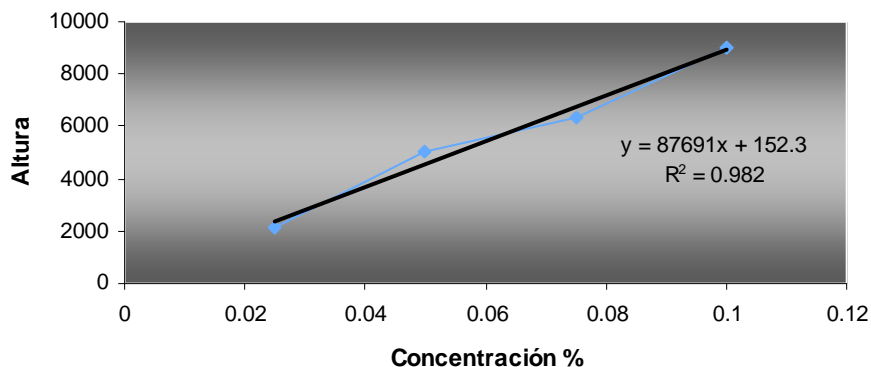


Fig. 3.3. Gráfico de la curva de calibración de glucosa

3.2. CLARIFICACIÓN DE JUGO DE CAÑA CON ALCOHOL ETÍLICO A DIFERENTES CONCENTRACIONES (70, 75, 80, 90 Y 96%)

Procedimiento

Se prepararon diferentes soluciones de alcohol etílico a las siguientes concentraciones (70, 75, 80, 90 y 96%) y con ellas se clarificaron muestras de jugo de caña con estas soluciones, obtenidas directamente en el Laboratorio 302 del Conjunto E de la Facultad de Química de la UNAM, extrayendo el jugo de caña mediante un extractor de jugos comercial.

Material, equipos y reactivos

Matraces aforados

Pipetas

Espátula

El equipo utilizado fue:

Extractor de jugo Marca Turmix serie 2051001.

3.3. MEDICIONES TURBIDIMÉTRICAS (LECTURAS ESPECTROFOTOMÉTRICAS)

Para las pruebas de turbidimetría se siguió la metodología establecida por Rubio-Huacuz (2003).

Procedimiento

Estas pruebas se llevaron a cabo para determinar la densidad óptica de las muestras de jugos clarificados con alcohol etílico a diferentes concentraciones y con subacetato de plomo usando una muestra de jugo obtenida directamente de la extracción sin clarificar como control. Las mediciones se realizaron en un espectrofotómetro de laboratorio ubicado en el Laboratorio 302 del Conjunto E de la Facultad de Química de la UNAM. Usando como blanco alcohol etílico-agua destilada (50:50) y agua destilada.

Materiales, equipo y reactivos

El equipo utilizado fue:

Espectrofotómetro Cintra 5 GBC Scientific Equipment UV/Visible Spectrometer
No. de Serie C1101

Tubo para espectrofotómetro

Jugo de caña sin clarificar

Jugo de caña clarificado con alcohol etílico

Jugo de caña clarificado con subacetato de plomo

3.4. CUANTIFICACIÓN DE AZÚCARES POR POLARIMETRÍA

Esta parte de la investigación se llevó a cabo en el laboratorio químico de control de calidad de un ingenio azucarero cooperante, en la Zafra 2006-2007 durante los días de zafra 92 al 108. Se realizaron 15 determinaciones de % de sacarosa por polarimetría en muestras por triplicado. A continuación se describen los tres métodos de clarificación aplicados. Con objeto de que las condiciones de clarificación fueran similares, se usaron baños de hielo para que las muestras de jugo y los reactivos se mezclaran en condiciones isotérmicas (20°C). Estos análisis por polarimetría se hicieron siguiendo la

metodología de la Norma Mexicana: Determinación de pol (cuantificación de sacarosa aparente) conocido como método del peso normal NMX-F-271-1991 (DOF, 1991).

Materiales, equipo y reactivos

Los materiales usados fueron:

3 matraces Kohlrausch de 100 mL

3 tapones de plástico

3 embudos de plástico sin vástago

3 vidrios de reloj

1 espátula

Tubo polarimétrico de 200 mm

Papel filtro para análisis de azúcar de 19 cm de diámetro

Termómetro

El equipo utilizado fue:

Polarímetro Autopol 880 Automatic Saccharimeter

Balanza analítica Modelo HM-200 Marca A&D

Los reactivos usados fueron:

Subacetato de plomo seco de Horne

Octapol comercial proveído por el ingenio cooperante

Alcohol anhidro

Alcohol al 96%

3.4.1. Método de clarificación con subacetato de plomo *NMX-F-271-1991* ***Método del peso normal (DOF, 1991)***

Procedimiento

Obtención de la muestra de jugo mezclado

Pesar 26 g de jugo previamente agitado en una cápsula de níquel. Aforar a 100 mL con agua destilada en un matraz Kohlrausch y mantener una temperatura de 20°C. Agregar subacetato de plomo (0.5 g). Filtrar. Enjuagar el tubo polarimétrico de 200 mm con la solución filtrada. Llenar el tubo polarimétrico con la solución filtrada. Efectuar la lectura polarimétrica a 20°C. Almacenar en vial a 4°C una muestra de jugo clarificado.

3.4.2. Método de clarificación con octapol (*CNIIAA, 2006*)

Procedimiento

Obtención de la muestra de jugo mezclado

Pesar 26 g de jugo previamente agitado en una cápsula de níquel. Aforar a 100 mL con agua destilada en un matraz Kohlrausch y mantener una temperatura de 20°C. Agregar octapol (0.5 g). Filtrar. Enjuagar el tubo polarimétrico de 200 mm con la solución filtrada. Llenar el tubo polarimétrico con la solución filtrada. Efectuar la lectura polarimétrica a 20°C. Almacenar en vial a 4°C una muestra de jugo clarificado.

3.4.3. Método de clarificación con etanol (Castillo-Guajardo, 1996)

Procedimiento

Obtención de la muestra de jugo mezclado

Pesar 26 g de jugo previamente agitado en una cápsula de níquel. Aforar a 100 mL con alcohol etílico en un matraz Kohlrausch y mantener una temperatura de 20°C. Filtrar. Leer un blanco de alcohol etílico en el tubo polarimétrico y registrar si hay lectura. Enjuagar el tubo polarimétrico de 200 mm con la solución filtrada. Llenar el tubo polarimétrico con la solución filtrada. Efectuar la lectura polarimétrica a 20°C. Almacenar en vial a 4 °C una muestra de jugo clarificado.

3.5. CUANTIFICACIÓN DE AZÚCARES POR CROMATOGRAFÍA DE LÍQUIDOS DE ALTA RESOLUCIÓN

Con el objeto de cuantificar los azúcares presentes (sacarosa, glucosa y fructosa) en el jugo mezclado, jugo verde y jugo desmenuzado previamente clarificados empleando la cromatografía de líquidos de alta resolución se preparó el equipo ubicado en el Laboratorio 302 del Conjunto E de la Facultad de Química de la UNAM. Se tomó una muestra de los jugos clarificados con los tres agentes de clarificación (subacetato de plomo seco de Horne, etanol y octapol), que fueron previamente almacenados en viales a 4°C. Estos análisis por cromatografía de líquidos se hicieron, como ya se mencionó, siguiendo la metodología montada por Castillo-Guajardo (1996). Se realizaron 11 determinaciones de % de sacarosa, fructosa y glucosa por triplicado.

3.6. ANÁLISIS POR ESPECTROFOTOMETRÍA INDUCIDA CON PLASMA

Con el objeto de cuantificar los metales pesados en los precipitados obtenidos de las clarificaciones del jugo mezclado, los jugos ya clarificados y el reactivo octapol que se utilizó para las clarificaciones, esta parte de la investigación se realizó en el laboratorio de vía húmeda del Edificio D de la Facultad de Química de la UNAM.

Materiales, equipo y reactivos

Equipo:

Perkin Elmer Optima 4300 DV Optical Emisión Spectrometer

Balanza analítica

Parrilla de calentamiento

Reactivos:

Precipitado

Jugo

Agua desionizada

Ácido nítrico concentrado

Ácido clorhídrico concentrado

Material

1 espátula

15 frascos de plástico con tapón

15 matraces aforados de 25 mL

4 pipetas

15 vidrios de reloj

15 embudos

papel filtro

15 vasos de precipitados

Procedimiento

Para realizar el análisis de espectrofotometría inducida con plasma se requiere de un pretratamiento de las muestras, conocido como digestión.

Digestión de las muestras por vía húmeda: La digestión de las muestras se llevó a cabo con agentes oxidantes (ácido nítrico y ácido clorhídrico) para descomponer la materia orgánica presente.

Procedimiento:

Pesar 0.5 gramos de precipitado obtenido de la clarificación con subacetato de plomo y colocarlo en un vaso de precipitados por triplicado. Pesar 0.5 gramos de precipitado obtenido de la clarificación con octapol y colocarlos en un vaso de precipitados por triplicado. Pesar 0.5 gramos de reactivo comercial octapol y colocarlo en un vaso de precipitados por triplicado. Tomar 5 mL de jugo clarificado con subacetato de plomo y colocarlos en un vaso de precipitados por triplicado. Tomar 5 mL de jugo clarificado con octapol y colocarlos en un vaso de precipitados por triplicado. Agregar en una relación 1:1 ácido nítrico: ácido clorhídrico concentrado. Colocar en una parrilla de calentamiento (trabajando en la campana) y someter a calentamiento durante 5 horas a una temperatura de 125°C. Aforar a 25 mL con agua desionizada. Almacenar en frascos de plástico con tapón. Analizar por espectrofotometría inducida con plasma de acuerdo con la metodología estandarizada por el personal responsable.

3.7. DESTILACIÓN PARA RECUPERACIÓN DE ETANOL

Con el objeto de recuperar el alcohol etílico utilizado en la clarificación de los jugos, el volumen residual de la metodología de clarificación se destiló en el laboratorio químico de control de calidad del ingenio cooperante.

Materiales, equipo y reactivos

Los materiales usados fueron:

Equipo de destilación

Piedras de ebullición

Termómetro

Canastilla de calentamiento

Los reactivos usados fueron:

Jugo clarificado con alcohol etílico

3.8. ANÁLISIS ESTADÍSTICOS DE LOS DATOS EXPERIMENTALES

Se siguieron las metodologías propuestas en la literatura para analizar estadísticamente las diferencias entre ellos (Spiegel y Stephens, 2001).

CAPÍTULO 4. RESULTADOS Y ANÁLISIS DE RESULTADOS

4.1. MEDICIONES ESPECTROFOTOMÉTRICAS O DE DENSIDAD ÓPTICA

Los datos experimentales de esta investigación se encuentran en el Anexo A-1. La Tabla 4.1 presenta los resultados obtenidos de las determinaciones de densidad óptica de las muestras de jugo de caña sin clarificar y clarificadas con las diferentes concentraciones de etanol y subacetato de plomo.

Tabla 4.1. Datos de la determinación de la densidad óptica en muestras de jugo de caña sin clarificar, clarificadas con alcohol etílico a diferentes concentraciones y con subacetato de plomo

Muestras de jugo de caña	Absorbancia
Jugo de caña sin clarificar	0.0530
Jugo de caña clarificado con alcohol etílico a 70%	0.0094
Jugo de caña clarificado con alcohol etílico a 75%	0.0073
Jugo de caña clarificado con alcohol etílico a 80%	0.0050
Jugo de caña clarificado con alcohol etílico a 90%	0.0030
Jugo de caña clarificado con alcohol etílico a 96%	0.0022
Jugo de caña clarificado con subacetato de plomo	0.0032

La Figura 4.1 presenta los resultados de las mediciones turbidimétricas en función de la concentración de etanol adicionada.

Se observa que las muestras de jugo de caña clarificadas con alcohol etílico más concentrado presentan valores de absorbancia que van decreciendo, es decir, los jugos de caña clarificados presentan menos compuestos de alto peso molecular que le proporcionan a los jugos turbidez.

Las diferencias son importantes a partir de concentraciones arriba de 80%.

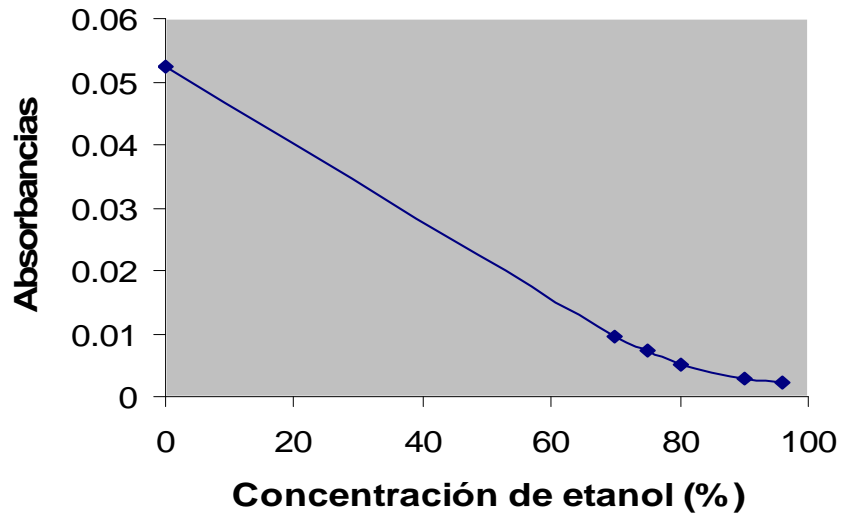


Fig. 4.1. Gráfica de lecturas espectrofotométricas de las muestras de jugo clarificadas con alcohol etílico a diferentes concentraciones

4.2. CUANTIFICACIÓN DE AZÚCARES EN JUGO DE CAÑA SIN CLARIFICAR, CLARIFICADOS CON ALCOHOL ETÍLICO A DIFERENTES CONCENTRACIONES Y CON SUBACETATO DE PLOMO POR CROMATOGRAFÍA DE LÍQUIDOS DE ALTA RESOLUCIÓN (JUGOS DE CAÑA EXTRAÍDOS EN EL LABORATORIO DE LA UNAM)

En la Tabla 4.2 se presentan los datos de los azúcares presentes en los jugos extraídos en el laboratorio de la UNAM usando como agente clarificante el subacetato de plomo, alcohol etílico y muestras de jugo sin clarificar.

Tabla 4.2. Resultados de las cantidades de azúcares en las muestras de jugo sin clarificar, clarificadas con alcohol etílico a diferentes concentraciones y subacetato de plomo analizadas por CLAR

	Sacarosa %	Fructosa %	Glucosa %
Sin clarificar 0% etanol	29.19	1.3×10^{-1}	6.47×10^{-2}
Clarificado con etanol al 70%	16.28	1.66×10^{-1}	1.73×10^{-1}
Clarificado con etanol al 75 %	18.39	3.0×10^{-1}	2.66×10^{-2}
Clarificado con etanol al 80%	18.91	3.12×10^{-1}	2.67×10^{-1}
Clarificado con etanol al 90%	33.4	9.40×10^{-2}	6.14×10^{-2}
Clarificado con etanol al 96%	34.74	9.1×10^{-2}	3.69×10^{-2}
Clarificado con subacetato de plomo	27.07	8.5×10^{-2}	5.8×10^{-2}

Conforme aumenta la concentración de alcohol etílico las soluciones filtradas van siendo menos turbias y presentan concentraciones de sacarosa más altas ya que al disminuir las interferencias se mide mejor la sacarosa por cromatografía de líquidos. Las condiciones adecuadas para la obtener la mejor clarificación de los jugos obtenidos a partir de la caña se pueden realizar a partir de una concentración de alcohol etílico-agua 90:10 (90% alcohol etílico) hasta la relación alcohol etílico-agua 96:4 (96% alcohol etílico), ya que se pueden cuantificar los contenidos de sacarosa.

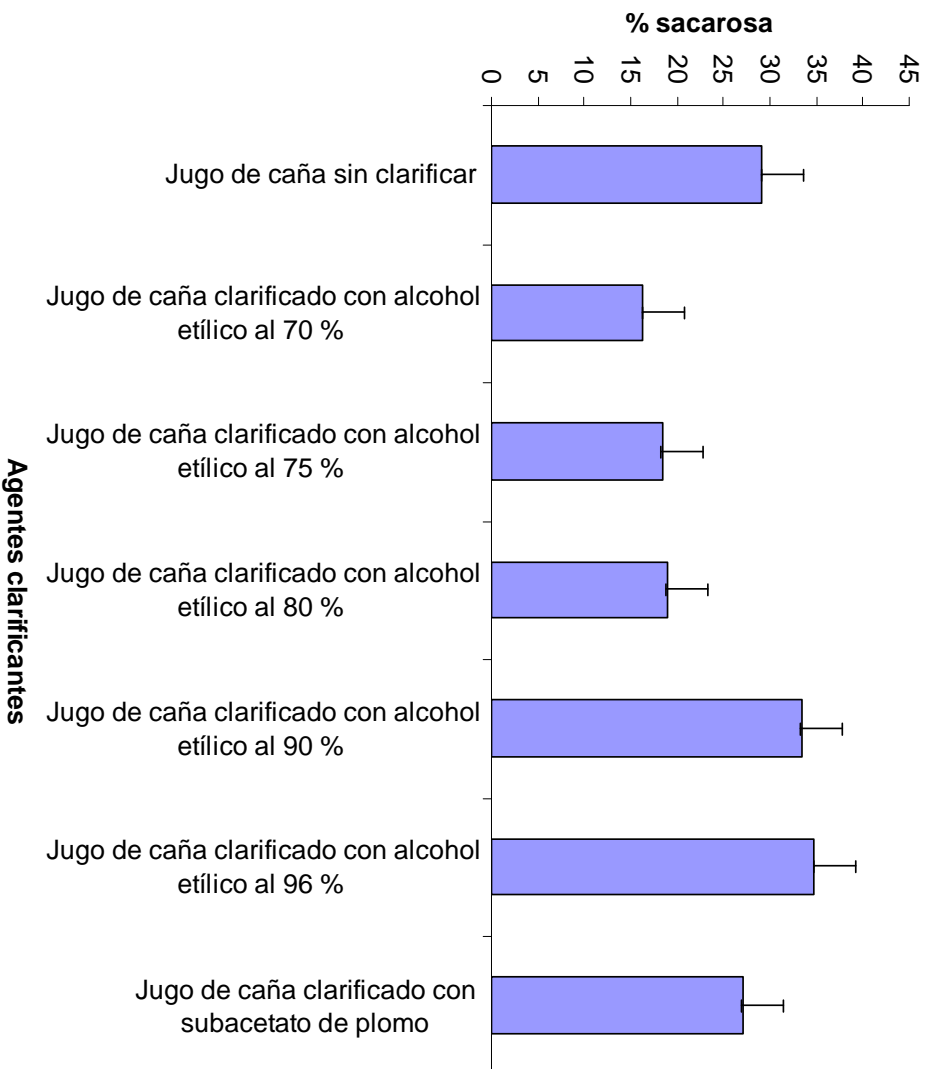


Fig. 4.2. Por ciento de sacarosa en muestras de jugo sin clarificar, clarificadas con alcohol etílico a diferentes concentraciones y subacetato de plomo

4.3. CUANTIFICACIÓN DE SACAROSA POR POLARIMETRÍA

Se cuantificó el contenido de sacarosa aparente (pol) por polarimetría de las muestras de jugo mezclado clarificadas con los tres diferentes métodos obteniendo los resultados que se presentan en la Tabla 4.3. Los resultados indican que, en la cuantificación por polarimetría, el % de sacarosa obtenido con la clarificación con etanol es mayor con respecto a los % de sacarosa obtenidos con las clarificaciones con subacetato de plomo y octapol.

Tabla 4.3. Porcentaje de sacarosa aparente en jugo mezclado clarificado con los tres diferentes agentes (subacetato de plomo, octapol y etanol) analizado por polarimetría

Agente clarificante	% de sacarosa aparente
Subacetato de plomo	14.304
Octapol	14.289
Etanol	14.446

Con objeto de obtener los promedios, la desviación estándar y el coeficiente de variación se realizó un análisis estadístico. En la Tabla 4.4 se observa que el coeficiente de variación entre los datos es menor al 10% y, por lo tanto, los datos son estadísticamente confiables.

Tabla 4.4. Análisis estadístico de los datos experimentales

Agente clarificante	Promedio (% sacarosa)	Desviación estándar	Coeficiente de variación, %
Subacetato de plomo	14.304	0.3227	2.33
Octapol	14.289	0.3640	2.63
Etanol	14.446	0.3606	2.58

En la Figura 4.3. Se representa el % de sacarosa aparente y cada barra representa el promedio de todas las muestras analizadas por polarimetría.

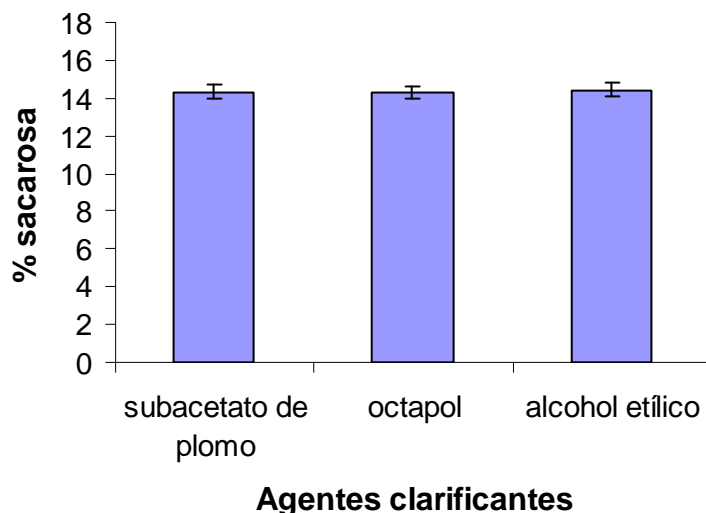


Fig. 4.3. Porcentaje de sacarosa aparente en las muestras de jugo mezclado clarificadas con los agentes clarificantes subacetato de plomo, octapol y etanol cuantificada por polarimetría

4.3.1. Análisis de varianza

Con objeto de verificar si hay diferencia significativa entre los datos obtenidos con los tres distintos métodos estudiados, se hizo un análisis de varianza llamado también ANDEVA, que permitió probar la diferencia significativa entre más de dos medias muestrales. A continuación se presenta la formulación de la hipótesis que se usará en este análisis (Spiegel y Stephens, 2001).

Formulación de hipótesis:

H_0 =Existe diferencia significativa entre los resultados obtenidos por los métodos disponibles para la clarificación de jugos de caña para la cuantificación de sacarosa

H1 =No existe diferencia significativa entre los resultados obtenidos por los métodos disponibles para la clarificación de jugos de caña para la cuantificación de sacarosa

En la Tabla 4.5 se presentan los resultados del análisis de varianza.

Tabla 4.5. Análisis de varianza

				Regla de decisión
Fuentes de varianza	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Media de cuadrados	Estadístico de prueba
Entre grupos, SCE	0.2246	2	0.11255	---
Dentro de los grupos, SCD	5.5014	42	0.13098	f = 0.8574
Total, SCT	5.7260	44	---	---

SCE, suma de cuadrados entre grupos

SCD, suma de cuadrados dentro de los grupos

SCT, suma de cuadrados totales

Considerando que el estadístico sigue una distribución F de Snedecor donde:

Si $f > F_{\alpha, n-k, k-1}$ se rechaza la hipótesis nula

Si $f \leq F_{\alpha, n-k, k-1}$ no se rechaza la hipótesis nula

Teniendo un nivel significativo $\alpha = 0.05$

$F = 3.23$

$f > F_{\alpha, n-k, k-1}$ se rechaza la hipótesis nula

$f = 0.8574$ es menor que 3.23 por lo tanto no se rechaza la hipótesis nula

Ho =No existe diferencia significativa entre los resultados obtenidos por los métodos disponibles para la clarificación de jugos de caña para la cuantificación de sacarosa.

Por lo tanto, NO existe diferencia significativa entre los resultados del contenido de sacarosa aparente en las muestras clarificadas con los tres diferentes agentes (subacetato de plomo, octapol y etanol).

Esto significa que la clarificación con etanol presenta un contenido de sacarosa aparente mayor con respecto a los otros dos métodos de clarificación pero la diferencia no es significativa.

4.4. CUANTIFICACIÓN DE AZÚCARES EN EL JUGO DENOMINADO MEZCLADO POR CROMATOGRAFÍA DE LÍQUIDOS DE ALTA RESOLUCIÓN

Se midió la sacarosa por cromatografía de líquidos de alta resolución obteniendo los resultados que se presentan en la Tabla 4.6 para los tres diferentes métodos de clarificación estudiados. Los resultados indican que en la cuantificación de sacarosa por cromatografía de líquidos de alta resolución el % de sacarosa obtenido con la clarificación con etanol es mayor con respecto a los % de sacarosa obtenidos con las clarificaciones con subacetato de plomo y octapol.

Tabla 4.6. Porcentaje de sacarosa, de glucosa y de fructosa en jugo mezclado clarificado con los tres diferentes agentes (subacetato de plomo, octapol y etanol) analizado por cromatografía de líquidos de alta resolución

Agente clarificante	% sacarosa	% glucosa	% fructosa
Subacetato de plomo	20.91	0.04355	0.0695
Octapol	20.86	0.0559	0.0662
Etanol	24.86	0.0530	0.0534

Con objeto de obtener los promedios, la desviación estándar y el coeficiente de variación se realizó un análisis estadístico. En las Tablas 4.7 a 4.9. se observa que el coeficiente de variación entre los promedios de % sacarosa es menor al 10%, por lo tanto, los datos son estadísticamente confiables.

Tabla 4.7. Análisis estadístico de los datos experimentales de la clarificación del jugo mezclado clarificado con etanol

Azúcar	Promedio	Desviación estándar	Coefficiente de variación, %
Fructosa	0.0534	0.0105	19.69
Glucosa	0.0530	0.0610	30.41
Sacarosa	24.86	1.0411	4.18

Tabla 4.8. Análisis estadístico de los datos experimentales de la clarificación del jugo mezclado clarificado con subacetato de plomo

Azúcar	Promedio	Desviación estándar	Coefficiente de variación, %
Fructosa	0.0695	0.0956	134.91
Glucosa	0.0435	0.0103	22.83
Sacarosa	20.91	0.6623	3.16

Tabla 4.9. Análisis estadístico de los datos experimentales de la clarificación del jugo mezclado clarificado con octapoli

Azúcar	Promedio	Desviación estándar	Coefficiente de variación, %
Fructosa	0.0662	0.0391	59.18
Glucosa	0.0559	0.0195	34.90
Sacarosa	20.86	1.5740	7.54

En la Figura 4.4 se muestran los valores de por ciento de sacarosa. Cada barra representa el promedio de todas las muestras analizadas por cromatografía de líquidos de alta resolución

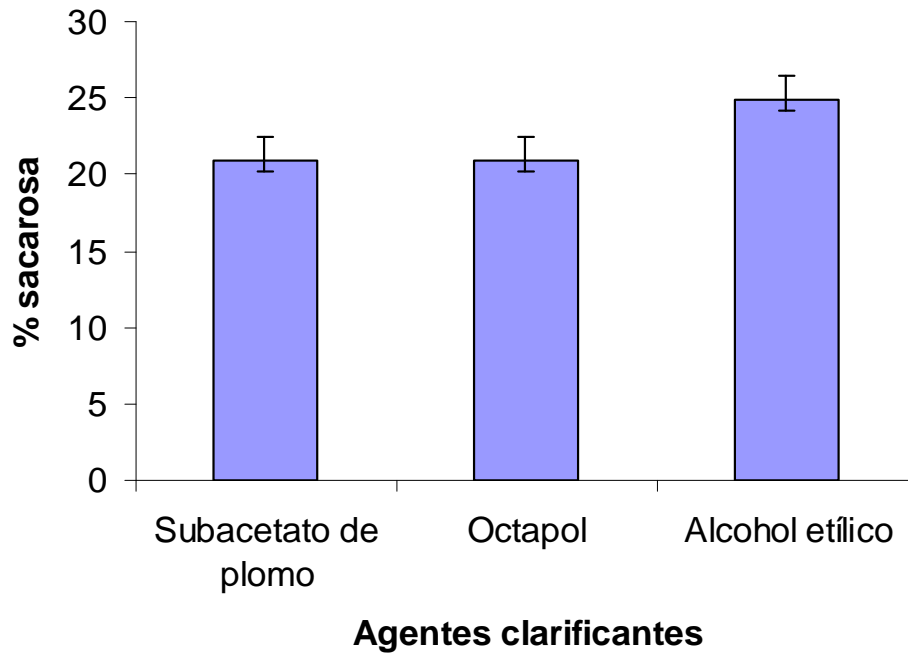


Figura 4.4. Por ciento de sacarosa en las muestras de jugo mezclado clarificadas con los tres agentes clarificantes subacetato de plomo, octapol y etanol cuantificada por CLAR

4.4.1. Análisis de varianza

A continuación se presenta la formulación de la hipótesis que se usará en este análisis (Spiegel y Stephens, 2001).

Formulación de hipótesis:

Ho =Existe diferencia significativa entre los resultados obtenidos por los métodos disponibles para la clarificación de jugos de caña para la cuantificación de sacarosa por cromatografía de líquidos de alta resolución

H1 =No existe diferencia significativa entre los resultados obtenidos por los métodos disponibles para la clarificación de jugos de caña para la cuantificación de sacarosa por cromatografía de líquidos de alta resolución. En la Tabla 4.10 se presentan los resultados del análisis de varianza.

Tabla 4.10. Resultados obtenidos del análisis de varianza de los datos experimentales (sacarosa cuantificada por CLAR)

				Regla de decisión
Fuentes de varianza	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Media de cuadrados	Estadístico de prueba
Entre grupos SCE	115.885	2	57.9425	
Dentro de los grupos SCD	40.002	30	1.3334	F =43.4547
Total SCT	115.887	32		

SCE, suma de cuadrados entre grupos

SCD, suma de cuadrados dentro de los grupos

SCT, suma de cuadrados totales

Considerando que el estadístico sigue una distribución F de Snedecor donde:

Si $f > F_{\alpha, n-k, k-1}$ se rechaza la hipótesis nula

Si $f \leq F_{\alpha, n-k, k-1}$ no se rechaza la hipótesis nula

Teniendo un nivel significativo $\alpha = 0.05$

$F = 3.32$

$f > F_{\alpha, n-k, k-1}$ se rechaza la hipótesis nula

$f = 43.4547$ es mayor que 3.32 por lo tanto se rechaza la siguiente hipótesis nula

$H_0 =$ No existe diferencia significativa entre los resultados obtenidos por los métodos disponibles para la clarificación de jugos de caña para cuantificación de sacarosa por cromatografía de líquidos de alta resolución. Por lo tanto, a diferencia de la metodología de polarimetría, existe diferencia significativa entre los resultados del contenido de sacarosa cuantificada por cromatografía de líquidos de alta resolución en las muestras clarificadas con los tres diferentes agentes (subacetato de plomo, octapol y etanol). Esto significa que al realizar el análisis cromatográfico se observa en los resultados que la cantidad de

sacarosa presente en el jugo clarificado con etanol da valores mayores con respecto al % de sacarosa presente en los jugos clarificados con subacetato de plomo y octapol.

4.5. ASPECTO DE LAS SOLUCIONES FILTRADAS

Una vez clarificados los jugos de caña se observó que el aspecto de las muestras clarificadas con los tres métodos en estudio presentaron diferentes coloraciones. Las soluciones filtradas presentan un aspecto casi transparente, coloración amarilla y una coloración amarilla tenue usando subacetato de plomo, octapol y alcohol etílico, respectivamente. Los precipitados obtenidos tenían coloraciones verde, negro y café, respectivamente.

Es claro que los tres agentes clarificantes reaccionan con las sustancias presentes en el jugo mezclado y, por ello, tanto el precipitado como el líquido clarificado presentan diferentes coloraciones como se observa en la Tabla 4.11.

En el Anexo A-2 se presenta una serie de fotografías.

Tabla 4.11. Aspecto de las soluciones filtradas y los precipitados obtenidos con los diferentes agentes de clarificación subacetato de plomo, octapol y etanol

Agente clarificante	Color del precipitado	Color en el filtrado
Subacetato de plomo	Verde	Sin coloración
Octapol	Café	Coloración ligeramente amarilla
Etanol	Negro	Coloración amarilla

4.6. ANÁLISIS DE VARIANZA ENTRE MÉTODOS (POLARIMETRÍA VS. CROMATOGRAFÍA DE LÍQUIDOS DE ALTA RESOLUCIÓN) PARA LA CLARIFICACIÓN SUBACETATO DE PLOMO

En la Tabla 4.12 se presentan los resultados del análisis de varianza entre los métodos de cuantificación de sacarosa (polarimetría vs. CLAR) usando como agente clarificante al subacetato de plomo

Tabla 4.12. Resultados del análisis de varianza entre métodos de cuantificación de sacarosa (polarimetría vs. CLAR) usando como agente clarificante al subacetato de plomo

				Regla de decisión
Fuentes de varianza	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Media de cuadrados	Estadístico de prueba
Entre grupos SCE	226.7754	1	226.7754	
Dentro de los grupos SCD	44.7967	24	1.8665	F= 121.4957
Total SCT	271.5721	25		

SCE, suma de cuadrados entre grupos
 SCD, suma de cuadrados dentro de los grupos
 SCT, suma de cuadrados totales

Considerando que el estadístico sigue una distribución F de Snedecor donde:

Si $f > F_{\alpha, n-k, k-1}$ se rechaza la hipótesis nula

Si $f \leq F_{\alpha, n-k, k-1}$ no se rechaza la hipótesis nula

Teniendo un nivel significativo $\alpha = 0.05$

$F = 4.25$

$f > F_{\alpha, n-k, k-1}$ se rechaza la hipótesis nula

$f = 121.4957$ es mayor que 4.25 por lo tanto se rechaza la siguiente hipótesis nula

H_0 = No existe diferencia significativa entre los resultados obtenidos por los métodos disponibles para la clarificación de jugos de caña para cuantificación de sacarosa por cromatografía de líquidos de alta resolución

Por lo tanto, existe diferencia significativa entre los resultados del contenido de sacarosa cuantificada por cromatografía de líquidos de alta resolución y por polarimetría en las muestras clarificadas con subacetato de plomo. Esto significa que al realizar la cuantificación de sacarosa por polarimetría y por cromatografía al jugo mezclado clarificado con subacetato de plomo los datos de contenido de sacarosa presente en el jugo mezclado analizado por cromatografía de líquidos de alta resolución son más altos que por polarimetría y la diferencia es significativa.

4.7. ANÁLISIS DE VARIANZA ENTRE MÉTODOS (POLARIMETRÍA VS. CROMATOGRFÍA DE LÍQUIDOS DE ALTA RESOLUCIÓN PARA LA CLARIFICACIÓN CON ALCOHOL ETÍLICO

En la Tabla 4.13 se presentan los resultados del análisis de varianza entre los dos métodos de cuantificación de sacarosa (polarimetría vs. CLAR) usando como agente clarificante al etanol.

Considerando que el estadístico sigue una distribución F de Snedecor donde:

Si $f > F_{\alpha, n-k, k-1}$ se rechaza la hipótesis nula

Si $f \leq F_{\alpha, n-k, k-1}$ no se rechaza la hipótesis nula

Teniendo un nivel significativo $\alpha = 0.05$

$$F = 4.25$$

$f > F_{\alpha, n-k, k-1}$ se rechaza la hipótesis nula

$f = 1292.7049$ es mayor que 4.25 por lo tanto se rechaza la siguiente hipótesis nula

Ho = No Existe diferencia significativa entre los resultados obtenidos por los métodos disponibles para la clarificación de jugos de caña para cuantificación de sacarosa por cromatografía de líquidos de alta resolución

Tabla 4.13. Resultados del análisis de varianza entre métodos de cuantificación de sacarosa (polarimetría vs. CLAR) usando como clarificante etanol

				Regla de decisión
Fuentes de varianza	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Media de cuadrados	Estadístico de prueba
Entre grupos SCE	688.9704	1	688.9704	
Dentro de los grupos SCD	12.7912	24	0.5329	F= 1292.7049
Total SCT	701.7616	25		

SCE, suma de cuadrados entre grupos

SCD, suma de cuadrados dentro de los grupos

SCT, suma de cuadrados totales

Por lo tanto, existe diferencia significativa entre los resultados del contenido de sacarosa aparente cuantificada por cromatografía de líquidos de alta resolución y por polarimetría en las muestras clarificadas con etanol.

Esto significa que al realizar la cuantificación de sacarosa por polarimetría y por cromatografía al jugo mezclado clarificado con etanol la cantidad de sacarosa medida en el jugo mezclado analizado por cromatografía de líquidos de alta resolución es mayor que por polarimetría y la diferencia es significativa.

4.8. ANÁLISIS DE VARIANZA ENTRE MÉTODOS (POLARIMETRÍA VS. CROMATOGRAFÍA DE LÍQUIDOS DE ALTA RESOLUCIÓN) PARA LA CLARIFICACIÓN CON OCTAPOL

En la Tabla 4.14 se presentan los resultados del análisis de varianza entre los métodos de cuantificación de sacarosa (polarimetría vs. CLAR) usando como agente clarificante el producto comercial conocido como octapol.

Tabla 4.14. Resultados del análisis de varianza entre métodos de cuantificación de sacarosa (polarimetría vs. CLAR) usando como agente clarificante octapol

				Regla de decisión
Fuentes de varianza	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Media de cuadrados	Estadístico de prueba
Entre grupos SCE	274.1383	1	274.1383	
Dentro de los grupos SCD	26.7626	24	1.1151	F= 245.8395
Total SCT	300.901	25		

SCE, suma de cuadrados entre grupos

SCD, suma de cuadrados dentro de los grupos

SCT, suma de cuadrados totales

Considerando que el estadístico sigue una distribución F de Snedecor donde:

Si $f > F_{\alpha, n-k, k-1}$ se rechaza la hipótesis nula

Si $f \leq F_{\alpha, n-k, k-1}$ no se rechaza la hipótesis nula

Teniendo un nivel significativo $\alpha = 0.05$

$$F = 4.12$$

$f > F_{\alpha, n-k, k-1}$ se rechaza la hipótesis nula

$f = 245.8395$ es mayor que 4.12 por lo tanto se rechaza la siguiente hipótesis nula

Ho= No Existe diferencia significativa entre los resultados obtenidos por los métodos disponibles para la clarificación de jugos de caña para cuantificación de sacarosa por cromatografía de líquidos de alta resolución

Por lo tanto, existe diferencia significativa entre los resultados del contenido de sacarosa aparente cuantificada por cromatografía de líquidos de alta resolución y por polarimetría en las muestras clarificadas con octapol.

Esto significa que al realizar la cuantificación de sacarosa por polarimetría y por cromatografía al jugo mezclado clarificado con octapol, la cantidad de sacarosa cuantificada en el jugo mezclado analizado por cromatografía de líquidos de alta resolución es mayor que la medida por polarimetría y la diferencia es significativa.

4.9. CUANTIFICACIÓN DE AZÚCARES POR CROMATOGRFÍA DE LÍQUIDOS DE ALTA RESOLUCIÓN PRESENTES EN EL JUGO DESMENUZADO CLARIFICADO CON LOS TRES AGENTES EN ESTUDIO (SUBACETATO DE PLOMO, OCTAPOL Y ETANOL)

Como un estudio adicional, para validar la metodología, se cuantificaron azúcares por cromatografía de líquidos de alta resolución a jugo desmenuzado y jugo verde. Las muestras fueron tomadas de las siguientes partes del proceso señaladas en la Figura 4.5.

Las muestras de jugo desmenuzado clarificadas con los tres diferentes métodos de clarificación se sometieron a la cuantificación de sacarosa por cromatografía de líquidos de alta resolución obteniendo los resultados que se presentan en la Tabla 4.15.

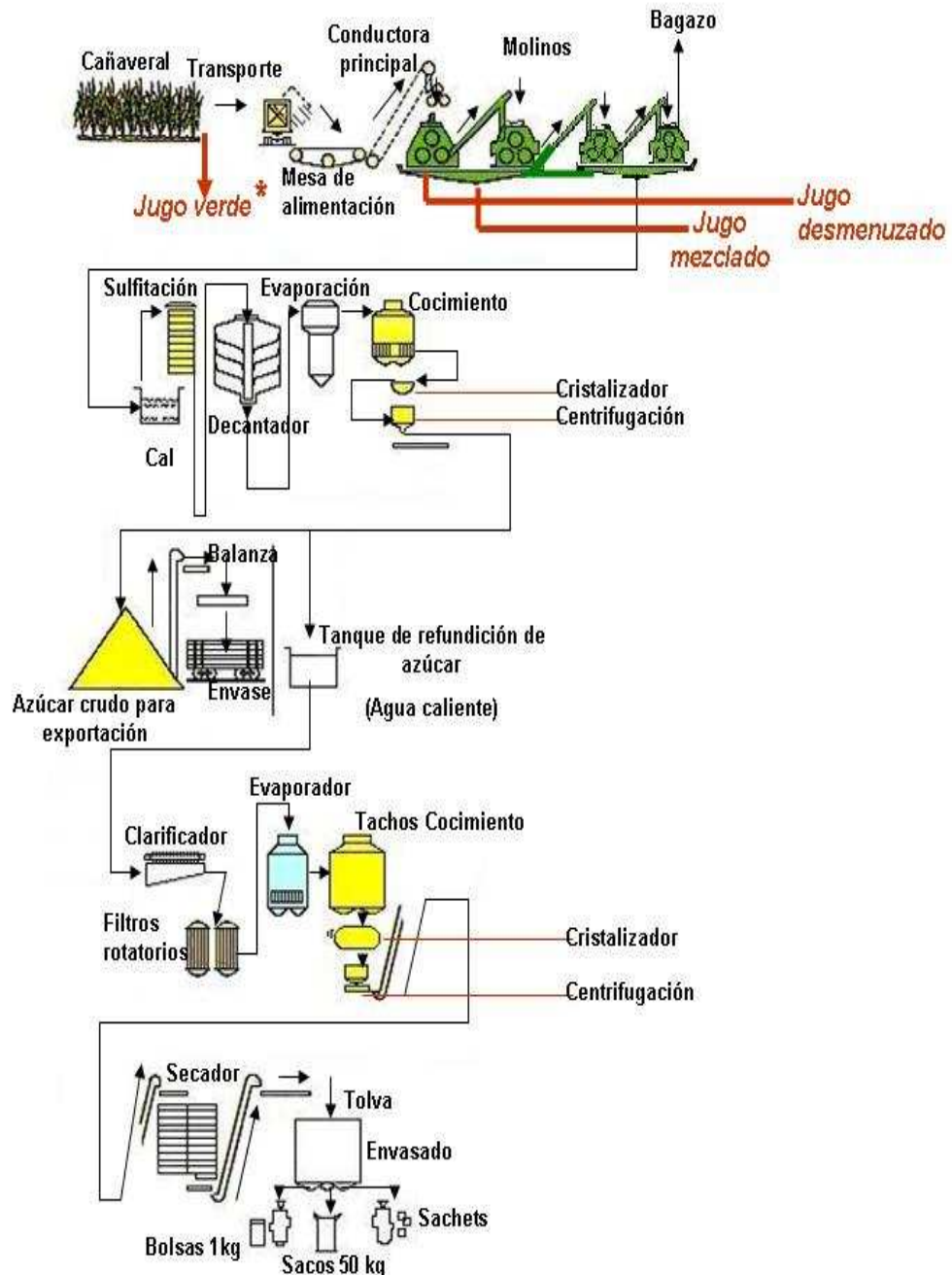


Fig. 4.5. Diagrama del proceso de producción de azúcar de caña en el ingenio cooperante (señalado los puntos donde se tomaron las muestras de los jugos de caña desmenuzado y jugo verde)

*Jugo verde*Es jugo de las muestras de caña que llevan al ingenio para control de madurez. Estas cañas no se queman y se tienen lapsos máximos de 4 horas después de su corte para la extracción de jugo en el molino de ensayo de laboratorio. Este jugo no entra al proceso.*

Los resultados que se muestran en la Tabla 4.15. Indican que, para la cuantificación de sacarosa por cromatografía de líquidos de alta resolución, empleando la clarificación con octapol, el % de sacarosa es mayor con respecto a la clarificación con etanol y subacetato de plomo. Con objeto de obtener los promedios, la desviación estándar y el coeficiente de variación se realizó un análisis estadístico que se muestran los resultados en la Tabla 4.16.

Tabla 4.15. Porcentaje de sacarosa, glucosa y fructosa en jugo desmenuzado clarificado con etanol, subacetato de plomo y octapol analizados con CLAR

Agente clarificante	% sacarosa	% glucosa	% fructosa
Subacetato de plomo	21.07	0.0961	0.0877
Octapol	28.4	0.1060	0.1203
Etanol	23.48	0.1086	0.1026

Tabla 4.16. Análisis estadístico de los datos experimentales (azúcares cuantificados con CLAR) de la clarificación del jugo desmenuzado con etanol, subacetato de plomo y octapol

	Azúcares		
Etanol	Fructosa	Glucosa	Sacarosa
Promedio	0.1026	0.1086	23.48
Desviación estándar	0.0402	0.0528	3.1916
Coeficiente de variación, %	39.15	48.66	13.59
Subacetato de plomo			
Promedio	0.0877	0.0961	21.07
Desviación estándar	0.0401	0.0531	3.4549
Coeficiente de variación, %	45.71	55.26	16.39
Octapol			
Promedio	0.1203	0.1060	28.4
Desviación estándar	0.0596	0.0740	9.1563
Coeficiente de variación, %	49.57	69.81	32.24

4.10. CUANTIFICACIÓN DE AZÚCARES POR CROMATOGRAFÍA DE LÍQUIDOS DE ALTA RESOLUCIÓN PRESENTES EN EL JUGO VERDE CLARIFICADO CON DOS DE LOS AGENTES EN ESTUDIO (OCTAPOL Y ETANOL)

Es importante mencionar que, al intentar usar los tres agentes clarificantes con este jugo verde, las muestras adicionadas con subacetato de plomo, dieron un precipitado coloidal lechoso que no precipita.

De hecho, en el ingenio cooperante no usan subacetato de plomo sino solamente octapol para las muestras que llegan al laboratorio químico de cañas, que es diferente al laboratorio químico de control de calidad.

Las muestras de jugo verde clarificadas con los otros dos métodos de clarificación fueron preparadas para medir sacarosa, glucosa y fructosa por cromatografía de líquidos de alta resolución. Los resultados se muestran en las Tabla 4.17.

Tabla 4.17. Por ciento de sacarosa, de glucosa y de fructosa cuantificadas por CLAR en la clarificación del jugo verde

Agente clarificante	% sacarosa	% glucosa	% fructosa
Octapol	33.01	0.3178	0.0822
Etanol	28.37	0.1041	0.1220

Los resultados indican que la cuantificación de sacarosa por cromatografía de líquidos de alta resolución da valores más altos para la clarificación con octapol que para la clarificación con etanol.

Con objeto de obtener los promedios, la desviación estándar y el coeficiente de variación se realizó un análisis estadístico y los resultados se muestran en las Tablas 4.18 y 4.19.

Tabla 4.18. Análisis estadístico de los datos experimentales (azúcares cuantificados por CLAR) de la clarificación del jugo verde con etanol

Azúcar	Promedio	Desviación estándar	Coefficiente de variación, %
Fructosa	0.1220	0.0057	4.74
Glucosa	0.1041	0.0078	7.57
Sacarosa	28.37	1.2842	4.52

Tabla 4.19. Análisis estadístico de los datos experimentales (azúcares cuantificados por CLAR) de la clarificación del jugo verde con octapol

Azúcar	Promedio	Desviación estándar	Coefficiente de variación, %
Fructosa	0.0822	0.0596	72.52
Glucosa	0.3178	0.3834	120.67
Sacarosa	33.01	1.9842	6.01

4.11. ANÁLISIS DE TRAZAS DE METALES POR ESPECTROFOTOMETRÍA INDUCIDA CON PLASMA EN RESIDUOS DE LAS CLARIFICACIONES DE LOS JUGOS Y PRECIPITADOS OBTENIDOS

Al analizar los residuos de las clarificaciones del jugo desmenuzado con octapol y subacetato de plomo, así como los precipitados obtenidos de dichas clarificaciones, se pudieron cuantificar los contenidos de los dos metales considerados más relevantes por su toxicidad, el aluminio y plomo. Se observó que el reactivo comercial denominado octapol no tenía plomo. En la Tabla 4.20 se presentan las concentraciones encontradas en las muestras analizadas.

Si estos datos se comparan con la Norma Oficial Mexicana para agua potable, NOM-127-SSA1-1994 (DOF, 1994), que es la que se puede contaminar cuando llegan a los cuerpos receptores, ya que aún después de pasar por una planta de tratamiento de aguas residuales, estos metales no son eliminados por los procesos convencionales (Durán-de-Bazúa, 1994), se pueden considerar como residuos peligrosos ya que todas las muestras rebasan los límites.

Tabla 4.20. Cantidades de plomo y aluminio encontradas (mg L⁻¹)

Muestra	Aluminio	Plomo
Jugo clarificado con subacetato de plomo	2.511	0.8233
Precipitado obtenido de la clarificación con subacetato de plomo	1.025	0.9773
Jugo clarificado con octapol	5.328	1.7623
Precipitado obtenido de la clarificación con octapol	383.63	1.54
Reactivo comercial octapol	1646.3	0
Límite máximo permisible*	0.20	0.025

*Norma para agua potable NOM-127-SSA1-1994 (DOF, 1994)

Es importante mencionar que el aluminio es una sustancia peligrosa, especialmente cuando está en formas biodisponibles, por lo que en el futuro cercano deberán estudiarse sus efectos y normarse al respecto (Panizza-de-León, 2006). Finalmente, en caso de que se continúe el uso del subacetato de plomo en los laboratorios analíticos de los ingenios azucareros, los residuos deberán ser segregados en contenedores y, al término de la zafra, deberán ser estabilizados, separando el plomo y enviándolo a los proveedores del subacetato de plomo para que lo reutilicen en la elaboración de nuevo reactivo.

4.12. TRATAMIENTO DE RESIDUOS

En la Tabla 4.21 se presenta el volumen de los residuos generados en esta investigación de todas las muestras clarificadas, los cuales se analizarán posteriormente en busca de trazas de metales.

Tabla 4.21. Volumen final de los residuos (3 semanas de estancia)

Agente clarificante	Volumen generado, L
Subacetato de plomo	5
Octapol	5
Alcohol etílico	No hay residuo peligroso porque el disolvente se destiló para recuperarse y el jugo se desechó al drenaje industrial

En la Tabla 4.22 se presenta el volumen recuperado de etanol impuro por destilación simple. Ver Anexo A-2.

Tabla 4.22. Volumen (mL) de etanol impuro recuperado (3 semanas de estancia)

Volumen de jugo mezclado con alcohol etílico (mL)	Volumen de alcohol etílico impuro recuperado (mL)
2520	2030

4.13. RENDIMIENTO

El rendimiento obtenido de la operación unitaria de destilación fue de:

$$(2030 / 2520) 100\% = 80.55\%$$

El etanol empleado como agente clarificante fue recuperado mediante destilación, obteniendo etanol impuro y dejando un residuo que solamente contiene las sustancias originales del jugo mezclado, que no es un residuo peligroso. Además, los sólidos que se separaron de esta clarificación, al no contener metales pesados potencialmente peligrosos, también pueden disponerse sin problemas.

4.14. DISCUSIÓN FINAL

En las Tablas 4.23 y 4.24 se resumen los resultados de esta investigación.

Tabla 4.23. Por ciento de sacarosa, de glucosa y de fructosa en jugos desmenuzado y verde clarificados con etanol, subacetato de plomo y octapol medidos con CLAR

	Jugo desmenuzado		
Agente clarificante	% sacarosa	% glucosa	% fructosa
Subacetato de plomo	21.07*	0.0961	0.0877
Octapol	28.40*	0.1060	0.1203
Etanol	23.48*	0.1086	0.1026
	Jugo verde		
Agente clarificante	% sacarosa	% glucosa	% fructosa
Octapol	33.01*	0.3178	0.0822
Etanol	28.37*	0.1041	0.1220
	Jugo mezclado		
Agente clarificante	% sacarosa	% glucosa	% fructosa
Subacetato de plomo	20.91*	0.04355	0.0695
Octapol	20.86*	0.0559	0.0662
Etanol	24.86*	0.0530	0.0534

*Hay diferencia significativa ($p > 0.05$)

**No hay diferencia significativa ($p > 0.05$)

Tabla 4.24. Por ciento de sacarosa aparente en jugo mezclado clarificado con los tres diferentes agentes (subacetato de plomo, octapol y etanol) analizado por polarimetría

Agente clarificante	% de sacarosa aparente
Subacetato de plomo	14.304*
Octapol	14.289*
Etanol	14.446*

*Hay diferencia significativa ($p > 0.05$)

**No hay diferencia significativa ($p > 0.05$)

Al clarificar las muestras de jugo mezclado con alcohol etílico el por ciento de sacarosa fue mayor con respecto a la cantidad de sacarosa en los jugos clarificados con octapol y con subacetato de plomo.

La cantidad de sacarosa aparente cuantificada por polarimetría presentó un porcentaje menor con respecto a la cantidad de sacarosa cuantificada por cromatografía de líquidos de alta resolución. Esto se debe probablemente a la mayor sensibilidad de este último método.

Al medir con la CLAR la cantidad de azúcares presentes: glucosa, fructosa y sacarosa, la cantidad de sacarosa presente cuantificada en las muestras de jugo verde y jugo desmenuzado se encontraron valores mayores de sacarosa en las muestras de jugo verde clarificadas con alcohol etílico que en las muestras clarificadas con el agente clarificante octapol. Las muestras de jugo verde no pudieron ser clarificadas con subacetato de plomo debido, probablemente, a que algunos de los componentes del jugo verde producen compuestos con el subacetato de plomo que impiden la clarificación. Y, en el jugo desmenuzado, la cantidad de sacarosa presente en las muestras de jugo clarificadas con el agente comercial octapol fue ligeramente mayor que con el alcohol etílico.

CAPÍTULO 5. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

5.1. CONCLUSIONES

De acuerdo con los objetivos planteados en esta investigación de comparar el subacetato de plomo vs. el octapol vs. el alcohol etílico como agentes clarificantes utilizados para muestras de jugos de la caña de azúcar verde, desmenuzado y mezclado, así como jugo obtenido artesanalmente en los laboratorios de la UNAM y de encontrar las condiciones adecuadas del uso del alcohol etílico como agente clarificante para obtener mayor eficiencia se tuvieron las siguientes conclusiones:

- Los tres agentes clarificantes estudiados resultaron ser buenos, ya que eliminaron los compuestos de alto peso molecular, las dextranas y las impurezas permitiendo la cuantificación del contenido de sacarosa en las muestras de jugos de caña por los métodos de polarimetría y cromatografía de líquidos de alta resolución.
- Se encontró que la condición óptima para el alcohol etílico como agente clarificante fue a partir de una concentración alcohol etílico-agua 90:10 (90% alcohol etílico) hasta la relación etanol-agua 96:4 (96% alcohol etílico)

5.2. RECOMENDACIONES Y COMENTARIOS

- Realizar un estudio costo- beneficio del alcohol etílico como agente clarificante.
- Evaluar el gasto del tratamiento de los residuos de las clarificaciones con subacetato de plomo u octapol versus el costo del alcohol etílico como agente clarificante, tomando en cuenta que este último puede destilarse y recuperarse.

- En un estudio posterior podrían identificarse los compuestos que imparten la coloración de los precipitados y de las soluciones filtradas para elucidar el principio de separación que garantice la clarificación del jugo con la mínima cantidad de agente químico.
- El uso continuo del subacetato de plomo opaca el material de vidrio utilizado para realizar las determinaciones, precisamente porque reacciona químicamente con la sílice del vidrio. Este tipo de problema no se presenta en el caso del uso del alcohol etílico. Este podría ser otro punto a favor del uso de este agente clarificante, además de su disponibilidad en los ingenios azucareros-alcoholeros. Además, evitaría que sustancias tan peligrosas como el plomo y el aluminio entren en contacto con el medio ambiente, ya que por destilación se recuperó el alcohol etílico utilizado y, por lo tanto, se puede desechar por el drenaje solamente el jugo de caña y sus subproductos.
- En algunas ocasiones, en las clarificaciones con subacetato de plomo el filtrado se observaba con una ligera coloración blanca producida por un precipitado lechoso (al que los técnicos azucareros le conocen como “mala defecación”). En un estudio posterior será importante identificar estos compuestos que imparten la coloración para conocer la causa y eliminar este problema que aumenta la generación de residuos y el consumo de reactivos.
- Es importante medir de manera precisa los reactivos analíticos (subacetato de plomo, octapol). De no ser así, esto significaría que se están generando más residuos potencialmente tóxicos que los estrictamente necesarios. Será importante sensibilizar al personal sobre los daños potenciales de verter estos residuos a los drenajes de la planta (sin tomar en cuenta el costo en sí de los propios reactivos), con objeto de que sigan las metodologías oficialmente aprobadas de manera responsable.

- A largo plazo, si son desechados los efluentes de los laboratorios químicos de control de calidad de los ingenios sin ser tratados, perjudican la calidad del agua de ríos y otras fuentes de agua a las que alcanzan estos residuos y, a su vez, a plantas y animales, si no se tratan los desechos de las clarificaciones con subacetato de plomo y octapol.

ANEXOS

ANEXO 1. DATOS EXPERIMENTALES Y ANÁLISIS ESTADÍSTICOS

Tabla A-1. Datos experimentales de absorbancia de los jugos clarificados

Muestras de jugos	Lecturas	Promedio de Absorbancias
Sin clarificar 0% etanol	0.053	0.053
	0.051	
	0.054	
Clarificado con etanol al 70%	0.0104	0.0094
	0.0088	
	0.0090	
Clarificado con etanol al 75%	0.0075	0.0073
	0.0072	
	0.0071	
Clarificado con etanol al 80%	0.0051	0.0050
	0.0047	
	0.0052	
Clarificado con etanol al 90%	0.0031	0.0030
	0.0030	
	0.0028	
Clarificado con etanol al 96%	0.0023	0.0022
	0.0021	
	0.0023	
Clarificado con subacetato de plomo	0.0032	0.0032
	0.0033	
	0.0030	

Tabla A.2. Resultados de las alturas de las curvas de calibración de los azúcares glucosa, sacarosa y fructosa

Azúcar	Altura 1	Altura 2	Altura 3	Promedio Altura
Fructosa				
0.025%	3102	3005	2957	3021.333
0.075%	9339	9193	9422	9318
0.1%	12652	12476	12545	12557.666
Glucosa				
0.025%	2036	2082	2389	2169
0.05%	4349	5318	5358	5008.333
0.075%	6402	6536	6001	6313
0.1%	8901	9041	9183	9041.666
Sacarosa				
5%	49837	48327	46761	48308.333
10%	103491	103446	94537	100491.333
15%	156782	154881	155610	155757.666
20%	197556	203673	202816	201348.333
25%	264215	268739	258430	263794.666

Tabla A 3. Resultados del análisis cromatográfico de las muestras de jugo sin clarificar

	Sacarosa	Fructosa	Glucosa
Altura1 JS/C*	299877	29876	5784
Altura2 JS/C*	329861	11049	5834
Altura3 JS/C*	282699	11939	5876
Promedio alturas	304145.666	17621.333	5831.333

*JS/C = Jugo sin clarificar

Tabla A. 4. Resultados del análisis cromatográfico de los jugos de caña clarificados con alcohol etílico a diferentes concentraciones

	Altura sacarosa	Altura fructosa	Altura glucosa
Alturas muestra de jugo clarificado con alcohol etílico al 70 %	190586	24450	17384
	198955	26416	18720
	113241	13078	9165
Promedio alturas	167594	21314.66667	17089.66667
Alturas muestra de jugo clarificado con alcohol etílico al 75 %	190938	38426	23348
	189665	39447	23602
	189864	39212	23618
Promedio alturas	190155.66667	39028.33333	23522.66667
Alturas Muestra de jugo clarificado con alcohol etílico al 80 %	197413	38891	23025
	195154	41009	24219
	194359	39661	23637
Promedio alturas	195642	39853.66667	23627
Altura muestra de jugo clarificado con alcohol etílico al 90 %	338371	12458	5350
	343794	11623	4889
	367123	12246	5974
Promedio alturas	349762.66667	12109	5404.33333
Alturas muestra de jugo clarificado con alcohol etílico al 96 %	348719	11263	70
	383194	12537	5470
	360148	11415	4646
Promedio alturas	364020.33333	11738.33333	3395.33333

Tabla A.5. Resultados del análisis cromatográfico de las muestras de jugo clarificadas con subacetato de plomo

	Sacarosa	Fructosa	Glucosa
Alturas muestra clarificada con subacetato de plomo	282897	10718	5683
	281621	9949	5115
	282699	10530	4924
Promedio alturas	282405.666	10399	5240.666

Tabla A. 6. Resultados de los análisis polarimétricos de las muestras de jugo mezclado clarificadas con tres agentes clarificantes subacetato de plomo, octapol y alcohol etílico

Día de zafra	% Sacarosa		
	Subacetato de plomo	Octapol	Alcohol etílico
92	13.97	13.93	14.20
93	14.07	13.74	14.32
94	13.83	13.84	14.1
95	13.92	13.88	13.79
96	14.07	14.05	14.12
97	Paró el molino		
98	14.5	14.54	14.6
99	14.53	14.58	14.75
100	14.53	14.54	14.71
101	14.6	14.62	14.74
102	14.53	14.51	14.71
103	14.68	14.69	14.84
104	Paró el molino		
105	14.74	14.76	14.93
106	14.35	14.36	14.5
107	14.50	14.56	14.61
108	13.74	13.74	13.77

Tabla A.7. Ecuaciones para el análisis de varianza polarimetría

Fuentes de varianza	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Media de cuadrados	Regla de decisión Estadístico de prueba
Entre grupos SCE	$SCE = \sum_j n_j (X_j - \bar{x})^2$	$K - 1$	$SCE / (K-1)$	
Dentro de los grupos SCD	$SCD = \sum_i \sum_j (X_{ij} - \bar{x}_j)^2$	$N - k$	$SCD / (n - k)$	$f = SCE / (K-1)$ $SCD / (n - k)$
Total SCT	$SCT = \sum_i \sum_j (X_{ij} - \bar{x})^2$	$N - 1$	----- -----	

Fórmulas:

K: número de métodos

\bar{x}_j : promedio por métodos

n: determinaciones totales

n_j : determinaciones por método

\bar{X} : media global

$SCD = \sum_j (n_j - 1) S_j^2$

S_j^2 ; donde S_j^2 es la varianza de cada método

$SCT = SCE + SCD$

Tabla A.8. Resultados del análisis de varianza por polarimetría

N	X	\bar{X}_j	$X - \bar{x}_j$	$(X - \bar{x}_j)^2$	$n (X - \bar{x}_j)^2$
15	14.304	14.346	-0.042	0.0017	0.0264
15	14.289	14.346	-0.057	0.0032	0.0487
15	14.446	14.346	0.1	0.01	0.15
					$\Sigma = 0.2251$

Tabla A.9. Análisis de varianza por cromatografía.

N	X	\bar{X}_j	$X - \bar{x}_j$	$(X - \bar{x}_j)^2$	$n (X - \bar{x}_j)^2$
11	24.86	22.21	2.65	7.0225	77.2475
11	20.91	22.21	- 1.3	1.69	18.59
11	20.86	22.21	- 1.35	1.8225	20.0475
					$\Sigma = 115.885$

Tabla A.10. Datos experimentales promedios de las alturas de los cromatogramas obtenidos al inyectar las muestras de jugo mezclado clarificado con alcohol etílico en el cromatógrafo de líquidos de alta resolución.

Muestra	Alturas		
	Fructosa	Glucosa	Sacarosa
1	8888	6262	269588
2	6177	3102	256153
3	7117	3724	266812
4	6920	5163	277702
5	5290	2848	259452
6	6758	5272	261354
7	4422	3399	265212
8	6220	5110	239532
9	7056	6202	257499
10	5448	4559	246980
11	8580	7155	247950

Tabla A.11. Resultados de los análisis cromatográficos, concentraciones de las muestras de jugo mezclado clarificadas con el agente clarificante alcohol etílico

Muestra	Concentración		
	%		
	Fructosa	Glucosa	Sacarosa
1	0.0713	0.0696	25.87
2	0.0499	0.0336	24.60
3	0.0573	0.0407	25.61
4	0.0558	0.0571	26.63
5	0.0429	0.0307	24.91
6	0.0545	0.0583	25.09
7	0.0361	0.0370	25.46
8	0.0502	0.0565	23.04
9	0.0568	0.0689	24.74
10	0.0442	0.0502	23.74
11	0.0688	0.0798	23.83

Tabla A.12. Datos experimentales promedios de las alturas obtenidos al inyectar las muestras de jugo mezclado clarificado con subacetato de plomo en el cromatógrafo de líquidos de alta resolución.

Muestra	Alturas		
	Fructosa	Glucosa	Sacarosa
1	5855	4345	219685
2	4202	3395	146886
3	4574	3221	224651
4	5393	4288	205561
5	4126	2571	209895
6	4749	3951	214270
7	4112	3043	219419
8	5278	4325	225291
9	5416	5394	225305
10	4489	4026	208968
11	6053	5190	211659

Tabla A.13. Resultados de los análisis cromatográficos concentraciones de los azúcares presentes en las muestras de jugo mezclado clarificado con el agente clarificante subacetato de plomo.

Muestra	Concentración		
	%		
	Fructosa	Glucosa	Sacarosa
1	0.0474	0.0478	21.18
2	0.0509	0.0563	21.24
3	0.0373	0.0350	21.64
4	0.0437	0.0471	19.85
5	0.0338	0.0275	20.25
6	0.0387	0.0433	20.67
7	0.0336	0.0329	21.15
8	0.0428	0.0475	21.70
9	0.0439	0.0597	21.70
10	0.3587	0.0441	20.17
11	0.0489	0.05745	20.46

Tabla A.14. Datos experimentales obtenidos al inyectar las muestras de jugo mezclado clarificado con octapol en el cromatógrafo de líquidos de alta resolución

Muestra	Alturas		
	Fructosa	Glucosa	Sacarosa
1	8179	6084	218840
2	6097	3580	198670
3	21961	6688	245495
4	6908	4778	229381
5	10294	4877	188385
6	8235	5177	209128
7	4473	3402	227977
8	5382	4512	210015
9	4455	3995	242750
10	5072	3191	202468
11	9697	9015	236732

Tabla A.15. Resultados de los análisis cromatográficos de las muestras de jugo mezclado clarificadas con el agente clarificante octapol.

Muestra	Concentración		
	%		
	Fructosa	Glucosa	Sacarosa
1	0.0657	0.0676	21.10
2	0.0493	0.0391	19.20
3	0.1742	0.0745	20.78
4	0.0557	0.0571	22.09
5	0.0823	0.0538	18.23
6	0.0661	0.0573	20.18
7	0.0365	0.0370	21.95
8	0.0436	0.0492	20.27
9	0.0363	0.0438	23.34
10	0.0412	0.0346	19.56
11	0.0775	0.1010	22.78

Tabla A.16. Datos experimentales obtenidos al inyectar las muestras de jugo desmenuzado clarificado con alcohol etílico en el cromatógrafo de líquidos de alta resolución

Muestra	Alturas		
	Fructosa	Glucosa	Sacarosa
1	15008	10776	266707
2	5205	1498	258642
3	15828	11901	271894
4	17956	12822	189154
5	10392	11426	234656

Tabla A.17. Resultados de los análisis cromatográficos de las muestras de jugo desmenuzado clarificadas con el agente clarificante alcohol etílico

Muestra	Concentración %		
	Fructosa	Glucosa	Sacarosa
1	0.1195	0.1211	25.60
2	0.0422	0.0153	24.84
3	0.1259	0.1339	26.08
4	0.1427	0.1444	18.30
5	0.0831	0.1285	22.58

Tabla A.18. Datos experimentales obtenidos al inyectar las muestras de jugo desmenuzado clarificado con subacetato de plomo en el cromatógrafo de líquidos de alta resolución

Muestra	Alturas		
	Fructosa	Glucosa	Sacarosa
1	12465	9680	233638
2	1924	317	153636
3	13285	11087	235629
4	13973	10834	243115
5	13292	11007	226995

Tabla A.19. Resultados de los análisis cromatográficos de las muestras de jugo desmenuzado clarificadas con el agente clarificante subacetato de plomo

Muestra	Concentración %		
	Fructosa	Glucosa	Sacarosa
1	0.0994	0.1086	22.49
2	0.0164	0.0018	14.97
3	0.1059	0.1247	22.67
4	0.1113	0.1218	23.38
5	0.1059	0.1237	21.86

Tabla A.20. Datos experimentales obtenidos al inyectar las muestras de jugo desmenuzado clarificado con octapol en el cromatógrafo de líquidos de alta resolución

Muestra	Alturas		
	Fructosa	Glucosa	Sacarosa
1	16072	7388	393209
2	5545	1293	245701
3	9919	7331	154213
4	19378	12716	321348
5	24704	18548	368183

Tabla A.21. Resultados de los análisis cromatográficos de las muestras de jugo desmenuzado clarificadas con el agente clarificante octapol

Muestra	Concentración %		
	Fructosa	Glucosa	Sacarosa
1	0.1278	0.0825	37.49
2	0.0449	0.0130	23.62
3	0.0794	0.0818	15.02
4	0.1539	0.1432	30.73
5	0.1958	0.2097	35.14

Tabla A.22. Datos experimentales obtenidos al inyectar las muestras de jugo verde clarificado con alcohol etílico en el cromatógrafo de líquidos de alta resolución

Muestra	Alturas		
	Fructosa	Glucosa	Sacarosa
1	15775	9330	309325
2	16365	10348	311846
3	14461	8476	287306
4	15034	8937	292218
5	15074	9382	280852

Tabla A.23. Resultados de los análisis cromatográficos de las muestras de jugo verde clarificadas con el agente clarificante alcohol etílico.

Muestra	Concentración %		
	Fructosa	Glucosa	Sacarosa
1	0.1254	0.1046	29.60
2	0.1301	0.1162	29.84
3	0.1151	0.0949	27.53
4	0.1197	0.1000	27.99
5	0.1200	0.1052	26.93

Tabla A.24. Datos experimentales obtenidos al inyectar las muestras de jugo verde clarificado con octapol en el cromatógrafo de líquidos de alta resolución

Muestra	Alturas		
	Fructosa	Glucosa	Sacarosa
1	19282	12243	354275
2	11998	6389	321939
3	15668	8819	355415
4	4042	14301	325439
5	1127	2431	371002

Tabla A.25. Resultados de los análisis cromatográficos de las muestras de jugo verde clarificadas con el agente clarificante octapol

Muestra	Concentración %		
	Fructosa	Glucosa	Sacarosa
1	0.153	0.99	33.83
2	0.095	0.071	30.79
3	0.120	0.098	33.94
4	0.033	0.16	31.12
5	0.010	0.27	35.40

Tabla A.26. Resultados del análisis por espectrofotometría inducida con plasma análisis de trazas de metales en residuos de las clarificaciones en jugos y precipitados. La cantidad de aluminio y plomo en el precipitado obtenido de la clarificación con octapol

Precipitado obtenido de la clarificación con octapol	(mg/L)
Pb	0.829
Pb	4.666
Pb	0.068
Al	174.5
Al	848.6
Al	127.8

Tabla A.27. Cantidad de aluminio y plomo en el precipitado obtenido de la clarificación con subacetato de plomo

Precipitado obtenido de la clarificación con subacetato de plomo	(mg/L)
Pb	0.815
Pb	1.013
Pb	1.104
Al	0.858
Al	1.197
Al	1.020

Tabla A.28. Cantidad de aluminio y plomo en el jugo clarificado con subacetato de plomo

Jugo clarificado con subacetato de plomo	(mg/L)
Pb	1.090
Pb	0.947
Pb	0.433
Al	4.952
Al	1.977
Al	0.606

Tabla A.29. Cantidad de aluminio y plomo en el jugo clarificado con octapol

Jugo clarificado con octapol	(mg/L)
Pb	1.841
Pb	1.705
Pb	1.741
Al	2.17
Al	7.119
Al	6.595

Tabla A.30. Cantidad de aluminio y plomo en el reactivo octapol

Reactivo octapol	(mg/L)
Pb	-0.136
Pb	-0.207
Pb	-0.039
Al	1863
Al	1842
Al	1234

ANEXO 2. ACERVO FOTOGRÁFICO

PROCESO DE ELABORACIÓN DE AZÚCAR



Cañaveral



Transporte de la caña al Ingenio



Batey



Volteador



Conductores de caña



Molinos



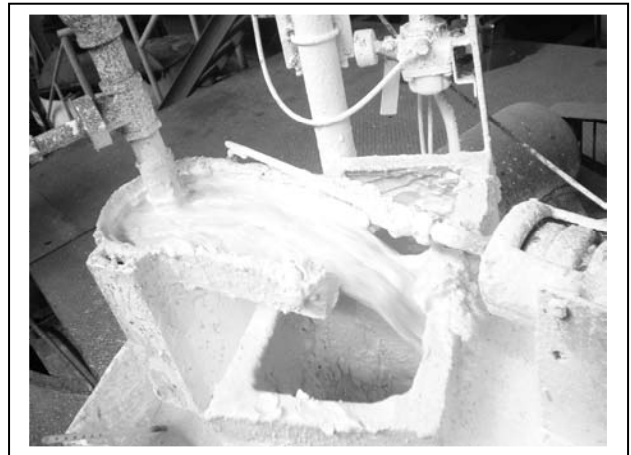
Molinos 2



Toma de muestra automática



Clarificador



Alcalización



Calentamiento del jugo



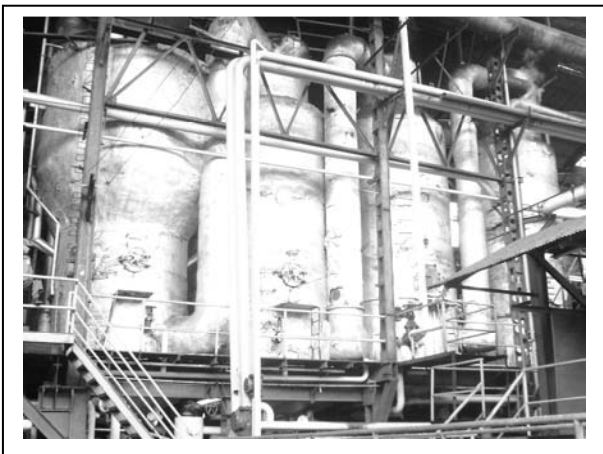
Filtros rotativos



Cachaza



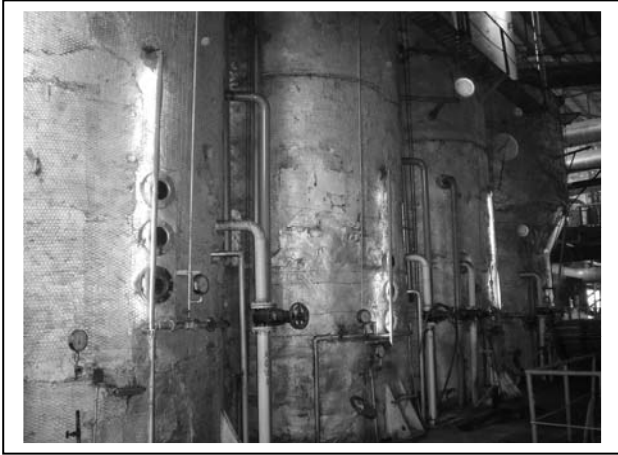
Evaporador



Evaporador 2



Tanques de meladura



Cristalizadores



Centrífugas



Envasado



Envasado 2



Envasado 3



Bodega

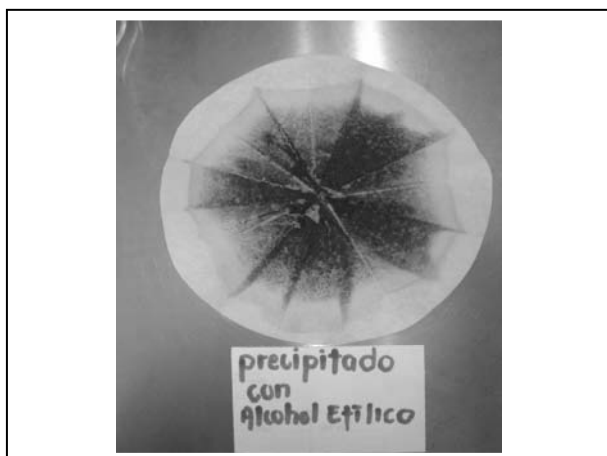
CLARIFICACIÓN A NIVEL LABORATORIO



Laboratorio químico



Clarificaciones



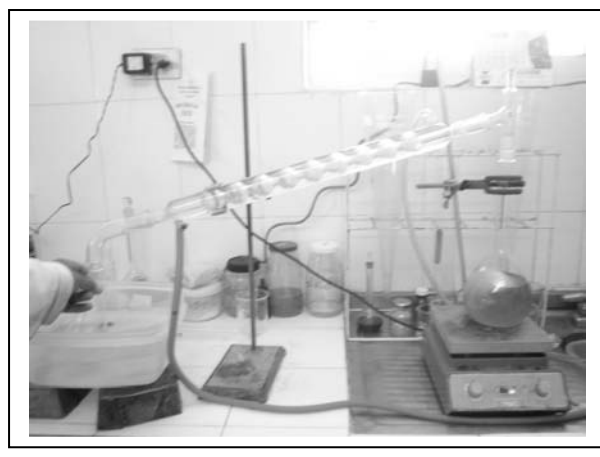
Precipitado alcohol etílico



Precipitado "octapol"



Precipitado subacetato de plomo



Destilación de alcohol etílico

BIBLIOGRAFÍA

Anónimo. 2006a. Consulta a las redes internacionales. Dirección electrónica: <http://www.procaña.org>

Anónimo. 2006b. Consulta a las redes internacionales. Dirección electrónica: <http://www.perafan.com/ea02edul,htm//sacarosa>

Baduí-Dergal, S. 1999. Química de los alimentos. Editorial Pearson. México D.F. México.

Belitz, H.-D., Grosch, W. 1997. Química de los alimentos. Editorial. Acribia. Zaragoza, España.

Carmona, H. 1997. Estudio de la calidad de materias primas, productos intermedios y producto final en un ingenio azucarero. Tesis profesional (Química de Alimentos). UNAM, Facultad de Química. México D.F. México.

Castillo-Guajardo, H. 1996. Estudio sobre la caracterización de sacáridos en mieles incristalizables de ingenios azucareros. Validación de las metodologías analíticas en un polarímetro y un cromatógrafo de alta resolución. Tesis profesional (Química de Alimentos). UNAM, Facultad de Química. México D.F. México.

CNIIAA. 2007. Comunicación personal. Producción de azúcar de caña en México. México D.F. México.

CNIIAA. 2006. Comunicación personal. Método de clarificación con octapol. México D.F. México.

CNPR. 2007. Unión Nacional de Cañeros, A. C (CNPR) <http://www.caneros.org.mx>

DOF. 1991. NORMA MEXICANA NMX-F-271-1991. Industria azucarera. Determinación de Pol (Sacarosa aparente) en muestras de jugo de especies vegetales productoras de azúcar – Método del peso normal. Diario Oficial de la Federación. México D.F. México.

DOF. 1994. NORMA OFICIAL MEXICANA NOM-127-SSA1-1994, Salud ambiental, agua para uso y consumo humano – Límites permisibles de calidad y tratamiento al que debe someterse el agua para su potabilización. Diario Oficial de la Federación. México D.F. México.

Durán-de-Bazúa, C. 2008. Edulcorantes ¿Dulces o amargos?: Una revisión bibliográfica. Conferencia mensual de la Academia Mexicana de Ciencias, Artes, Tecnología y Humanidades, A.C. Febrero 22. México D.F. México.

Durán-de-Bazúa, C. 1994. Tratamiento biológico de aguas residuales de la industria química y de proceso. Pub. PIQAYQA. Facultad de Química, UNAM. México D.F: México.

GEPLACEA. 1988. Manual de los derivados de la caña de azúcar. Instituto Cubano de Investigaciones de los Derivados de la Caña de Azúcar, ICIDCA. Colección GEPLACEA. Grupo de Países de Latinoamérica y el Caribe Exportadores de Azúcar. México D.F. México.

Kirk, R. S.1996. Composición y análisis de alimentos de Pearson. Editorial CECSA. México D.F. México.

Meade-Chen, C.P. 1991. Manual del azúcar de caña. Editorial Limusa. México D.F. México.

Panizza-de-León, A. 2006. Evaluación de dos alternativas de tratamiento para lodos con sulfato de aluminio provenientes de la potabilización del agua. Tesis de maestría (Ciencias e Ingeniería Ambientales). UAM, Azcapotzalco. México D.F. México.

Pedrosa-Puertas, R. 1975. Fabricación de azúcar crudo de caña. Editorial Científico-Técnica. La Habana, Cuba.

Rubio-Huacuz, M. 2003. Estudio Comparativo de las hidrólisis química y enzimática en jugo de caña de azúcar para la obtención de mieles fructosadas. Tesis profesional (Química de Alimentos). UNAM, Facultad de Química. México D.F. México.

Sarmiento, A. 2007. Comunicación personal. Ingenio Central Motzorongo. Motzorongo, Veracruz, México.

Severiano, P. 1997. Dextranas: Extracción e identificación a partir de mieles incristalizables. Tesis profesional (Química de Alimentos). UNAM, Facultad de Química. México D.F. México.

Skoog, D.A., Holler, J.H., Nieman, T.A. 2001. Principios de análisis instrumental. Editorial McGraw-Hill. Madrid, España.

Spencer, G., Meade, P. 1967 Manual del azúcar de caña. Ed Montaner y Simón, Madrid, España.

Spiegel, M.R., Stephens, L. J. 2001. Estadística. Editorial McGraw-Hill. México D.F. México.

Turk, A., Turk, J., Wittes, J. 1973. Ecología - Contaminación - Medio ambiente. Nueva Editorial Interamericana, S. A. de C.V. México D.F. México.

Valle-Vega, P. 2005. Toxicología de alimentos. Edición electrónica. UNAM, Facultad de Química. México D.F. México.

Bibliografía consultada (no citada en el texto)

Cárdenas, R. M., Cervantes, V. L., Coronel, M. S., Díaz. N. M. 1988. El saturnismo como fenómeno social en el municipio de Tonalá, Jalisco. Tesis profesional (Trabajo Social). Universidad de Guadalajara. Facultad de Trabajo Social. México Guadalajara, Jalisco, México.

Fennema, O.R. 1993. Química de los alimentos. 2a. Edición. Ed Acribia. Zaragoza, España.

Rogert, P. H. 1974. El cultivo de la caña de azúcar. Editorial Compañía Editorial Continental (CECSA). México D.F. México.

Fuentes electrónicas

Anónimo. 2006c. Consulta a las redes internacionales. Dirección electrónica: <http://www.perafan.com/ea02edul.htm//sacarosa>

Anónimo. 2006d. Consulta a las redes internacionales. Dirección electrónica: <http://www.zucarmex.com>

Leyes ó normas

NORMA OFICIAL MEXICANA NMX-F-271-1991
Industria Azucarera –Determinación de Pol (Sacarosa aparente) en muestras de jugo de especies vegetales productoras de azúcar – Método del peso normal

NORMA TÉCNICA COLOMBIANA NTC 607.
Industrias Alimentarias. Azúcar Crudo.
Ratificada 1996-04-24, 4a. actualización, ii + 5 páginas, ICONTEC, Bogotá.

NORMA TÉCNICA COLOMBIANA NTC 611.
Industrias Alimentarias. Azúcar Blanco.
Ratificada 1995-10-18, 4a. revisión, ii + 5 páginas, ICONTEC, Bogotá.

NORMA TÉCNICA COLOMBIANA NTC 2085.

Industrias Alimentarias. Azúcar Blanco Especial.

Ratificada 1995-10-18, 2a. revisión, ii + 8 páginas, ICONTEC, Bogotá.

NORMA TÉCNICA COLOMBIANA NTC 778.

Industrias Alimentarias. Azúcar Refinado.

Ratificada 1997-04-16, 5a. actualización, ii + 5 páginas, ICONTEC, Bogotá.