

ESCUELA POLITÉCNICA NACIONAL

**FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA Y
AGROINDUSTRIA**

**VALIDACIÓN DEL MÉTODO DE LA PRENSA HIDRÁULICA
PARA DETERMINAR LA CALIDAD DE LA CAÑA QUE
INGRESA AL INGENIO AZUCARERO DEL NORTE**

**PROYECTO PREVIO A LA OBTENCIÓN DEL TÍTULO DE
INGENIERA QUÍMICA**

ANA ELIZABETH CHECA RAMÍREZ
anaeliza_checa@hotmail.com

DIRECTORA: ING. NEYDA ESPÍN FÉLIX
neyda_espin@server.epn.edu.ec

Quito, Junio 2010

© Escuela Politécnica Nacional 2010
Reservados todos los derechos de reproducción

DECLARACIÓN

Yo, Ana Elizabeth Checa Ramírez, declaro que el trabajo aquí descrito es de mi autoría; que no ha sido previamente presentado para ningún grado o calificación profesional; y, que he consultado las referencias bibliográficas que se incluyen en este documento.

La Escuela Politécnica Nacional puede hacer uso de los derechos correspondientes a este trabajo, según lo establecido por la Ley de Propiedad Intelectual, por su Reglamento y por la normativa institucional vigente.

Ana Elizabeth Checa Ramírez

CERTIFICACIÓN

Certifico que el presente trabajo fue desarrollado por Ana Elizabeth Checa Ramírez, bajo mi supervisión.

Ing. Neyda Espín Félix
DIRECTORA DE PROYECTO

AGRADECIMIENTO

Deseo dejar constancia de mi agradecimiento a mi Director del Proyecto de Titulación Ing. Neyda Espín, quién con su confianza y dedicación supo guiarme desinteresadamente hasta la obtención del objetivo planteado.

Al apoyo brindado por el Ingenio Azucarero del Norte Compañía de Economía Mixta IANCEM, a la gerencia que me facilitó sus instalaciones, y especialmente al Ing. Rubén Guzmán, Jefe del Laboratorio de Control de Calidad por su asesoría y apoyo durante la realización del presente proyecto.

Agradezco al Ing. Patricio Flor, por toda la buena disposición que tuvo conmigo, por su ayuda y guía tan oportuna y necesaria para la culminación de este proyecto de Titulación.

A mis profesores de la Carrera de Ingeniería Química, quienes con paciencia, esmero y dedicación me han impartido los conocimientos que ahora deberé aplicar en la vida profesional.

Ana Elizabeth

DEDICATORIA

El presente trabajo lo dedico a Dios por darme la vida, la sabiduría y demostrarme su amor en los momentos más difíciles, a mis padres Anita Luisa y Gonzalo por ser mi fuerza, mis consejeros y mis guías; a mis hermanos: Xavier, Andrés y Santiago, quienes siempre me apoyaron y me ayudaron en la culminación de este trabajo.

Además, les agradezco a mis padres y hermanos por todo el amor y paciencia que me demuestran a cada momento de éste diario vivir.

A mis tías Magdalena y Rosario, por tenerme siempre presente en sus oraciones.

Gracias Dios todopoderoso por darme una familia tan maravillosa.

ÍNDICE DE CONTENIDO

	PÁGINA
RESUMEN	xi
INTRODUCCIÓN	xiii
GLOSARIO	xv
1 REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA	1
1.1 Obtención de azúcar de caña	1
1.1.1 Proceso de campo (Siembra y cultivo de la caña)	3
1.1.2 Cosecha	5
1.1.3 Proceso de fábrica	6
1.1.3.1 Extracción del jugo	9
1.1.3.2 Desinfección del jugo	9
1.1.3.3 Clarificación del jugo	10
1.1.3.4 Filtración de la cachaza	11
1.1.3.5 Evaporación del jugo clarificado	11
1.1.3.6 Cristalización	12
1.1.3.7 Centrifugación o purga; reebullición de las mieles	12
1.1.3.8 Secado y envasado	13
1.1.4 Deterioro de la caña	14
1.1.5 Muestreo de caña	15
1.2 Validación de métodos de análisis	17
1.2.1 Definiciones	19
1.2.1.1 Exactitud de una medición	19
1.2.1.2 Precisión	19
1.2.1.3 Selectividad/especificidad	19
1.2.1.4 Repetibilidad	20
1.2.1.5 Reproducibilidad	20
1.2.1.6 Rango lineal	20
1.2.1.7 Sensibilidad	20
1.2.1.8 Rango de trabajo	21
1.2.1.9 Límite de detección	21
1.2.1.10 Límite de cuantificación	21
1.2.1.11 Robustez	22

1.2.1.12 Incertidumbre	22
1.2.1.13 Material de referencia certificado (MRC)	23
1.3 Métodos de caracterización de la caña de azúcar	23
1.3.1 Método del primer molino	25
1.3.2 Método del digestor en frío	26
1.3.2.1 Porcentaje de Humedad de caña	28
1.3.2.2 Análisis del extracto	28
1.3.3 Método de la prensa hidráulica	31
1.3.3.1 Análisis del jugo extraído por la prensa	34
2 PARTE EXPERIMENTAL	38
2.1 Pruebas de los equipos	38
2.2 Validación del método de porcentaje de fibra (% F)	38
2.2.1 Determinación de la incertidumbre	39
2.2.2 Descripción del procedimiento	39
2.3 Validación del método de pol en jugo de caña	42
2.3.1 Validación de la lectura refractométrica	42
2.3.1.1 Determinación de la exactitud de la calibración del refractómetro	43
2.3.1.2 Determinación de la precisión de la lectura refractométrica	43
2.3.1.3 Determinación del intervalo de trabajo y función respuesta	46
2.3.1.4 Determinación de la exactitud de la lectura refractométrica	46
2.3.1.5 Determinación de la Sensibilidad	46
2.3.1.6 Determinación de Incertidumbre	47
2.3.2 Validación de la lectura polarimétrica	51
2.3.3 Descripción del procedimiento	51
a) Determinación de la lectura refractométrica	51
b) Determinación de la lectura polarimétrica	52
c) Determinación de la pol en jugo	52
2.4 Validación del método de pureza en jugo de caña	53
2.4.1 Determinación de la incertidumbre combinada y expandida	53
2.4.2 Determinación de la pureza en jugo de caña	53

2.5	Validación del método de pol en caña	54
2.5.1	Determinación de la incertidumbre combinada y expandida	54
2.5.2	Determinación de la pol real en caña	54
2.5.3	Aplicación de los métodos validados	55
2.5.3.1	Porcentaje de azúcares reductores	56
2.5.3.2	Variedad de la caña	56
2.5.3.3	Porcentaje de fibra en caña	56
2.5.3.4	Edad de la caña	56
2.5.3.5	Determinación de la calidad de la caña	57
3	RESULTADOS Y DISCUSIÓN	58
3.1	Validación del método de porcentaje de fibra en caña	58
3.1.1	Incertidumbre	58
3.2	Validación del método de pol en jugo de caña	59
3.2.1	Validación de la lectura refractométrica	59
3.2.1.1	Determinación de la exactitud de la calibración del refractómetro	59
3.2.1.2	Determinación de la Precisión	60
3.2.1.3	Determinación del intervalo de trabajo, y función respuesta de la determinación de la lectura refractométrica	62
3.2.1.4	Determinación de la Sensibilidad	64
3.2.1.5	Determinación de la Incertidumbre	65
3.2.1.6	Determinación de la exactitud de la lectura refractométrica	66
3.2.2	Validación de la lectura polarimétrica	67
3.2.2.1	Determinación de la exactitud de la calibración del polarímetro	67
3.2.2.2	Determinación de la Precisión	68
3.2.2.3	Determinación del intervalo de trabajo, y función respuesta de la lectura polarimétrica	70
3.2.2.4	Determinación de la Sensibilidad	72
3.2.2.5	Determinación de la Incertidumbre	73
3.2.2.6	Determinación de la exactitud de la lectura polarimétrica	74
3.2.3	Determinación de la incertidumbre combinada y expandida	75
3.3	Validación del método de pureza en jugo de caña	76
3.3.1	Determinación de la incertidumbre combinada y expandida	76

3.4 Validación del método de pol en caña	77
3.4.1 Determinación de la incertidumbre combinada y expandida	77
3.4.2 Aplicación de los métodos validados	78
3.4.2.1 Porcentaje de azúcares reductores	78
3.4.2.2 Variedad de la caña	79
3.4.2.3 Porcentaje de fibra en caña	80
3.4.2.4 Edad de la caña	81
4 CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES	83
4.1 Conclusiones	83
4.2 Recomendaciones	85
BIBLIOGRAFÍA	86
ANEXOS	89

ÍNDICE DE TABLAS

	PÁGINA
Tabla 1. Cálculos estadísticos para la evaluación del análisis de varianza	44
Tabla 2. Parámetros para determinación de la Calidad de la Caña	57
Tabla 3. Incertidumbre combinada y expandida de la balanza	58
Tabla 4. Resultados de exactitud de las soluciones estándares	59
Tabla 5. Desviación estándar de: repetibilidad (s_r), las lecturas (s_L), reproducibilidad (s_R) para cada una de las concentraciones	60
Tabla 6. Resultados de evaluación de repetibilidad y reproducibilidad mediante los coeficientes de variación para el refractómetro	61
Tabla 7. Resultados de las soluciones estándares para la evaluación del intervalo de trabajo del refractómetro	62
Tabla 8. Variaciones en décimas de concentración de sacarosa	64
Tabla 9. Variaciones en unidades de concentración de sacarosa	64
Tabla 10. Incertidumbre de la lectura refractométrica	65
Tabla 11. Resultados de exactitud de las soluciones estándares	67
Tabla 12. Desviación estándar de: repetibilidad (s_r), las lecturas (s_L), reproducibilidad (s_R) para cada una de las concentraciones	68
Tabla 13. Resultados de evaluación de repetibilidad y reproducibilidad mediante los coeficientes de variación para el polarímetro	69
Tabla 14. Resultados de las soluciones estándares para la evaluación del intervalo de trabajo del polarímetro	70
Tabla 15. Variaciones en décimas de concentración de sacarosa	72
Tabla 16. Variaciones en unidades de concentración de sacarosa	72

Tabla 17. Incertidumbre de la lectura polarimétrica	73
Tabla 18. Incertidumbre combinada y expandida de la pol en jugo de caña	75
Tabla 19. Incertidumbre combinada y expandida de la pureza en jugo de caña	76
Tabla 20. Incertidumbre combinada y expandida del método de la pol en caña	77
Tabla 21. Porcentaje de cumplimiento de calidad de la materia prima que ingresa al Ingenio Azucarero del Norte	82
Tabla 22. Lecturas de las soluciones estándares preparadas para determinar la precisión de la lectura refractométrica	94
Tabla 23. Valores del error, porcentaje de error encontrados en las lecturas refractométricas para cada solución estándar	95
Tabla 24. Resultados del análisis de ANOVA de las soluciones estándares para determinar la precisión de la lectura refractométrica	96
Tabla 25. Lecturas de las soluciones estándares preparadas para determinar la precisión de la lectura polarimétrica	97
Tabla 26. Valores del error, porcentaje de error encontrados en las lecturas polarimétricas para cada solución estándar	98
Tabla 27. Resultados del análisis de ANOVA de las soluciones estándares para determinar la precisión de la lectura polarimétrica	99
Tabla 28. Datos para la preparación de la solución de sacarosa de 100 g l^{-1} (10 °Brix)	100
Tabla 29. Incertidumbre debida a la preparación de soluciones estándares	104
Tabla 30. Incertidumbre debida a la repetibilidad	104
Tabla 31. Incertidumbre debida a la reproducibilidad	104
Tabla 32. Incertidumbre combinada de la lectura refractométrica	105
Tabla 33. Incertidumbre debida a la preparación de soluciones estándares	106

Tabla 34. Incertidumbre debida a la repetibilidad	106
Tabla 35. Incertidumbre debida a la reproducibilidad	106
Tabla 36. Incertidumbre combinada de la lectura refractométrica	107
Tabla 37. Datos experimentales utilizados en la construcción del gráfico entre la variedad de caña y Pol real en caña	108
Tabla 38. Datos experimentales utilizados en la construcción del gráfico entre la variedad de caña y porcentaje de fibra en caña	109
Tabla 39. Datos experimentales para la construcción del gráfico pol real en caña y porcentaje de azúcares reductores	110
Tabla 40. Datos experimentales para la construcción del gráfico pol real en caña y porcentaje de azúcares reductores	111
Tabla 41. Datos experimentales utilizados en la determinación de la calidad de la caña que ingresa al Ingenio Azucarero del Norte	112

ÍNDICE DE FIGURAS

	PÁGINA
Figura 1. Plantación de caña de azúcar	1
Figura 2. Cosecha manual de caña de azúcar	6
Figura 3. Ingenio Azucarero del Norte	7
Figura 4. Proceso de Producción del azúcar	8
Figura 5. Diagrama de flujo del Método del Digestor en Frío.	27
Figura 6. Diagrama de flujo del Método de la Prensa Hidráulica	33
Figura 7. Muestreo de la caña de azúcar con la ayuda de la sonda horizontal	39
Figura 8. Desfibrado de caña de azúcar	40
Figura 9. Prensado de caña de azúcar desfibrada	41
Figura 10. Secado de la fibra húmeda	41
Figura 11. Diagrama de Ishikawa	47
Figura 12. Curva de calibración de soluciones de sacarosa a 0, 10, 20 y 30 °Brix	633
Figura 13. Curva de calibración de soluciones de sacarosa a 0, 25, 50, 75 y 100 °Z	711
Figura 14. Porcentaje de azúcares reductores en función de la Pol real de la caña	78
Figura 15. Porcentaje de Pol real en caña en función de la variedad de caña	799
Figura 16. Porcentaje de fibra en caña de azúcar en función de variedades de caña que ingresan a IANCEM	80
Figura 17. Pol real en caña de azúcar en función de la edad	81

ÍNDICE DE ANEXOS

	PÁGINA
ANEXO I Certificado de calibración de la balanza	90
ANEXO II Certificado de solución de sacarosa	91
ANEXO III Certificado de celda de cuarzo No. 4342	92
ANEXO IV Certificado de celda de cuarzo No. 4333	93
ANEXO V Datos y tratamiento estadístico de las muestras analizadas para determinar la precisión de la lectura refractométrica	94
ANEXO VI Datos y tratamiento estadístico de las muestras analizadas para determinar la precisión de la lectura polarimétrica	97
ANEXO VII Cálculo de la incertidumbre de preparación de la solución estándar de calibración de sacarosa	100
ANEXO VIII Incertidumbre: de preparación de soluciones, de reproducibilidad, repetibilidad e incertidumbre combinada de la lectura refractométrica	104
ANEXO IX Incertidumbre: debida a la preparación de las soluciones estándares, de reproducibilidad, de repetibilidad e incertidumbre combinada de la lectura polarimétrica	106
ANEXO X Datos de las muestras analizadas de caña de azúcar clasificadas según variedad de caña y pol real en caña	108
ANEXO XI Datos de las muestras analizadas de caña de azúcar clasificadas según variedad de caña y porcentaje de fibra en caña	109

ANEXO XII

Datos de las muestras analizadas de caña de azúcar clasificadas según porcentaje de azúcares reductores y pol real en caña

110

ANEXO XIII

Datos de las muestras analizadas de caña de azúcar clasificadas según edad de la caña y pol real en caña

111

ANEXO XIV

Datos de las muestras analizadas de caña de azúcar clasificadas según porcentaje de fibra en caña, pol en jugo y pol real en caña

112

RESUMEN

El objetivo del presente trabajo fue validar los métodos de la lectura refractométrica, lectura sacarimétrica, pol en jugo de caña, pureza en jugo de caña y pol en caña para el Ingenio Azucarero del Norte Compañía de Economía Mixta. Para esto se redactaron de acuerdo con los requisitos de la norma ISO/IEC 17025:2005 los procedimientos específicos de ensayo. Se realizó estudios y comparaciones con muestras, materiales de referencia y soluciones estándares de acuerdo con los diseños experimentales más adecuados. La incertidumbre expandida para el porcentaje de fibra en caña de azúcar es de 0,0182 g. La calibración del refractómetro Schmidt + Haensch fue de 99,88 % y para el polarímetro fue de 99,97 %. La precisión de repetibilidad de la lectura refractométrica, expresada como coeficientes de variación fue de 0,170 % para muestras de 10 °Brix; 0,037 % para muestras de 20 °Brix y de 0,052 % para muestras de 30 °Brix. La precisión de repetibilidad de la lectura polarimétrica, expresada como coeficientes de variación fue de 0,057 % para muestras de 25 °Z; 0,038 % para muestras de 50 °Z; 0,013 % para muestras de 75 °Z y 0,001 % para muestras de 100 °Z. La precisión de reproducibilidad de la lectura refractométrica, expresada como coeficientes de variación fue de 0,175 % para muestras de 10 °Brix; 0,089 % para muestras de 20 °Brix y de 0,052 % para muestras de 30 °Brix. La precisión de reproducibilidad de la lectura polarimétrica, expresada como coeficientes de variación fue de 0,061 % para muestras de 25 °Z; 0,038 % para muestras de 50 °Z; 0,027 % para muestras de 75 °Z y 0,001 % para muestras de 100 °Z. El intervalo de trabajo quedó definido entre 10 y 30 °Brix para el refractómetro y para el polarímetro entre 50 y 100 °Z. La incertidumbre de la determinación de la lectura refractométrica expresada como porcentaje de incertidumbre expandida fue de 1,01 % para muestras de 10 °Brix; 0,52 % para muestras de 20 °Brix y de 0,37 % para muestras de 30 °Brix. La incertidumbre de la determinación de la lectura polarimétrica expresada como porcentaje de incertidumbre expandida fue de 0,31 % para muestras de 25 °Z; 0,16 % para muestras de 50 °Z; 0,11 % para muestras de 75 °Z y de 0,08 % para muestras de 100 °Z. La incertidumbre expandida de la determinación de pol en jugo de caña de azúcar fue de 1,13 gl^{-1} . La incertidumbre expandida de la

determinación de la pureza en jugo de caña de azúcar fue de $1,58 \text{ g l}^{-1}$. La incertidumbre expandida de la determinación de la pol en caña de azúcar fue de $1,13 \text{ g l}^{-1}$. Los métodos validados se emplearon para determinar la mejor variedad de caña de azúcar que ingresa al Ingenio Azucarero del Norte la cual fue la Puerto Rico 980 (PR-980), la variedad de caña con menor porcentaje de fibra fue la Campus Brasil 4069 (CB-4069) y la edad óptima de cultivo de la caña de azúcar fue de 18 meses.

INTRODUCCIÓN

El Ingenio Azucarero del Norte es la empresa agroindustrial de mayor importancia de la provincia de Imbabura, la cual se encuentra en un proceso de modernización con la implementación de nuevos equipos como un tándem de molinos, turbo generador, entre otros que permitan ampliar la capacidad instalada en planta, dentro de la ampliación está previsto la puesta en marcha del laboratorio de campo, siendo una de sus funciones el analizar la materia prima. Por esta razón es necesario la realización del “Validación del Método de la Prensa Hidráulica para Determinar la Calidad de la Caña de Azúcar que Ingresa al Patio del Ingenio Azucarero del Norte”, los resultados obtenidos permitirán un pago justo a los cañicultores y mejorar el balance de sacarosa en fábrica.

La determinación de Pol en caña, es de suma importancia, ya que permite establecer la calidad de los materiales que ingresan al proceso de fabricación, de los cuales depende la calidad y cantidad del producto final, lo que se puede evidenciar en el cumplimiento de la planificación de molienda y producción.

Determinar la Pol en caña, es importante debido a que se puede realizar el seguimiento de la calidad y cantidad de sacarosa en campo, de acuerdo a la edad de la caña, situación geográfica y condiciones atmosféricas, permitiendo establecer el rendimiento por cantero o predio.

En la mayoría de las industrias y haciendas productoras de caña que no son propiedad de las empresas de molienda, requieren el uso de un sistema de pago de la caña que sea equitativo para ambas partes, este acuerdo entre la industria y los productores puede tener un efecto significativo en la eficiencia de la industria, ya que se establece en el incentivos para ambas partes. (Rein, 2006)

Las características de un buen sistema de pago, podría incluir lo siguiente:

- a) El sistema debe promover la rentabilidad de la industria en su conjunto.
- b) El sistema debe ser justo y equitativo.
- c) El productor debe ser recompensado por su desempeño y no debe ser

afectado por el rendimiento de la planta.

- d) Debe preservarse la equidad entre los procesadores y los productores de los siguientes acontecimientos que están fuera del control del productor, por ejemplo, condiciones climáticas adversas, daños en la fábrica, etc. (Rein, 2006)

Un mejor sistema debe también tener en cuenta el contenido de sacarosa de la caña de azúcar. Esto significa que el contenido de sacarosa de la caña, pureza del jugo y el contenido de fibra de la caña de todos los productores debe ser medido, para proceder a un mejor pago a los productores. (Rein, 2006)

Por lo que en algunos casos, es rentable para la compañía ofrecer incentivos a los productores para evitar que la materia prima entregada sea de gran tonelaje de caña de baja calidad y con alto contenido de materias extrañas. (Rein, 2006)

El creciente uso de los sistemas de gestión ha producido un aumento de la necesidad de asegurar que los laboratorios que forman parte de organizaciones mayores o que ofrecen otros servicios, puedan funcionar de acuerdo con un sistema de gestión de la calidad que cumplan con la Norma ISO 9001 y 17025. (ISO 17025/IEC, 2005).

Los objetivos primordiales de una validación permiten establecer un método y confirmar su desempeño por medio de tratamientos estadísticos y apreciaciones cualitativas por parte del laboratorio en general. De ahí radica la importancia de una adecuada validación, ya que establece bajo qué circunstancias debe realizarse un análisis asegurando que los datos obtenidos cumplen en su totalidad la calidad deseada, brindando seguridad y respaldo. Además proporciona criterios para la aceptación o rechazo de análisis.

GLOSARIO

Azúcares de caña.- El jugo de caña contiene en su composición básicamente tres azúcares principales: sacarosa, glucosa y fructosa.

Azúcares invertidos.- Es una mezcla equimolecular de glucosa y fructosa, obtenida por la hidrólisis de la sacarosa.

Azúcares reductores.- Término empleado para designar los azúcares (principalmente glucosa y fructuosa) que presenta la propiedad de reducir el óxido de cobre de estado cúprico a cuproso. Los azúcares reductores son productos precursores del color en el proceso industrial, esto es, participan en reacciones que aumentan el color de la azúcar disminuyendo la calidad del producto.

Bagazo.- Residuo fibroso de caña resultante de la molienda o prensado de la caña de azúcar, constituido de fibra más jugo residual. En general, el término bagazo se refiere al material que sale del último molino.

Caña de azúcar.- Planta compuesta de hojas, tallos, raíces y eventualmente de flores. Cuando se habla en “calidad tecnológica” es importante diferenciar entre los términos “caña” y “materia prima”, que en la práctica son utilizados indistintamente.

Caña.- Término genéricamente aceptado para designar los tallos industrializables de caña de azúcar. Los tallos de caña de azúcar en composición extremadamente variable en función de diversos factores como: edad cronológica e fisiología, época de muestreo, variedad, estado de corte, condiciones climáticas durante el crecimiento y maduración, salud de las plantas, fertilización, tipo de suelo, etc.

Extracción.- Porcentaje total de jugo extraído en el proceso de molienda.

Fibra.- Es la materia insoluble en agua contenida en la caña.

Grados brix.- Estrictamente, expresado en porcentaje peso/peso de sólidos solubles contenidos en una solución pura de sacarosa, es decir, mide el contenido de sacarosa en la solución.

Índice de preparación de la caña.- Es la relación entre el brix obtenido de una muestra de caña picada extraída por agitación mecánica y el brix obtenido de una muestra por desintegración.

Jugo absoluto.- Todo el jugo de caña, una masa hipotética que puede ser obtenida por la diferencia: $(100 - \% \text{ fibra caña}) = \text{jugo absoluto por ciento de caña}$ el que contiene toda el agua de caña de los sólidos disueltos.

Jugo clarificado.- Jugo resultante del proceso de clarificación.

Jugo extraído.- Se refiere a la proporción de jugo absoluto que fue extraído por algún medio mecánico (molienda).

Jugo mixto.- Este jugo es el más importante de la fábrica, ya que corresponde a la mezcla de todos los jugos obtenidos en los diferentes molinos, en los cuales se adiciona agua para mejorar la extracción.

Jugo primario.- Es todo el jugo que se obtiene de la extracción del primer molino.

Jugo residual.- Es el jugo retenido en el bagazo después de la extracción por algún medio mecánico (desintegración o prensado); la diferencia entre el jugo absoluto y el jugo extraído.

Jugo.- El jugo de caña está constituido por agua contenida en los tejidos a lo largo del tallo juntamente con todos los sólidos solubles. La composición química del jugo, de la misma materia prima, dependerá del tipo de jugo a que se refiera, sistema de extracción y tratamiento químico empleados.

Materia Extraña.- Se considera todo material que no contenga sacarosa o su concentración no resulte rentable para su extracción, como los despuntes (cogollo), hojas verdes y secas, raíces, tallos degradados de cosechas anteriores; la cantidad de materia extraña depende del método de corte, así por ejemplo en el corte mecanizado su aporte en materia extraña es muy superior al corte manual.

Materia prima.- Material entregado en la industria para la fabricación de azúcar y sus derivados, compuesto por caña (tallos) más las impurezas de las cuales no se obtiene sacarosa o su concentración es insignificante, conocida como materia extraña.

Pol en caña.- La pol determinada por sacarimetría en el jugo puede ser expresada en porcentaje de caña utilizando el porcentaje de fibra en caña.

Pol.- Representa el porcentaje aparente de sacarosa contenida en una solución de azúcares (por ejemplo, en el jugo de caña), siendo determinada por métodos sacarimétricos (polarímetros o sacarímetros), basado en la propiedad de que los azúcares pueden hacer girar el plano de polarización.

Pureza.- Porcentaje de sacarosa obtenida en los sólidos solubles siendo denominada pureza real cuando se utiliza el término pol y brix.

Sacarosa.- Los cristales son prismas monoclinicos que tienen una densidad de $1,588 \text{ g/cm}^3$; a $20 \text{ }^\circ\text{C}$. La rotación específica de la sacarosa a $20 \text{ }^\circ\text{C}$ es de $+66,53$ °. El índice de refracción en solución al 26 % es de 1,3740.

La sacarosa es soluble tanto en agua como en etanol y se encuentra en todas las partes de la planta de caña de azúcar pero abunda más en el tallo, donde se encuentra en las vacuolas de almacenamiento de las células (parénquima).

1 REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA

1.1 OBTENCIÓN DE AZÚCAR DE CAÑA

La caña de azúcar (*saccharum officinarum*) es una gramínea anual en la que se manejan dos tipos de plantaciones: caña planta, que es el ciclo que comprende desde la siembra hasta el primer corte y caña soca, que empieza después del primer corte y termina con el último (pueden ser cinco o más) antes de hacer una nueva siembra, lo que se conoce como renovación.



Figura 1. Plantación de caña de azúcar

Actualmente, la caña se encuentra difundida por toda el área de influencia al Ingenio Azucarero. Es cultivada en la provincia de Imbabura en los valles de Salinas, Urcuquí, Tumbabiro, Cahuasquí, Cuambo, Pimampiro, Carpuela, Ambuquí. En la provincia del Carchi en Mascarilla, Pambahacienda, Pusir, San Rafael, cubriendo un área total mayor de 3500 hectáreas. (SICA, 2000)

Las variedades de caña que tienen inflorescencia, actualmente no son aconsejables cultivarlas para la agroindustria por su pérdida en el rendimiento en el momento de la floración. Las variedades que se han cultivado en el mundo

dependen de los resultados obtenidos en cada región o país. Las variedades que ingresan al Ingenio Azucarero son las siguientes: CB-4069, PR-980, PR-1016.

Por ser un cultivo semimecanizado, aún en la actualidad se utiliza la mano de obra tanto para sus labores agrícolas como para su cosecha.

La caña de azúcar es una planta que tolera climas relativamente variados. Tiene unas exigencias climáticas notablemente diferentes en el curso de las dos fases principales de su ciclo: crecimiento y maduración. El crecimiento puede ser retardado o incluso suspendido por dos factores climáticos como el frío y la sequía. Requiere de lluvia de 1200 a 1500 mm anuales. Es indispensable proporcionar una adecuada cantidad de agua a la caña durante su desarrollo vegetativo, para que permita la absorción, transporte y asimilación de los nutrientes. (CINCAE, 2000)

La caña necesita de 6 a 10 horas luz, aunque en Ecuador los datos meteorológicos muestran un promedio de 2,25 horas de radiación solar durante el año. La luz juega un papel muy importante, como principal fuente de energía de la caña de azúcar en el almacenamiento de la sacarosa. A menor luminosidad menor almacenamiento de azúcares. (CINCAE, 2000)

La caña de azúcar es una planta que tolera muy bien las condiciones del suelo. De forma general se la cultiva tanto en suelos de textura franco limoso, Franco arenoso. (CINCAE, 2000)

La caña de azúcar se cultiva con éxito en la mayoría de suelos, estos deben contener materia orgánica y presentar buen drenaje tanto externo como interno, y que su pH oscile entre 5.5 a 7.8 para su óptimo desarrollo. (CINCAE, 2000)

La caña de azúcar es cultivada en la zona del litoral y en la sierra en las provincias de Loja, Imbabura y Carchi. (SICA, 2000)

En los valles de la sierra se puede sembrar prácticamente durante todo el año, siempre que se tenga disponibilidad de riego.

En la costa se siembra durante el verano, teniendo el cultivo su etapa de desarrollo durante el invierno, y cosechándose cuando nuevamente se encuentren en verano.

La caña de azúcar alcanza un gran crecimiento vegetativo y bajo estas condiciones la fotosíntesis se desplaza, hacia la producción de carbohidratos de alto peso molecular, como la celulosa y otras materias que constituyen el follaje y el soporte fibroso del tallo. Se tienen reportes que a bajas temperaturas todas las variedades de caña tienen una menor eficiencia y más baja proporción de desarrollo. Mejor en lugares calientes y soleados. (CINCAE, 2000)

El proceso de elaboración del azúcar está dividido en dos etapas: campo y planta.

1.1.1 PROCESO DE CAMPO (SIEMBRA Y CULTIVO DE LA CAÑA)

La siembra de la caña de azúcar comienza con la selección de una buena semilla, ésta se obtiene a partir de un campo de caña planta escogido para utilizarse como semillero, bien cultivado y que esté libre de plagas y enfermedades. Los criterios de selección incluyen características agronómicas, tales como contenido de azúcar y fibra, factibilidad de cosecha, resistencia a enfermedades e insectos, tolerancia a la sequía y al frío, y las características específicas necesarias para las condiciones locales. (Chen, 1996)

Entre los 7 y 9 meses de edad, se cortan los tallos de caña de azúcar en trozos de unos 45 cm, y que tengan por lo menos tres yemas, que son las que van a dar origen a las nuevas plantas. Es importante que la calidad de la semilla garantice un alto porcentaje de germinación de las yemas para tener un buen comienzo del nuevo cantero o campo de caña. (SAN CARLOS, 2005)

Cuando el tallo o una parte del mismo, se planta en el terreno, se desarrollan las raíces y suministran humedad a la yema hasta que el nuevo vástago produce sus propias raíces. El azúcar y los nutrimentos almacenados en el tallo suministran la energía y los materiales necesarios para el crecimiento. La tasa de crecimiento de la joven planta está directamente relacionada con el tamaño del trozo que sirve de semilla y la cantidad disponible de azúcar. (Chen, 1996)

La preparación del terreno para la siembra consiste en realizar dos o tres pasadas de rastras de discos, para eliminar las cepas del anterior cultivo, y proveer a la semilla de un terreno con suelo suelto donde pueda germinar y desarrollarse. Una vez preparado el terreno, se hacen surcos de unos 25 cm de profundidad, a 1,5 m de distancia entre ellos; el mismo grupo de personas que surca el terreno, va aplicando en cada surco, la primera fertilización rica en nitrógeno, fósforo y potasio. La semilla se coloca en el fondo de estos y luego es tapada con unos 5 cm de tierra para proceder a dar el primer riego.

A los 75 – 80 días, se realiza el aporque mecánico en la caña planta, que consiste en colocar tierra en la base de la hilera de caña para que esta quede elevada sobre la superficie del terreno; en este momento la planta recibe simultáneamente una segunda fertilización a base de nitrógeno.

Las malas hierbas o malezas varían en las áreas productoras de caña de azúcar y las que predominan están relacionadas con el área, el clima y las prácticas de cultivo. (Chen, 1996)

Los controles de malezas pueden ser químicos, mecánicos o manuales, y se hacen dependiendo de las necesidades específicas de cada lote. Además de reducir el rendimiento, las malas hierbas están asociadas con el aumento de la cantidad de paja en el molino, especialmente en los lugares en donde se practica la recolección mecánica. Las malezas secas no añaden azúcar al molino, pero sí absorben jugo y salen del molino con tanta azúcar como la que está presente en la mezcla de bagazo. (Chen, 1996)

La caña planta es cosechada aproximadamente a los 18 meses.

1.1.2 COSECHA

Tiene como meta entregar al molino tallos de caña de azúcar de buena calidad. La calidad medida por el contenido de sacarosa y de basura se reduce por los daños a los que se somete la caña, el aumento de la basura en la caña entregada y las demoras en dicha entrega. El pago, basado en la calidad así como en el tonelaje, aumenta el incentivo para mejorar la calidad. (Chen, 1996)

Una vez que el lote tiene la edad adecuada, se procede a quemarlo para facilitar la labor de cosecha; al día siguiente se corta la caña del cantero, de forma manual, o mecanizada.

Para el corte manual se utiliza machetes, y los cortadores se agrupan en parejas, cada pareja corta seis surcos que conforman una “manga”; la caña de la manga se ubica en el centro de los seis surcos, formando un “rollo” de donde es alzada por las llenadoras y colocada en los camiones o carretones que la transportan hacia la fábrica.

En la cosecha mecanizada o con cosechadoras, la caña es cortada, picada, limpiada y botada por ésta directamente hacia el camión, que se ubica y rueda paralelo a la cosechadora.

Un cultivo eficiente puede producir 100 a 150 toneladas de caña por hectárea por año (con 14 % a 17 % de sacarosa, 14 % a 16 % de fibra y 2 % de otros productos solubles).



Figura 2. Cosecha manual de caña de azúcar

Las puntas y las hojas de la caña contienen poca sacarosa, pero tienen un alto contenido de almidón y de azúcares reductores. Dichas puntas y hojas disminuyen el rendimiento de azúcar en la casa de cocimientos. El residuo de las puntas absorbe sacarosa y sale del tándem de molinos con más sacarosa de la que contenía originalmente al entrar a los mismos. (Chen, 1996)

Así mismo, las hojas de la caña tienen un alto contenido de sílice, lo cual contribuye al desgaste de los rodillos de los molinos. La punta se elimina de manera efectiva por el corte a mano, que es el método de recolección escogido en la mayor parte del mundo para el corte de la caña de azúcar. La remoción a mano reduce aún más el contenido de basura hasta en 2 a 3 %. (Chen, 1996)

1.1.3 PROCESO DE FÁBRICA

La caña cosechada en el campo es transportada hacia la fábrica por medio de camiones, los cuales son identificados por medio de placas. Con el objeto de conocer el peso de caña transportada por cada uno de los camiones se procede primero a pesar en la báscula, en donde el peso es ingresado al programa ANACAN para que el personal pueda ver el peso de caña ingresada por placa y por cantero.

Al final del turno, el analista encargado de la molienda reporta las toneladas de caña molida por turno.



Figura 3. Ingenio Azucarero del Norte.

IANCEM

Una vez pesados se distribuyen los camiones hacia el tándem de molinos. La carga de caña son viradas al tándem de molinos con ayuda de la grúa y guiada por la mesa de alimentación a la primera picadora.

Dentro de planta, la caña pasa por los siguientes procesos:

- Extracción del jugo
- Desinfección del jugo
- Clarificación del jugo
- Filtración de la cachaza
- Evaporación del jugo clarificado
- Cristalización
- Centrifugación o purga
- Secado y Envasado

A continuación se presenta un diagrama de producción del azúcar de caña:

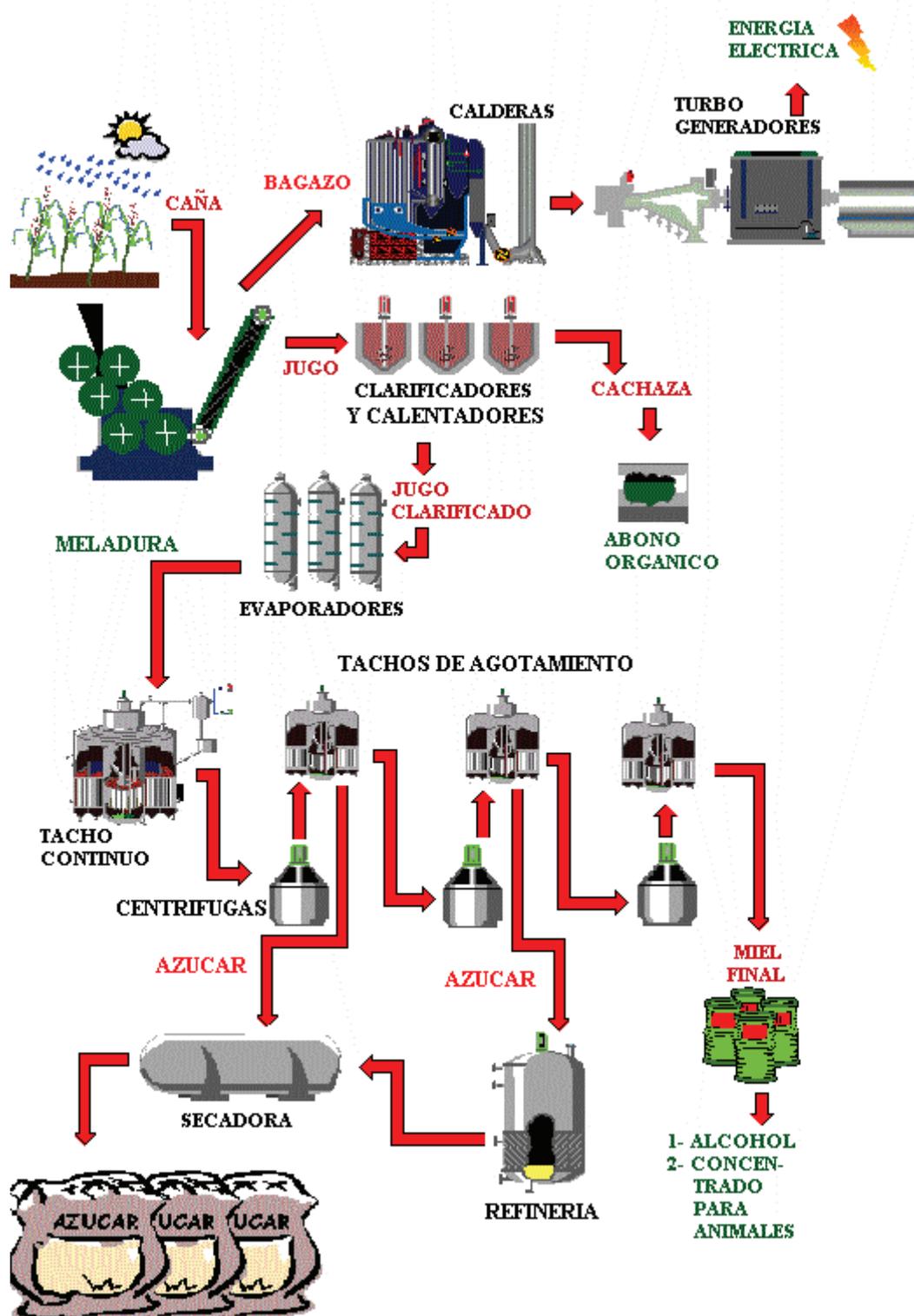


Figura 4. Proceso de Producción del azúcar.

Grupo Corporativo Santa Ana, 2010

1.1.3.1 Extracción del jugo

La caña se prepara para la molienda mediante cuchillas giratorias que cortan los tallos en pedazos pequeños, luego pasa a una desfibradora donde el material es desmenuzado en un tambor giratorio el cual es golpeado continuamente por martillos basculantes.

La caña desmenuzada es transportada a través de un conductor hacia los molinos. El molino o trapiche consta de unidades múltiples que utilizan combinaciones de tres rodillos, a través de los cuales pasan sucesivamente la caña exprimida o bagazo. Para ayudar a la extracción del jugo (guarapo) se aplican aspersiones de agua o guarapo diluido sobre la capa de bagazo según sale de cada unidad de molienda, proceso conocido como imbibición. (Chen, 1996)

El jugo que se extrae de cada molino cae hacia un tanque, llamado tanque de jugo mezclado.

Posteriormente, se unen estas corrientes de jugo mezclado en un tanque receptor. Este jugo mezclado es un jugo sucio pues contiene tierra, arena, residuos de caña y otras impurezas por lo que debe ser clarificado para poder ser utilizado en el proceso.

El bagazo final que sale del último molino contiene el azúcar no extraído, fibra leñosa y de un 45 a 55 % de agua. (Chen, 1996)

1.1.3.2 Desinfección del jugo

La desinfección se realiza en las llamadas columnas de sulfitación, que son equipos que trabajan en contracorriente, ingresando el jugo mezclado por la parte

superior y alimentando anhídrido sulfuroso por la parte inferior. El anhídrido sulfuroso es obtenido mediante combustión de piedras de azufre. Al entrar en contacto el anhídrido con el jugo se produce la desinfección, destruyéndose los agentes patógenos, bacterias y microbios que pudiesen estar presentes en el jugo.

Simultáneamente, la sulfitación reduce las sales férricas (color pardo) presentes a sales ferrosas (color rojo claro), realizándose por tanto una acción de blanqueo del jugo.

Durante esta etapa del proceso se produce un incremento en la acidez del jugo tratado. Como en medio acuoso ácido se produce una reacción de inversión de la sacarosa, es imprescindible proceder inmediatamente a neutralizar el jugo hasta obtener un pH entre 6,8 y 7,0 para la producción de azúcar blanco. Esto se realiza agregando lechada de cal o sacarato de calcio. Al jugo así neutralizado, se le denomina jugo alcalizado.

1.1.3.3 Clarificación del jugo

Una vez que se ha desinfectado el jugo se procede a separar la tierra, arena y demás impurezas sólidas presentes en el jugo. Esto se realiza mediante sedimentación. La precipitación de las impurezas sólidas es más eficiente si es realizada en caliente por ello se calienta el jugo alcalizado hasta una temperatura no mayor a 110 °C, pues por encima de esta temperatura se produce la destrucción de la molécula de sacarosa y simultáneamente una reacción irreversible de oscurecimiento del jugo que originaría unos cristales de azúcar (sacarosa) de alta coloración.

Luego del calentamiento, se agrega floculante para agrupar en forma de flóculos las impurezas sólidas presentes, que al ser más pesadas que el jugo tienden a sedimentar.

La separación de los sólidos suspendidos se realiza en equipos llamados clarificadores, obteniéndose por la parte superior un jugo limpio y brillante, llamado jugo clarificado y por el fondo del equipo un lodo que contiene todas las impurezas sólidas (tierra, arena, residuos de cal y residuos de floculante). A este lodo se lo denomina cachaza.

1.1.3.4 Filtración de la cachaza

La cachaza por haber estado en contacto con el jugo es un lodo que contiene jugo, el cual debe ser recuperado. Esto se realiza en filtros rotativos al vacío obteniéndose:

- a) una torta sólida de cachaza, que por tener presencia de elementos nutrientes es utilizada para enriquecer las aguas de riego de los cultivos de caña, y
- b) un jugo sucio llamado jugo filtrado, que es alimentado al clarificador de jugo filtrado para separarle las impurezas sólidas presentes y obtener un jugo que pueda ser recirculado al proceso. Las impurezas sólidas separadas del jugo filtrado clarificado son enviadas al tanque de cachaza.

Durante el proceso de filtración se alimenta agua condensada a presión para realizar un lavado de la torta de cachaza y facilitar la extracción de la sacarosa presente. Se debe regular el trabajo de los filtros para obtener una polarización no mayor a 2,5 en la torta de cachaza a fin de minimizar las pérdidas de azúcar en el proceso de elaboración.

1.1.3.5 Evaporación del jugo clarificado

El jugo clarificado, que tiene más o menos la misma composición que el jugo crudo extraído excepto las impurezas precipitadas por los tratamientos anteriores,

contiene aproximadamente 85 % de agua. Dos terceras partes de esta agua se evaporan en evaporadores al vacío de múltiple efecto, los cuales consisten en una sucesión (generalmente cuatro) de celdas de ebullición al vacío, o cuerpos dispuestos en serie de manera que cada cuerpo subsiguiente tiene un grado más alto de vacío y, por consiguiente, hierve a una temperatura más baja. Los vapores de un cuerpo hacen hervir de esta manera el jugo contenido en el siguiente cuerpo. Mediante este sistema, el vapor introducido en el primer cuerpo efectúa una evaporación de múltiple efecto. El vapor del cuerpo final pasa a un condensador. El jarabe (meladura) sale en forma continua del último cuerpo con aproximadamente 65 % de sólidos y 35 % de agua. (Chen, 1996)

1.1.3.6 Cristalización

La cristalización tiene lugar en tachos al vacío de simple efecto, donde el jarabe se evapora hasta quedar saturado de azúcar. En este momento se añaden semillas a fin de que sirvan de núcleos para los cristales de azúcar, y se va añadiendo más jarabe según se evapora el agua. El crecimiento de los cristales de azúcar continúa hasta que se llena el tacho. Bajo la vigilancia de un tachero experto o con instrumentos adecuados, los cristales originales crecen sin que se formen cristales adicionales, de manera que cuando el tacho está totalmente lleno todos los cristales tienen el tamaño deseado, y los cristales y el jarabe forman una masa densa conocida como masa cocida. El contenido del tacho o templa se descarga luego por medio de una válvula de pie a un mezclador o cristalizador. (Chen, 1996)

1.1.3.7 Centrifugación o purga; reebullición de las mieles

La masa cocida proveniente del mezclador o del cristalizador se lleva a máquinas giratorias llamadas centrifugas. El tambor cilíndrico suspendido de un eje tiene

paredes laterales perforadas forradas en el interior con una tela metálica, entre ésta y las paredes hay láminas metálicas que contienen de 400 a 600 perforaciones por pulgada cuadrada. El tambor gira a velocidades que oscilan entre 1000 y 1800 revoluciones por minuto (rpm). El revestimiento perforado retiene los cristales de azúcar que pueden lavarse con agua si se desea. El licor madre, la miel, pasa a través del revestimiento debido a la fuerza centrífuga ejercida (de 500 hasta 1800 veces la fuerza de la gravedad), y después de que el azúcar es purgado se corta, dejando la centrífuga lista para recibir otra carga de masa cocida. (Chen, 1996)

En un sistema de tres cristalizadores, la primera ebullición del jarabe crudo produce azúcar cruda y miel A; mismas que se regresan al tacho al vacío para que vuelvan a hervir sobre un pie de masa cocida de primer grado y se forme una segunda masa cocida (B), la que a su vez produce una segunda carga de cristales. El azúcar B, se mezcla con el azúcar A para constituir la producción comercial del ingenio. La miel B, o de segunda, tiene una pureza mucho más baja y a su vez se vuelve a hervir sobre un pie de cristales de jarabe para formar una masa cocida de grado bajo o C. Estas masas cocidas de bajo grado permanecen durante varios días en los cristalizadores, donde se enfrían y mantienen en movimiento por medio de brazos agitadores. El azúcar C, se mezcla con el jarabe y se utiliza como semilla para las masas cocidas A y B. Las mieles o melazas finales o residuales, un material denso y viscoso que contiene aproximadamente una tercera parte de sacarosa, una quinta parte de azúcares reductores y el resto ceniza, compuestos orgánicos no azúcares y agua. (Chen, 1996)

1.1.3.8 Secado y envasado

Una vez descargado de las centrífugas se procede al secado del azúcar "A" empleando una secadora rotativa al vacío. La humedad máxima permitida en el azúcar debe ser 0,075 %. El azúcar seco es conducido hacia las tolvas de

almacenamiento para su posterior envasado en sacos. Una vez envasado el producto se debe controlar el peso de los sacos para comprobar que se cumpla con la norma de 50 kg de peso neto de azúcar por saco, luego se transportan los sacos hacia la Bodega para su posterior distribución.

1.1.4 DETERIORO DE LA CAÑA

La calidad de la caña en el campo tiende a mejorar con la edad, llega a un máximo y luego declina. Cualquiera que sea la calidad en el momento del corte, se inicia un rápido deterioro desde el momento en que se corta la caña. La caña pasada constituye un hecho reprobable para toda la industria azucarera: los agricultores pierden tonelaje y los procesadores azúcar. (Chen, 1996)

El deterioro antes de la recolección puede deberse a los daños causados por la enfermedades, las plagas y el clima. Después de cortada, la caña de azúcar pierde agua (1 a 2 % diariamente en la primera semana). Cuando se quema la caña antes de cortarla, las pérdidas de agua resultan mínimas, especialmente si se muele la caña dentro del primer día después de cortada. La pérdida de agua crea un aparente aumento en el contenido de azúcar. (Chen, 1996)

Por lo general, el deterioro tiene lugar mediante procesos enzimáticos, químicos y microbianos. La enzima invertasa que se encuentra naturalmente en la caña, convierte a la sacarosa en azúcares invertidos (glucosa y fructuosa) disminuyendo así la pureza del jugo. La tasa de inversión, que constituye una característica genética que se puede disminuir mediante la selección de variedades, varía a su vez con la temperatura y la humedad, y es más rápida en los períodos cálidos y secos. (Chen, 1996)

El deterioro químico incluye la inversión causada tanto por las condiciones ácidas, las cuales aumentan a medida que se deteriora la caña, como por un efecto secundario de algún tipo de crecimiento microbiano. Los productos microbianos

cambian aún más con el tiempo para formar ácidos y compuestos coloreados. (Chen, 1996)

El deterioro microbiano es causado principalmente por una bacteria del género *Leuconostoc*, ya que éstos consumen sacarosa, produciendo largas cadenas de glucosa (polímeros con enlace en su mayor parte α -1,6) y fermentando la fructuosa a ácidos orgánicos como productos secundarios. (Chen, 1996)

Cantidades relativamente pequeñas de dextrano presentes en el jugo de la caña (del orden de 10^3 ppm) aumentan la viscosidad, retardan la cristalización y la filtración y disminuyen el rendimiento de la sacarosa. (Chen, 1996)

El intervalo entre el corte y la molienda es el período en el que los niveles de dextrano alcanzan los valores más altos, razón por la cual es necesario controlar la formación de dextrano reduciendo al mínimo el tiempo que transcurre entre el corte y la molienda.

1.1.5 MUESTREO DE CAÑA

La dificultad en la toma de muestras de la caña es causada por las grandes variaciones en las cañas procedentes del mismo cantero, por dejar a un lado las provenientes de varios sitios de un campo pequeño inclusive. El muestreo de la caña debe realizarse de la parte superior, la media y la inferior de cada tallo porque los grados brix varían de la parte superior a la inferior.

Cuando se muestrea caña cortada en el campo, se deben escoger unos pocos tallos de cada segunda o tercera hilera y cruzar el campo una o más veces según el tamaño del área. Después de mezclar las cañas, la muestra grande se debe reducir mediante submuestreo a una de tamaño conveniente para el laboratorio. (Chen, 1996)

Todavía más difícil resulta tomar de la caña en pie, ya que un campo tropical es casi impenetrable. Se deben obtener algunos macollos enteros de diversas partes del campo, excepto de las proximidades de zanjas y elevaciones, y dichas cañas se deben reducir a un número conveniente, después de haberlas mezclado completamente. (Chen, 1996)

El muestreo de caña mediante la obtención por perforación de muestras del interior de una masa de caña de azúcar, se lo puede realizar por dos tipos de máquinas sacamuestras. Un tipo consiste en un tubo rotatorio de 25 cm de diámetro que perfora horizontalmente a través de la carga del camión. Los núcleos o muestras promedian 14 kg. El otro tipo tiene un tubo sacanúcleos de 20 cm de diámetro que está montado sobre un eje para entrar a un ángulo de 50 ° a través de la parte superior de la carga. (Chen, 1996)

La toma de muestras por perforación es el mejor dispositivo para tomar muestras de caña, si se utiliza la técnica de perforación no es necesario determinar el contenido de basura como se hace en el sistema de muestreo manual. Puesto que el núcleo que constituye la muestra incluye la basura (hojas y tierra), la pol directa determinada en la muestra refleja en forma directa la pol de la caña en bruto. Como la toma de muestra está completamente mecanizada se elimina las preferencias personales y se minimiza el requerimiento de mano de obra. (Chen, 1996)

El sistema de muestreo por perforación permitió al Ingenio desmenuzar la caña a una mayor rapidez sin tener que preocuparse que las muestras se confundieran. Así mismo, como la caña es muestreada individual e independientemente, después que sea pesada cada camión, hay poco riesgo de muestrear la caña de manera equivocada. (Chen, 1996)

El Ingenio Azucarero del Norte, decidió que por cada 125 toneladas hacer una análisis de materia prima ingresada por medio del muestreo por perforación con el tractor de sonda horizontal.

Para muestrear la caña, el camión debe estar bien estacionado y apagado, el operador del tractor sonda define los puntos a muestrear que por lo general deben ser tres. Procede hacer girar la sonda hasta que alcanza su velocidad máxima, luego la introduce en el paquete de caña y extrae la muestra y procede a retirar la sonda.

1.2 VALIDACIÓN DE MÉTODOS DE ANÁLISIS

La Norma ISO-IEC-17025:2005 establece los requisitos generales para la competencia en la realización de ensayos o de calibraciones incluido el muestreo. Cubre los ensayos y las calibraciones que se realizan utilizando métodos normalizados, métodos no normalizados y métodos desarrollados por el propio laboratorio.

Ésta norma internacional es para la que la utilicen los laboratorios cuando desarrollan los sistemas de gestión para sus actividades de la calidad, administrativas y técnicas. El laboratorio debe utilizar los métodos de ensayo o de calibración, incluidos los de muestreo, que satisfagan las necesidades del cliente y que sean apropiados para los ensayos y calibraciones que realice. De preferencia se deben utilizar los métodos publicados como normas internacionales, regionales o nacionales publicadas por organizaciones técnicas reconocidas. (ISO/IEC, 2005)

También, se pueden utilizar los métodos desarrollados o adoptados por el laboratorio si son apropiados para el uso previsto y si han sido validados.

La validación de un método analítico es el proceso mediante el cual se establece por medio de estudios de laboratorio y el aporte de evidencias objetivas que las características representativas del método analítico cumplen con las especificaciones para su aplicación prevista. (ISO/IEC, 2005)

La validación de ser tan amplia como sea necesario para satisfacer las necesidades del tipo o campo de aplicación. El laboratorio debe registrar los resultados obtenidos, el procedimiento utilizado para la validación y una declaración sobre la aptitud del método para el uso previsto.

Es conveniente utilizar una o varias de las técnicas siguientes para la determinación del desempeño de un método:

- Calibración utilizando patrones de referencia o materiales de referencia.
- Comparación de resultados obtenidos con otros métodos.
- Comparaciones inter laboratorios.
- Evaluación sistemática de los factores que influyen en el resultado.
- Evaluación de la incertidumbre de los resultados basado en el conocimiento científico de los principios teóricos del método y en la experiencia práctica.

La gama y la exactitud de los valores que se obtienen empleando métodos validados (por ejemplo, la incertidumbre de los resultados, el límite de detección, la selectividad del método, la linealidad, el límite de repetibilidad o de reproducibilidad, la robustez ante influencias externas o la sensibilidad cruzada frente a las interferencias provenientes de la matriz de la muestra o del objeto de ensayo) tal como fueron fijadas para el uso previsto, deben responder a las necesidades de los clientes. (ISO/IEC, 2005)

Estas características representativas se expresan en términos de parámetros analíticos tales como:

- Selectividad/Especificidad
- Rango Lineal – linealidad
- Sensibilidad
- Rango de Trabajo
- Límite de Detección

- Límite de Cuantificación
- Sesgo o Porcentaje de Recuperación
- Robustez
- Incertidumbre
- Repetibilidad – Reproducibilidad interna (R&R)
- Error sistemático de la Curva de Calibración (Efecto Matriz).

1.2.1 DEFINICIONES

1.2.1.1 Exactitud de una medición

Es la proximidad entre el resultado de una medición y el valor verdadero del mesurando.

1.2.1.2 Precisión

Magnitud que relaciona la variación en los resultados observados cuando uno o más factores, tales como tiempo, equipamiento, operador, varían dentro de un mismo laboratorio.

1.2.1.3 Selectividad/especificidad

Es la habilidad de un método analítico para determinar con exactitud y específicamente el analito de interés en presencia de otras sustancias en la muestra bajo condiciones específicas. (Villalobos, 2003).

1.2.1.4 Repetibilidad

Es el grado de concordancia de los resultados sucesivos obtenidos aplicando el mismo método sobre una muestra idéntica sometida al ensayo, en las mismas condiciones (siempre el mismo operador, mismo equipo, mismo laboratorio y en pequeños intervalos de tiempo). (Villalobos, 2003).

1.2.1.5 Reproducibilidad

Es el grado de concordancia entre los resultados obtenidos con el mismo método, en diferentes laboratorios, equipos y analistas en un largo período de tiempo. (Villalobos, 2003).

1.2.1.6 Rango lineal

Es el rango de concentración del analito sobre el cual el método puede ser aplicado, y en el cual la linealidad define la capacidad de un método para proporcionar resultados proporcionales a la concentración del analito. (Villalobos, 2003).

1.2.1.7 Sensibilidad

Es por definición, “el cambio en la respuesta con respecto al cambio en la concentración”. La sensibilidad del método está dada por la pendiente de la curva de calibración, así, un método analítico es sensible si pequeños cambios en la

concentración del analito produce grandes cambios en la medición analítica. (Merino, 1997).

1.2.1.8 Rango de trabajo

Es el rango de concentración del mesurando sobre el cual el procedimiento puede ser aplicado. El rango de trabajo o de aplicación puede, a veces, ser mayor que el rango de linealidad. (Villalobos, 2003).

1.2.1.9 Límite de detección

Se define a la cantidad mínima detectable, más no necesariamente cuantificable, es decir, es la mínima cantidad cuya respuesta es claramente diferenciable de la respuesta del blanco. (Villalobos, 2003).

Se la calcula con la ecuación [1]:

$$\text{Límite de detección} = \text{Concentración Estándar (mín. detectable)} + 3 * \text{Desviación Estándar} \quad [1]$$

1.2.1.10 Límite de cuantificación

Es la concentración de muestra en un analito que puede ser determinada con precisión y exactitud aceptables, bajo condiciones experimentales establecidas. (Villalobos, 2003).

Se calcula con la ecuación [2]:

*Límite de cuantificación = Concentración Estándar (mín. detectable) + 10 * Desviación Estándar [2]*

1.2.1.11 Robustez

Es la cualidad de un método analítico que mide su capacidad de resistir pequeños cambios en las condiciones operatorias, sin que su funcionamiento se vea alterado. Deben considerarse como pequeños cambios en las condiciones operatorias, aquellos que pueden derivarse de la transferencia de los métodos entre laboratorios, operadores, equipos, etc. Al evaluar la robustez de un método se trata de identificar las variables que tienen un efecto más crítico sobre su exactitud, precisión, selectividad, etc. (Guerra, 2008)

1.2.1.12 Incertidumbre

Estimación que caracteriza el intervalo de valores en el que se sitúa generalmente, con una alta probabilidad el valor verdadero de la magnitud medida.

La incertidumbre de la medida incluye, en general, varios componentes. Algunos pueden estimarse a partir de la distribución estadística de los resultados de una serie de mediciones y pueden caracterizarse por la desviación típica de la muestra. La estimación de otros componentes solamente puede basarse en la experiencia y en otras informaciones. (Merino, 1997)

- Incertidumbre típica, es la desviación estándar estimada.
- Incertidumbre típica combinada, es el resultado de la combinación de la incertidumbre típica combinada de los componentes.
- Incertidumbre expandida, se obtiene multiplicando la incertidumbre típica combinada por el factor de cobertura.

Factor, que cuando se multiplica por la incertidumbre típica combinada, produce un intervalo que corresponde a la incertidumbre expandida sobre el resultado de la medición, en el cual puede esperarse que éste con un amplio margen (ejemplo 95 %), la distribución de valores que puede ser razonablemente atribuida al analito. (Merino, 1997)

Se recomienda que el factor de cobertura sea igual a dos, ya que corresponde a un nivel de confianza del 95 %. (Merino, 1997)

1.2.1.13 Material de referencia certificado (MRC)

Es un material de referencia acompañado de un certificado, en el cual uno o más valores de sus propiedades están certificados por un procedimiento que establece su trazabilidad con una realización exacta de la unidad, en la que se expresa los valores de la propiedad y para la cual, cada valor certificado se acompaña de una incertidumbre para un nivel de confianza establecido. (Merino, 1997)

1.3 MÉTODOS DE CARACTERIZACIÓN DE LA CAÑA DE AZÚCAR

El problema fundamental en la compra de la caña es evaluar la caña para saber exactamente qué contiene la caña que se compra.

En el mundo azucarero existen normas de calidad establecidas para el azúcar refinado. Para satisfacer los requerimientos de los consumidores, los refinadores de azúcar han establecido normas para el azúcar crudo que compran como materia prima, cuando menos el valor de la Pol.

Lógicamente, los productores de azúcar crudo deben a su vez establecer normas para la caña de azúcar a fin de cumplir con los requisitos de calidad y cantidad del azúcar crudo. Sin embargo, solamente unos pocos países han tratado de resolver este problema básico, mientras que la mayoría sólo le han dado vueltas al asunto y dan pocos incentivos a los buenos productores de caña y sobrepaga a los productores de cañas de baja calidad. (Chen, 1996)

Los sistemas de pago de caña son por el precio neto o por la compra sobre análisis.

- **Precio neto.-** Este sistema consiste en que la caña se paga a un precio basado en el precio del crudo o el del mercado local. En este sistema no se consideran la calidad de la caña con relación al contenido de sacarosa y a la pureza del jugo.

La desventaja de este método es que a los productores no les interesa si la caña entregada está limpia o no, lo que conlleva a que el azúcar producido por tonelada de caña declina año tras año, aun cuando la calidad de la caña misma no haya disminuido.

- **Compra sobre análisis.-** Este sistema es usado en un gran número de países productores de caña.

La ventaja que se presenta radica en lograr un arreglo equitativo, satisfactorio tanto para el productor de la caña como para el fabricante del azúcar.

Todas las fábricas en los países donde se paga la caña a un precio basado en el análisis tienen un laboratorio en el que se analiza el jugo de la caña procedente de los diferentes campos o canteros.

Puesto que el productor de la caña sabe que será pagado sobre la base de la calidad de la misma, así como por su peso, emplea entonces métodos

agrícolas que produzcan un aumento en la sacarosa así como también en el peso de la caña cosechada.

La pronta entrega de la caña después del corte es también de importancia para el cultivador además de que la recepción de caña fresca en la fábrica reduce grandemente los costos en la producción del azúcar.

El reconocimiento de que las variaciones en el contenido de fibra tienen gran influencia en la cantidad de azúcar que se puede obtener de un lote de caña ha dado como resultado que la proporción de fibra de la caña sea incluida en muchas de las fórmulas de los contratos de compra de caña. (Chen, 1996)

Los varios sistemas para la compra de caña no dejan duda de que el pago sobre el análisis de la caña entregada es superior al precio neto o la compra al bulto de toda la caña con pago basado en un rendimiento promedio.

Cualquier sistema basado en costumbres económicas prácticas y factibles probablemente tiene ventajas locales, pero puede ser discutible si los métodos más complicados de cálculo resultan en una distribución más justa que la que se logra con sistemas más sencillos.

Como requisito principal, cada productor de caña debe reconocer que la entrega de mejor caña lo beneficia económicamente y que el sistema de pago de caña no está concebido solamente para asegurar condiciones más fáciles para la manufactura y mejores beneficios para el molino. (Chen, 1996)

1.3.1 MÉTODO DEL PRIMER MOLINO

El método del primer molino consiste en caracterizar el jugo extraído del primer molino mediante los grados brix, pol, pureza y la fibra correspondiente al mismo

lote de caña, este método presenta el inconveniente de que las condiciones de trabajo no son controladas por el analista sino por el operador de la maquinaria.

Se utiliza este método para determinar el balance de sacarosa de la fábrica pero no para el pago de materia prima.

Sin embargo, desde que se mecanizó la cosecha de la caña, el jugo extraído sólo representa a la caña neta y no a la caña bruta entregada a los molinos. Si se desconoce la cantidad de materia extraña y por lo tanto no es descontada, la calidad del jugo analizado puede ser errónea y una fuente de desacuerdo en los cálculos para la determinación del precio de compra. (Chen, 1996)

1.3.2 MÉTODO DEL DIGESTOR EN FRÍO

El análisis de la caña de azúcar por el método del digestor en frío presenta los resultados de brix, pol y porcentaje de fibra en caña sin la necesidad del uso de factores (Figura 5). Consiste en el pesar 500 g de caña desintegrada y adicionar 1000 ml de agua al digestor para su digestión por un tiempo de 10 minutos.

En el jugo extraído se determina °Brix y después de la clarificación la pol. Adicionalmente, a una muestra de 100 g de caña desintegrada se determina el porcentaje de humedad de la caña. (Fernández, 2003)

Mientras tanto, las determinaciones del brix y la lectura polarimétrica del extracto del digestor requieren mayor cuidado para evitar errores que serán multiplicados por el factor de dilución, por lo general tres veces.

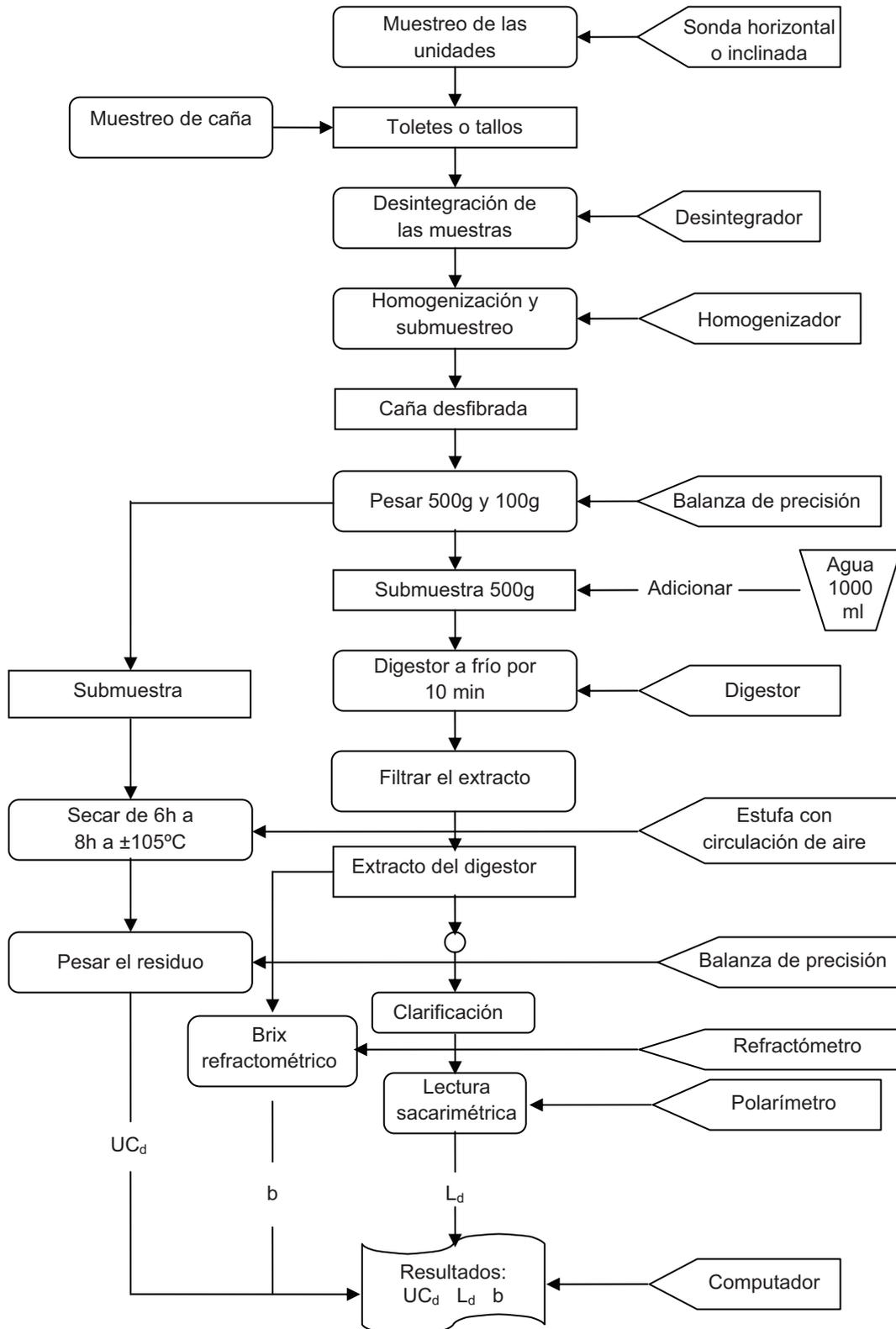


Figura 5. Diagrama de flujo del Método del Digestor en Frío

1.3.2.1 Porcentaje de Humedad de caña

Secar 100 g de caña desintegrada hasta peso constante en la estufa con circulación de aire forzado. La pérdida de peso corresponderá al % Humedad de caña de azúcar.

UC_d: % Humedad de caña

1.3.2.2 Análisis del extracto

En el extracto filtrado del digestor determinar el brix y la lectura polarimétrica para calcular la pol del extracto.

a) % Brix del extracto

Algunas gotas de extracto filtrado se colocan en el prisma del refractómetro para obtener la lectura de brix.

b: % Brix del extracto del digestor

b) Pol del extracto

La pol en el extracto del digestor (Pol_{jugod}) puede ser calculada por la ecuación [3]:

$$Pol_{jugod} = L_d(0,26065 - 0,000995 * b) \quad [3]$$

Donde:

L_d : lectura sacarimétrica del extracto

Esta ecuación es válida para un brix entre 3,0% y 26,0%.

c) Densidad del extracto

Para obtener la densidad o gravedad específica del extracto (ME_e) puede utilizarse la tabla específica o se calcula por la siguiente ecuación [4]:

$$ME_e = (0,014236 * b^2 + 3,848468 * b + 997,159) \quad [4]$$

Ésta ecuación es válida para un brix entre 3,0% y 8,0.

d) % Fibra de caña

La fórmula general para calcular el contenido de fibra de caña por el método de digestor (F_d), con diferentes proporciones de agua y de la caña en el digestor, es el siguiente:

$$\%F_d = \frac{100 - UC_d - \left(\frac{a}{c} + 1\right) * b}{1 - 0,01 * b} \quad [5]$$

Donde:

b: Brix refractométrico del extracto del digestor

a: masa de agua utilizada en el digestor

c: masa de caña utilizada en el digestor

Por lo general, se utilizan 500 g de caña triturada y 1000 ml de agua en el digestor por 10 minutos. Reemplazando $a = 1000$ g de agua y $c = 500$ g de caña se tiene la siguiente ecuación [6]:

$$\%F_d = \frac{100 - UC_d - 3 * b}{1 - 0,01 * b} \quad [6]$$

e) Porcentaje de Brix en caña

Para diferentes proporciones de agua y de caña en el digestor, se puede obtener el % brix en la caña ($B_{caña\ d}$) por la siguiente ecuación [7]:

$$\%B_{caña\ d} = b * \left(\frac{a}{c} + 1 - 0,01 * \%F_d \right) \quad [7]$$

Reemplazando $a = 1000$ g de agua y $c = 500$ g de caña en la ecuación [7] se tiene:

$$\%B_{caña\ d} = b * (3 - 0,01 * \%F_d) \quad [8]$$

f) Pol en caña

La fórmula general de cálculo de la pol en caña por el método de digestor ($Pol_{caña\ d}$), con diferentes proporciones de agua y de caña, es el siguiente:

$$Pol_{caña\ d} = Pol_{jugod} * \left(\frac{a}{c} + 1 - 0,01 * \%F_d \right) \quad [9]$$

Reemplazando $a = 1000$ g de agua y $c = 500$ g de caña, la ecuación [9] se transforma en:

$$Pol_{caña\ d} = Pol_{jugod} * (3 - 0,01 * \%F_d) \quad [10]$$

Donde:

Pol_{jugod} : Pol del extracto en el digestor

$\%F_d$: Porcentaje de Fibra en caña obtenido por el método del digestor

g) Pureza en caña

Para el cálculo de la pureza en caña P_{zd} se utiliza la siguiente ecuación [11]:

$$P_{z_d} = 100 * \left(\frac{Pol_{caña d}}{\%B_{cañad}} \right) \quad [11]$$

Tenga en cuenta que ésta pureza (P_{zd}) se refiere a los componentes en porcentaje de caña, lo que conduce a resultados diferentes de los observados en el jugo extraído por la prensa (P_z).

1.3.3 MÉTODO DE LA PRENSA HIDRÁULICA

Ciertos principios generales deben prevalecer:

- La muestra debe ser suficientemente grande, para que sea representativa.
- La muestra debe tomarse en forma aleatoria, libre de juicios personales.
- La muestra debe representar el porcentaje de materia extraña, suciedad, etc., que se molerá junto con la caña o que se encuentra en la caña bruta.
- Las muestras deben identificarse mediante un código para evitar preferencias.
- El submuestreo debe hacerse de manera que la muestra reducida represente verdaderamente a la muestra original.

Con unas pocas pruebas de análisis es fácil para los productores de caña apreciar y entender los incentivos que obtienen al entregar caña de mejor calidad y mayor limpieza.

La caña de azúcar fresca, limpia y de buena calidad rápidamente ha llegado a ser la meta de los cañicultores. La cosecha finaliza con un mejor control de calidad para la molienda y un pago más justo para los productores de caña. (Chen, 1996)

El "método de prensa hidráulica" para el análisis de caña de azúcar en Brasil se ha utilizado desde 1972 (figura 6). Consiste en el prensado de 500 g de la caña de azúcar desfibrada durante un minuto a una presión de 250 kg/cm².

En el jugo extraído se determina el brix y después de la clarificación la pol. El bagazo residual (contiene el jugo no extraído y fibra), después del pesaje para la obtención del peso húmedo (PBU), se coloca en la estufa con circulación forzada de aire para el secado hasta peso constante (PBS). Usted puede, opcionalmente, secar una parte del material para determinar el grado de humedad del bagazo. (Fernández, 2003)

El desarrollo del muestreo mecánico de caña de azúcar con sonda horizontal y el análisis directo de las muestras por la metodología de la prensa hidráulica, ha cambiado el concepto de evaluación de la calidad de la materia prima recibida para industrialización, en los ingenios azucareros y destilerías de alcohol. Por su rapidez, operación sencilla, bajo costo inicial y resultados muy precisos, ha posibilitado la adopción de un sistema de pago de caña por su calidad, para toda la agroindustria de la caña de azúcar. (Sturion, 1991)

La toma de muestras por perforación es el mejor dispositivo para tomar muestras de caña. Razón por la cual los directivos de IANCIEM consideraron a este tipo de muestreo como el más idóneo para toma de muestra, ya que se analiza de una manera más amplia la materia prima que está ingresando a sus instalaciones.

Además, que si la caña tiene una pureza muy baja la caña se puede limpiar o rechazar antes de descargarla, ayudando a que el proceso de fábrica no se vea afectado por la calidad de la caña.

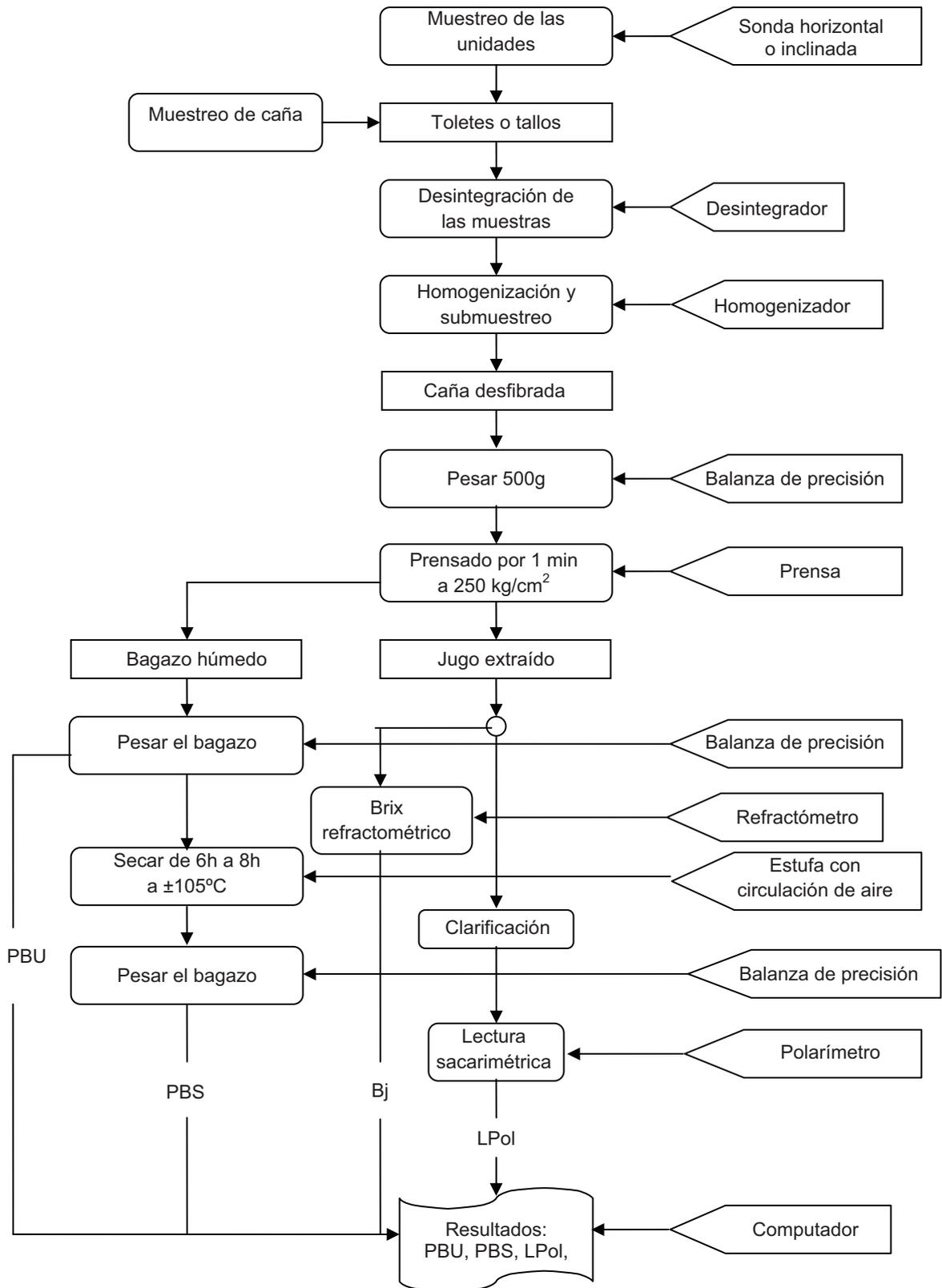


Figura 6. Diagrama de flujo del Método de la Prensa Hidráulica

1.3.3.1 Análisis del jugo extraído por la prensa

En el jugo extraído de la prensa, generalmente se determina el brix refractométrico y la pol. También se puede realizar el análisis del contenido de azúcares reductores (%AR), fósforo, cenizas conductométricas, nutrientes en la caña de azúcar (N, P, K, Ca, Mg), pH, dextranas, acidez. Algunas de estas determinaciones no son analizadas en el extracto del método del digestor, ya que este último método es mucho más laborioso y al utilizar diluciones puede comprometer el resultado de otros análisis.

a) Pol en jugo

El cálculo de la pol en el jugo (Pol_{jugo}) extraído por la prensa por determinación directa en caldo clarificado sin dilución se realiza por:

$$Pol_{\text{jugo}} = \frac{260 * LPol}{ME_j} \quad [12]$$

Donde:

LPol: lectura sacarimétrica del jugo clarificado (tubo de 200 mm)

ME_j: masa específica del caldo en kg/l, obtenidos en tablas correspondientes al brix o calculado por la ecuación cuadrática mencionada anteriormente.

La relación 260/ME_j llamado “factor de pol”, presenta una correlación lineal con el brix del jugo, lo que permite que Pol_{jugo} sea obtenido por:

$$Pol_{\text{jugo}} = LPol * (0,26065 - 0,000995 * B_j) \quad [13]$$

Donde:

B_j : brix del jugo extraído por el método de la prensa

Ésta ecuación, válida para materiales con un brix hasta de 26 %.

b) Pureza en jugo

La pureza indica el porcentaje de sacarosa (pol) contenida en sólidos solubles (°Brix), siendo el indicador más importante del estado de maduración de la caña.

$$Pz_{\text{jugo}} = \frac{\text{Pol}_{\text{jugo}}}{B_j} * 100 \quad [14]$$

En el presente trabajo se desarrollará el método de la prensa hidráulica, ya que es el más aceptado a nivel mundial así como el requerido por la Compañía IANCEM.

c) % Azúcares reductores en el jugo

En soluciones alcalinas, la dextrosa, la levulosa y otros azúcares reductores tienen la propiedad de reducir el cobre en estado cúprico a óxido cuproso. En condiciones específicas, la cantidad de cobre reducido está en proporción con la cantidad de azúcares reductores presente. (Chen, 1996)

La determinación de azúcares reductores se puede realizar por métodos como el gravimétrico y el volumétrico.

- **Método gravimétrico**, los métodos gravimétricos implican cuatro etapas distintas como: (1) preparación de la solución, (2) precipitación del cobre como óxido cuproso, (3) filtrado del óxido cuproso y (4) determinación de la cantidad de cobre precipitado. (Chen, 1996)
- **Método volumétrico**, determinan el volumen de la solución de prueba que se requiere para precipitar totalmente todo el cobre presente con una cierta

cantidad de solución de Fehling. Por otra parte, el método volumétrico se puede completar en unos pocos minutos y por consiguiente, es preferible para las pruebas en jugos, azúcares y otros materiales de los que se determinan diariamente los azúcares reductores. Es claro que el grado de exactitud del método volumétrico es relativamente más alto cuando los azúcares reductores no están presentes en grandes proporciones y también cuando no se tiene duda alguna sobre el punto final que es el caso de las soluciones de colores claros.

d) Cálculo del % fibra de caña

Sistema Tanimoto

El método de la prensa hidráulica en Brasil es conocido como “Método de Tanimoto”, el cual muestra la secuencia de los cálculos para obtener el % de fibra de caña con el secado del bagazo. El bagazo pesado y determinado el brix en el jugo extraído. Una sub-muestra de bagazo debe ser utilizada para el secado en la estufa.

El cálculo del % fibra, se llevará a cabo mediante la fórmula de Fernández, 2003; que utiliza la secuencia de los cálculos propuestos por Tanimoto, 1969.

$$\%F = \frac{100 * PBS - B_j * PBU}{0,01 * m * (100 - B_j)} \quad [15]$$

Sustituyendo m por 500 g de caña, se obtiene la siguiente ecuación:

$$\%F = \frac{100 * PBS - B_j * PBU}{5 * (100 - B_j)} \quad [16]$$

Donde:

PBS: peso seco del bagazo después del prensado (g)

PBU: peso húmedo del bagazo prensado (g)

e) Pol en caña

La Pol en caña de azúcar ($Pol_{caña}$), se obtiene de acuerdo con la pol del jugo extraído multiplicado por el jugo absoluto de la caña de azúcar ($100 - \%F$) y el coeficiente “c”:

$$Pol_{caña} = Pol_{jugo} * (1 - 0,01 * \%F) * (1,0313 - 0,00575 * \%F) \quad [17]$$

El factor ($1,0313 - 0,00575 * \%F$), llamado coeficiente “c”, representa la transformación de la pol en el jugo extraído (Pol_{jugo}) en la pol del jugo absoluto para las condiciones de trabajo en la prensa. La ecuación [17] fue determinada por análisis realizados en el comienzo de la implementación del sistema de pago de la caña de azúcar en el Estado de Sao Paulo.

2 PARTE EXPERIMENTAL

2.1 PRUEBAS DE LOS EQUIPOS

Se procedió a realizar pruebas a los siguientes equipos: desfibradora, prensa hidráulica, estufa, refractómetro y polarímetro.

Para los equipos señalados se aplicó el siguiente procedimiento:

- Se verificó la correcta instalación y funcionamiento del equipo con la ayuda de un técnico del Ingenio Azucarero del Norte Compañía de Economía Mixta IANCEM.
- Se realizó un ensayo siguiendo las instrucciones del manual del proveedor, se establecieron parámetros y variables del equipo.
- Se procedió a desarrollar el instructivo de trabajo para el operador del equipo.

2.2 VALIDACIÓN DEL MÉTODO DE PORCENTAJE DE FIBRA (% F)

La validación del método se efectuó según la Norma ISO 17025 siguiendo el procedimiento de validación de métodos de ensayo del Sistema de Calidad del Laboratorio de Control de Calidad del Ingenio Azucarero del Norte y cada uno de sus instructivos.

2.2.1 DETERMINACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE

- Se definió el mesurando: determinación del porcentaje de fibra en caña.
- Se identificaron las fuentes de incertidumbre
- Se cuantificó la incertidumbre de la siguiente manera:

Incertidumbre de la balanza

Incertidumbre por repetibilidad: se realizaron diez mediciones con masas patrón que cubrieron el rango 0,1 g, 10 g, 20 g, 50 g, 100 g y 200 g, con una balanza marca TECNAL, que habitualmente se utiliza para realizar los análisis.

Incertidumbre por calibración: esta incertidumbre es propia del equipo y consta en la nota del fabricante.

2.2.2 DESCRIPCIÓN DEL PROCEDIMIENTO

a) Toma de muestra



Figura 7. Muestreo de la caña de azúcar con la ayuda de la sonda horizontal

Se realizaron 3 perforaciones laterales en los paquetes de caña con la ayuda de un tractor sonda horizontal marca HIDRASEME HSTA. De la muestra obtenida se procedió a separar la materia extraña.

b) Desfibrado



Figura 8. Desfibrado de caña de azúcar

La muestra recolectada con la sonda horizontal, se llevó a una desfibradora de cuchillas y martillos marca JM 5200 de la que se obtuvo un material finamente desmenuzado. Luego, se homogenizó la caña desfibrada en un recipiente grande mediante agitación por el lapso de 3 minutos.

c) Prensado

El prensado, se realizó en una prensa hidráulica marca HIDRASEME PHS 250.



Figura 9. Prensado de caña de azúcar desfibrada

Se pesó 500 g de caña desfibrada y homogenizada en una canastilla. Se vació en el cilindro de la prensa hidráulica la muestra pesada y se prensó la muestra por un minuto a 250 kg/cm^2 ($24,5\text{E}+06 \text{ Pa}$), se recolectó el jugo extraído.

d) Determinación del Porcentaje de fibra (%F)

El procedimiento para determinar el porcentaje de fibra (%F), se describe a continuación:



Figura 10. Secado de la fibra húmeda

- Se identificó y se pesó una canastilla.
- Se retiró la torta húmeda que se formó en el cilindro de la prensa hidráulica, cuidando de no perder fibra.
- Se pesó la torta húmeda en una balanza marca TECNAL y se registró el peso (PBU) en una hoja electrónica.
- Se colocó la canastilla con la torta húmeda en una estufa con circulación de aire marca TECNAL por 6 horas a 105°C.
- Una vez retirada la canastilla de la estufa se pesó y se registró el peso.
- Se ingresaron los datos obtenidos anteriormente en una hoja electrónica.
- Esto permitió determinar el porcentaje de fibra en caña mediante la ecuación [16].
- Se analizará los datos obtenidos de Porcentaje de fibra en caña de cada muestra y se determinará a que predio pertenece, la edad de cosecha de la caña y variedad.

2.3 VALIDACIÓN DEL MÉTODO DE POL EN JUGO DE CAÑA

La validación del método se efectuó según la Norma ISO 17025 siguiendo el procedimiento de validación de métodos de ensayo del Sistema de Calidad del Laboratorio de Control de Calidad del Ingenio Azucarero del Norte y cada uno de sus instructivos.

A continuación se describe el procedimiento realizado para la validación de la lectura refractométrica:

2.3.1 VALIDACIÓN DE LA LECTURA REFRACTOMÉTRICA

2.3.1.1 Determinación de la exactitud de la calibración del refractómetro

- Con las soluciones estándar preparadas, se determinó la exactitud, calculando la corrección mediante la siguiente ecuación:

$$\text{Corrección} = V_{\text{real}} - V_{\text{obs}} \quad [18]$$

Donde:

Corr: Corrección de lectura

Vreal: Valor real del patrón y/o material de referencia

Vobs: Valor observado

- Se determinó también el porcentaje de error de calibración respecto al valor del certificado comparándolo con el valor esperado en los objetivos de validación del método.

2.3.1.2 Determinación de la precisión de la lectura refractométrica

- Se realizaron los análisis de las soluciones estándar en tres días diferentes con tres repeticiones de cada muestra por día.
- Se calculó la media grupal para cada día con los datos obtenidos durante el día, mediante la ecuación [19]:

$$\bar{L}_i = X_m = \frac{\sum_{j=1}^n L_{ij}}{p} \quad [19]$$

Donde:

\bar{L}_i : media grupal por día = X_m

L_{ij} : lectura observada en el día

- Se calculó la media general con los datos de los tres días, mediante la ecuación [20]:

$$\bar{L} = \frac{\sum_{i=1}^m \sum_{j=1}^n L_{ij}}{n} \quad [20]$$

Donde:

\bar{L} : Media general con los datos de los tres días

L_{ij} : Lecturas observadas durante los tres días

n : Número de observaciones totales

- Se realizó el tratamiento estadístico de las mediciones que consistió en el desarrollo de la Tabla 1, que se muestra a continuación.

Tabla 1. Cálculos estadísticos para la evaluación del análisis de varianza

Origen de la varianza	Grados de libertad (ν)	Sumas de diferencias cuadráticas (SDC)	Diferencias cuadráticas medias (DCM=SDC/ ν) (varianzas)
Entre grupos (Between)	$\nu_1 = k - 1$	$SDC_B = \sum_{i=1}^k p(\bar{L}_i - \bar{L})^2$ [21]	$DCM_B = \frac{SDC_B}{k - 1}$ [24]
Dentro del grupo (Within)	$\nu_2 = n - k$	$SDC_w = \sum_{i=1}^k \sum_{j=1}^p (\bar{L}_{ij} - \bar{L}_i)^2$ [22]	$DCM_w = \frac{SDC_w}{n - k}$ [25]
Total	$\nu = n - 1$	$SDC_T = \sum_{i=1}^k \sum_{j=1}^p (\bar{L}_{ij} - \bar{L}_T)^2$ [23]	$DCM_T = \frac{SDC_t}{n - 1}$ [26]

Para resolver las ecuaciones enunciadas en la tabla 1, se realizó lo siguiente:

Suma de diferencias cuadráticas (SDC): para la varianza entre grupos se determinó SDC_B mediante la ecuación [21] que consiste en la sumatoria de las diferencias entre el promedio de cada día y el promedio total elevadas al cuadrado y multiplicadas por el número de análisis por día. Para la varianza

dentro del grupo SDC_W , se empleó la ecuación [22]. Es la sumatoria de las diferencias entre cada medición y el promedio respectivo día elevadas al cuadrado. La suma de diferencias cuadráticas total SDC_T , se obtiene con la ecuación [23].

Diferencias cuadráticas medias (DCM): es la relación entre la suma de las diferencias cuadráticas de cada varianza y sus respectivos grados de libertad, los resultados se obtienen aplicando las ecuaciones [24, 25, 26].

Con los datos de la tabla 1, se calcularon los valores necesarios para determinar la precisión de la lectura refractométrica mediante la desviación estándar de repetibilidad s_r , desviación estándar de las lecturas s_L y desviación estándar de reproducibilidad s_R con las ecuaciones [27, 28, 29] respectivamente.

$$s_r = \sqrt{DCM_W} \quad [27]$$

$$s_L^2 = \frac{DCM_B - DCM_W}{p} \quad [28]$$

$$s_R = \sqrt{s_r^2 + s_L^2} \quad [29]$$

Los valores de desviación estándar de repetibilidad y reproducibilidad fueron utilizados en la determinación de la precisión de la lectura refractométrica. El coeficiente de variación (%CV), se calculó mediante la ecuación [30].

$$\%CV = \frac{s_i}{L_T} * 100 \quad [30]$$

Donde:

i: repetibilidad o reproducibilidad según sea el caso

s: desviación estándar

L_T : promedio total de todas las determinaciones para el análisis de precisión.

2.3.1.3 Determinación del intervalo de trabajo y función respuesta

Por las variedades de caña y por la experiencia de la Compañía IANCEM en el manejo de caña de azúcar, el rango de trabajo para el jugo de caña está entre 10 – 30 °Brix.

- Se analizó las soluciones estándares de 0, 10, 20 y 30 °Brix, con nueve repeticiones en intervalos de 5 minutos.
- Se graficó la respuesta del equipo versus la concentración del analito. Mediante una hoja electrónica se obtuvo el valor de la intersección, la pendiente y el coeficiente de regresión.

2.3.1.4 Determinación de la exactitud de la lectura refractométrica

- Se realizó mediante la lectura del material de referencia **OC-067-08 Code S1056**.
- Se determinó el error entre la medida del material de referencia respecto al valor real que consta en el certificado del material de referencia.
- Se realizó el informe de validación del método, se incluyó los resultados de la validación dentro de cada procedimiento específico de análisis y
- Se emitió la declaración de validación del método.

2.3.1.5 Determinación de la Sensibilidad

- Se tomó en consideración el valor de la pendiente dado por el análisis de linealidad.

- Con el valor de la pendiente, se calculó en una hoja electrónica los resultados de la lectura refractométrica ($^{\circ}$ Brix) a diferentes concentraciones de sacarosa.

2.3.1.6 Determinación de Incertidumbre

- Se definió el mesurando: Determinación de pol en jugo.
- Se identificaron las fuentes de incertidumbre mediante la construcción de un Diagrama de Ishikawa o espina de pescado (figura 11).

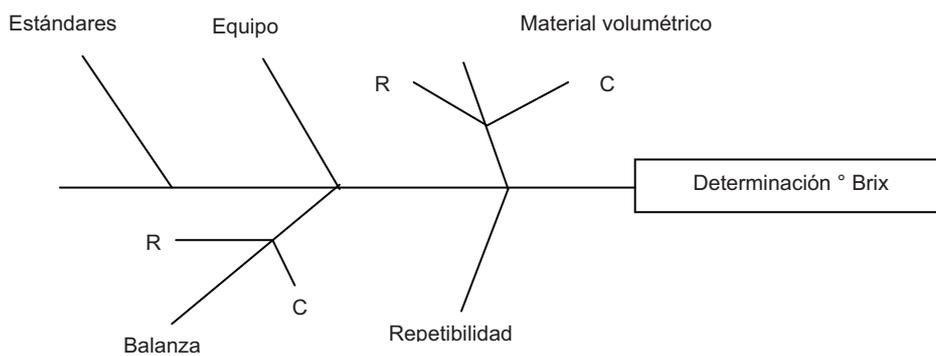


Figura 11. Diagrama de Ishikawa

Donde:

R: Repetibilidad

C: Calibración

- Se cuantificó la incertidumbre de la siguiente manera:

Incertidumbre del material volumétrico

Incertidumbre por repetibilidad: se procedió a realizar cinco mediciones de volumen del material de vidrio tipo A empleado en el análisis (100 ml) por pesada de agua deionizada a 20 °C.

Incertidumbre por calibración: se calculó con la incertidumbre entregada por el fabricante y que consta en cada uno de los certificados del material de vidrio.

Incertidumbre de la balanza

Incertidumbre por repetibilidad: se realizaron diez mediciones con masas patrón que cubrieron el rango 0,1 g, 10 g, 20 g, 50 g, 100 g y 200 g, con una balanza marca TECNAL que habitualmente se utiliza para realizar los análisis.

Incertidumbre por calibración: esta incertidumbre es propia del equipo y consta en la nota del fabricante.

Incertidumbre de los estándares y del equipo

Estas incertidumbres se las cuantificó realizando nueve mediciones de cada una de las soluciones estándares empleadas en los análisis a intervalos de cinco minutos. Las soluciones estándares fueron 0, 10, 20 y 30 °Brix soluciones preparadas para cubrir el rango lineal del método.

A continuación, se detalla el procedimiento para el cálculo de la incertidumbre debida a la preparación de la solución estándar de 10 °Brix:

$$C_{Sacarosa} (g l^{-1}) = \frac{m * P}{V} \quad [31]$$

Donde,

C: Concentración de la solución estándar de sacarosa (gl^{-1})

m: Peso de la sacarosa utilizada la preparación de la solución estándar (g)

V: Volumen del matraz aforado (l)

P: Pureza de la sacarosa

De la ecuación [37], se calcula la derivada parcial respecto a la pureza, la cual da:

$$\left(\frac{\partial C}{\partial P}\right) = \left(\frac{m}{V}\right) = A \quad [32]$$

La derivada parcial respecto a la masa, da:

$$\left(\frac{\partial C}{\partial m}\right) = \left(\frac{P}{V}\right) = B \quad [33]$$

La derivada parcial respecto al volumen, da:

$$\left(\frac{\partial C}{\partial V}\right) = -\left(\frac{m * P}{V^2}\right) = C \quad [34]$$

Aplicando la ley de la propagación de la incertidumbre, se tiene:

$$u_c^2 = \left(\frac{\partial C}{\partial P}\right)u_p^2 + \left(\frac{\partial C}{\partial m}\right)u_m^2 + \left(\frac{\partial C}{\partial V}\right)u_v^2 \quad [35]$$

que resulta ser:

$$u_c^2 = A^2u_p^2 + B^2u_m^2 + C^2u_v^2 \quad [36]$$

Donde:

u_c : Incertidumbre debida a la preparación de la solución estándar de sacarosa

u_p : Incertidumbre debida a la pureza de la sacarosa

u_m : Incertidumbre debida al peso de la sacarosa

u_v : Incertidumbre debida al volumen de aforo del matraz

Incertidumbre por repetibilidad

Esta incertidumbre se cuantificó con los valores medidos del material de referencia.

- Una vez que se cuantificó las fuentes de incertidumbres, se ingresó el valor de cada una de las incertidumbres en la hoja electrónica con el fin de obtener la incertidumbre combinada, aplicando la ecuación [37]

$$u_{lectura\ refractométrica} = \sqrt{u_{repet}^2 + u_{reprod}^2 + u_{MR}^2} \quad [37]$$

Donde:

$u_{lectura\ refractométrica}$: Incertidumbre de la lectura refractométrica

u_{repet} : Incertidumbre de repetibilidad de la lectura refractométrica

u_{reprod} : Incertidumbre de reproducibilidad de la lectura refractométrica

u_{MR} : Incertidumbre debida a la preparación de soluciones estándares.

- Se expresó la incertidumbre expandida de la lectura refractométrica ($U_{expandida}$), para éste cálculo se utilizó la ecuación [38]

$$U_{expandida} = K(u_{lectura\ refractométrica}) \quad [38]$$

Donde:

$U_{\text{expandida}}$: Incertidumbre expandida de la lectura refractométrica

K : Factor de cobertura igual a 2 para un intervalo de confianza del 95 %

- Se calculó la incertidumbre de uso de la lectura refractométrica (U_{uso}), con la ecuación [39]

$$U_{\text{uso}} = U_{\text{expandida}} + \text{Correcciones no realizadas} \quad [39]$$

Donde:

U_{uso} : Incertidumbre del uso de la lectura refractométrica

$U_{\text{expandida}}$: Incertidumbre expandida de la lectura refractométrica

Correcciones no realizadas: $\text{Corrección} = \text{Valor observado} - \text{Valor real}$

2.3.2 VALIDACIÓN DE LA LECTURA POLARIMÉTRICA

El procedimiento descrito anteriormente es útil también para el polarímetro, con la variación de que las soluciones estándares que se prepararon fueron de 0, 25, 50, 75 y 100 °Z.

2.3.3 DESCRIPCIÓN DEL PROCEDIMIENTO

a) Determinación de la lectura refractométrica

Para la determinación de la lectura refractométrica (°Brix), se procedió de la siguiente manera:

- Se filtró el jugo extraído de la prensa hidráulica.
- Con una pequeña parte del jugo filtrado, se realizó el desplazamiento del agua destilada contenida en la cámara de refractómetro continuo.
- Se adicionó una nueva porción de muestra al refractómetro y se registró la lectura B_j (Brix a 20°C) en la hoja electrónica.

b) Determinación de la lectura polarimétrica

A continuación, se detalla el procedimiento para la determinación de la lectura polarimétrica:

- Se filtró el jugo extraído de la prensa.
- A 200 ml de jugo filtrado, se añadió de 1 a 2 g de Octapol.
- Se agitó vigorosamente sellando la boca del frasco.
- Se filtró la solución.
- Se enjuagó el tubo de observación del polarímetro con una pequeña porción del jugo clarificado.
- Se adicionó una nueva porción de la muestra clarificada al polarímetro y se registró la lectura (LPol).
- Se ingresó los datos LPol a la hoja electrónica luego de cada ensayo.

c) Determinación de la pol en jugo

- Con las lecturas polarimétrica (LPol) y refractométrica B_j , se determinó la pol en jugo de caña mediante la ecuación [13].

2.4 VALIDACIÓN DEL MÉTODO DE PUREZA EN JUGO DE CAÑA

2.4.1 DETERMINACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE COMBINADA Y EXPANDIDA

Para calcular la incertidumbre combinada de la pureza del jugo de caña, se utiliza la ecuación [40], cabe indicar que los parámetros pol y lectura refractométrica en jugo de caña ya fueron validados en el punto 2.3.

$$u_{c \text{ Pureza en jugo caña}} = \sqrt{u_{\text{lectura refractométrica}}^2 + u_{\text{Pol en jugo}}^2}$$

[40]

donde,

$u_{c \text{ Pureza en jugo caña}}$: Incertidumbre combinada de la Pureza en jugo de caña

Para el cálculo de la incertidumbre expandida de la pol en jugo de caña, se utilizó la ecuación [41].

$$U_{\text{expandida}} = K * u_{c \text{ Pureza en jugo caña}} \quad [41]$$

2.4.2 DETERMINACIÓN DE LA PUREZA EN JUGO DE CAÑA

Con los resultados obtenidos de pol en jugo de caña y lectura refractométrica B_j citados en el punto 2.3.3 literal c) y a) respectivamente, se calculó la pureza en jugo de caña mediante la ecuación [14].

2.5 VALIDACIÓN DEL MÉTODO DE POL EN CAÑA

2.5.1 DETERMINACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE COMBINADA Y EXPANDIDA

Para calcular la incertidumbre combinada de la pol en caña, se utilizó la ecuación [42], los parámetros pol y Brix en jugo de caña ya fueron validados según lo indicado en el punto 2.4.

$$u_{c \text{ Pol en caña}} = \sqrt{u_{\text{Pol en jugo}}^2 + u_{\% \text{ Fibra}}^2} \quad [42]$$

Donde,

$u_{c \text{ Pol en caña}}$: Incertidumbre combinada de la Pol en caña

Para el cálculo de la incertidumbre expandida de la pol en caña, se utilizó la ecuación [43].

$$U \text{ expandida} = K * u_{c \text{ Pol en caña}} \quad [43]$$

2.5.2 DETERMINACIÓN DE LA POL REAL EN CAÑA

Con los resultados obtenidos de pol en jugo de caña y porcentaje de fibra en caña mencionados en el punto 2.2.3 literal c) y 2.2.2 literal d) respectivamente, se determinó la pol en caña con la ecuación [17].

El valor obtenido corresponde a la pol aparente en caña, ya que la ecuación no considera la presencia de azúcares reductores.

Para determinar la pol real en caña se aplicará la ecuación [44]:

$$Pol\ real_{caña} = Pol\ aparente_{caña} - Porcentaje\ de\ Azúcares\ Reductores(\%AR) \quad [44]$$

Para determinar el porcentaje de azúcares reductores presentes en el jugo de caña, se utilizó el método de Lane-Eynon, procedimiento que se describe a continuación:

- Se trasladó con la ayuda de pipetas volumétricas a un erlenmeyer de 250ml, 5ml de la solución de Fehling B y 5ml de la solución de Fehling A.
- Se adicionó 5ml de jugo de caña al erlenmeyer, colocar un agitador y se llevó a ebullición.
- Inmediatamente, se adicionó 3 a 4 gotas de solución de azul de metileno y se dejó hervir por 2 minutos con agitación constante.
- Se completó la titulación, gota a gota hasta completar la eliminación del color azul. El tiempo total desde el inicio de la ebullición hasta el final de la titulación no debe ser mayor a 3 minutos
- Se anotó el volumen y se calculó el porcentaje de azúcares reductores (% AR).

2.5.3 APLICACIÓN DE LOS MÉTODOS VALIDADOS

Una vez validados los métodos, se aplicaron en campo para determinar las variables que influyen en la calidad de la caña:

2.5.3.1 Porcentaje de azúcares reductores

Se determinó la variación de la Pol real en caña en función del Porcentaje de azúcares reductores a partir de canteros programados que ingresan al Ingenio Azucarero del Norte. Se tomó 9 muestras de caña correspondientes a la variedad PR-980, edad entre 22 y 24 meses y menor a 40 horas quema.

2.5.3.2 Variedad de la caña

Se determinó la Pol real en caña para las tres variedades de caña que ingresan al Ingenio Azucarero del Norte: Campus Brasil 4069 (CB-4069), Puerto Rico 980 (PR-980) y Costa Rica 8592 (CC-8592). Para cada variedad se tomaron 7 muestras de la misma edad y horas quema menores a 40.

2.5.3.3 Porcentaje de fibra en caña

Para las muestras tomadas en el punto 2.5.3.2, también se determinó el porcentaje de fibra en caña.

2.5.3.4 Edad de la caña

Se trabajó con la variedad de caña Puerto Rico 980 (PR-980), se tomaron muestras de caña cosechada a los 17, 18, 19, 20, 23 y 24 meses de edad y se determinó la pol real en caña.

2.5.3.5 Determinación de la calidad de la caña

Se determinó la calidad de la caña de acuerdo a la tabla 2.

Tabla 2. Parámetros para determinación de la Calidad de la Caña

Parámetro	Pol jugo	% Fibra	Pol caña
Criterio			
Excelente	>18,00	12,50 – 14,50	>15,00
Buena	17,00 – 18,00	12,50 – 14,50	14,00 – 15,00
Regular	15,50 – 17,00	12,50 – 14,50	13,00 – 14,00
Mala	14,50 – 15,50	< 12,50	12,00 – 13,00
No conforme	< 14,50	< 12,50	<12,00

Fuente: IANCEM

Para esto, se seleccionó muestras de canteros que ingresaron en dos semanas a IANCEM y se determinó el porcentaje de cumplimiento para cada uno de los parámetros citados en la tabla 2.

3 RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1 VALIDACIÓN DEL MÉTODO DE PORCENTAJE DE FIBRA EN CAÑA

3.1.1 INCERTIDUMBRE

La tabla 3, muestra el valor de las incertidumbres de cada una de las fuentes y la incertidumbre expandida.

Tabla 3. Incertidumbre combinada y expandida de la balanza

Símbolo	Fuente de incertidumbre	Unidad	Factor de cobertura K	Resultado
u_c	Incertidumbre combinada de calibración de la balanza	g	-	0,009
U	Incertidumbre expandida de la balanza	g	2	0,018

No se pudo determinar la incertidumbre combinada y expandida del método de porcentaje de fibra en caña porque no se cuenta con material de referencia de fibra y tampoco se puede seleccionar muestras patrón, ya que no se puede conservarlas.

Del certificado de calibración de la balanza (Anexo I), la fuente de incertidumbre que más aporta es la repetibilidad de la balanza cuyo valor es 0,0055 g comparada con la incertidumbre por calibración del equipo (0,009 g).

3.2 VALIDACIÓN DEL MÉTODO DE POL EN JUGO DE CAÑA

3.2.1 VALIDACIÓN DE LA LECTURA REFRACTOMÉTRICA

3.2.1.1 Determinación de la exactitud de la calibración del refractómetro

Como resultado de las mediciones de las soluciones estándares y de acuerdo a lo expuesto en el numeral 2.3.1.1, se obtuvieron las lecturas que se exponen en la tabla 4.

Tabla 4. Resultados de exactitud de las soluciones estándares

Parámetro	Concentración de sacarosa (°Brix)	Criterio de Aceptación (%)	Resultados Promedios de Porcentaje de Error (%)
Lectura refractométrica	10	± 0,10	0,26 (Anexo V, Tabla 23)
	20		0,06 (Anexo V, Tabla 23)
	30		0,04 (Anexo V, Tabla 23)
	Promedio		0,12

Los valores de los promedios de porcentaje de error que se presentan en la tabla 4, se encuentran detallados en el Anexo V.

El criterio de aceptación, se define en base al manual de instrucciones CONSECANA SP. Si comparamos el porcentaje de error promedio (0,12) con el criterio de aceptación, se puede observar que se halla sobre el criterio de aceptación en 0,02 puntos porcentuales.

Al comparar el porcentaje de error de cada una de las concentraciones se puede observar que la solución de 10 °Brix presenta un porcentaje de error mayor en 0,16 puntos porcentuales.

Lo que demuestra que el refractómetro es un equipo muy sensible y que es uno de los puntos críticos que se debe controlar para determinar la pol en caña y por ende el pago a los cañicultores.

3.2.1.2 Determinación de la Precisión

Se realizaron las lecturas refractométricas de los materiales de referencia 0, 10, 20 y 30 °Brix, y una vez realizado el tratamiento de datos a través del análisis de ANOVAS (Anexo V, tabla 24) y la aplicación de las ecuaciones [27, 28, 29], se obtuvo la desviación estándar de las lecturas (s_L), desviación de repetibilidad (s_r), desviación estándar de reproducibilidad (s_R) para cada una de las concentraciones de sacarosa. Los resultados de estos tratamientos y cálculos se muestran en la tabla 5.

Tabla 5. Desviación estándar de: repetibilidad (s_r), las lecturas (s_L), reproducibilidad (s_R) para cada una de las concentraciones

Parámetro	Concentración de sacarosa (°Brix)	s_r	s_L	s_R
Lectura refractométrica	0	3,33E-03	2,22E-05	3,33E-03
	10	1,70E-02	1,8E-05	1,75E-02
	20	7,46E-03	2,6E-04	1,78E-02
	30	1,56E-02	-3,3E-05	1,56E-02

Se puede apreciar que la desviación estándar de las lecturas a 30 °Brix es negativa, normalmente debería cumplirse que la diferencia cuadrática media de la varianza entre grupos (DCM_B) debe ser mayor a la diferencia cuadrática media de la varianza dentro del grupo (DCM_W), sin embargo, por efectos aleatorios podría ocurrir lo contrario, en cuyo caso debe asumirse que la desviación estándar de las lecturas (s_L) es cero. (Álvarez, 2006)

La evaluación de la precisión por los coeficientes de variación de repetibilidad (CV_r) y reproducibilidad (CV_R), se determinó con la ecuación [30] para cada uno de los materiales de referencia; los resultados se muestran en la tabla 6.

Tabla 6. Resultados de evaluación de repetibilidad y reproducibilidad mediante los coeficientes de variación para el refractómetro

Parámetro	Concentración de sacarosa (°Brix)	Repetibilidad		Reproducibilidad	
		CV_r	$CV_{esperado}$	CV_R	$CV_{esperado}$
Lectura refractométrica	10	0,170	± 0,20	0,175	± 0,20
	20	0,037		0,089	
	30	0,052		0,052	
	Promedio	0,086		0,105	

Los valores presentados en la tabla 6, representan la dispersión de los resultados obtenidos.

De estos datos, se observó dos cosas importantes, la primera que para asegurar la calidad de la evaluación de la precisión, se escogió la muestra que presentó un mayor valor de desviación estándar de reproducibilidad, de este modo, se asegura que un análisis que tuviere una menor desviación estará contenido por este intervalo. La segunda observación es que para el cálculo de la incertidumbre combinada del método, se consideró la que presenta mayor valor que

correspondió a la desviación estándar de reproducibilidad, puesto que ésta es siempre mayor o como mínimo igual a la desviación estándar de repetibilidad. (EURACHEM, 1998)

3.2.1.3 Determinación del intervalo de trabajo, y función respuesta de la determinación de la lectura refractométrica

Las muestras analizadas fueron las soluciones estándares de 0, 10, 20 y 30 °Brix preparadas a partir de sacarosa con una pureza de 99,99 %, de los cuales se obtuvieron los resultados que se presentan en la tabla 7,

Tabla 7. Resultados de las soluciones estándares para la evaluación del intervalo de trabajo del refractómetro

No. Medición	Soluciones estándares (°Brix)			
	0	10	20	30
1	0,01	10,05	20,02	30,01
2	0,01	10,05	20,02	30,01
3	0,01	10,05	20,01	30,00
4	0,01	10,03	20,01	30,00
5	0,01	10,03	20,00	30,00
6	0,00	10,03	20,00	29,99
7	0,00	10,03	19,99	29,99
8	0,00	10,01	19,99	29,98
9	0,00	10,01	19,98	29,98
10	0,00	10,01	19,98	29,98
Promedio	0,005	10,03	20,00	29,99

Con las soluciones estándares de 0, 10, 20, 30 °Brix, preparadas a partir de sacarosa con una pureza de 99,99 %, se obtuvo la curva de calibración para el refractómetro, la tendencia se puede observar en la figura 12.

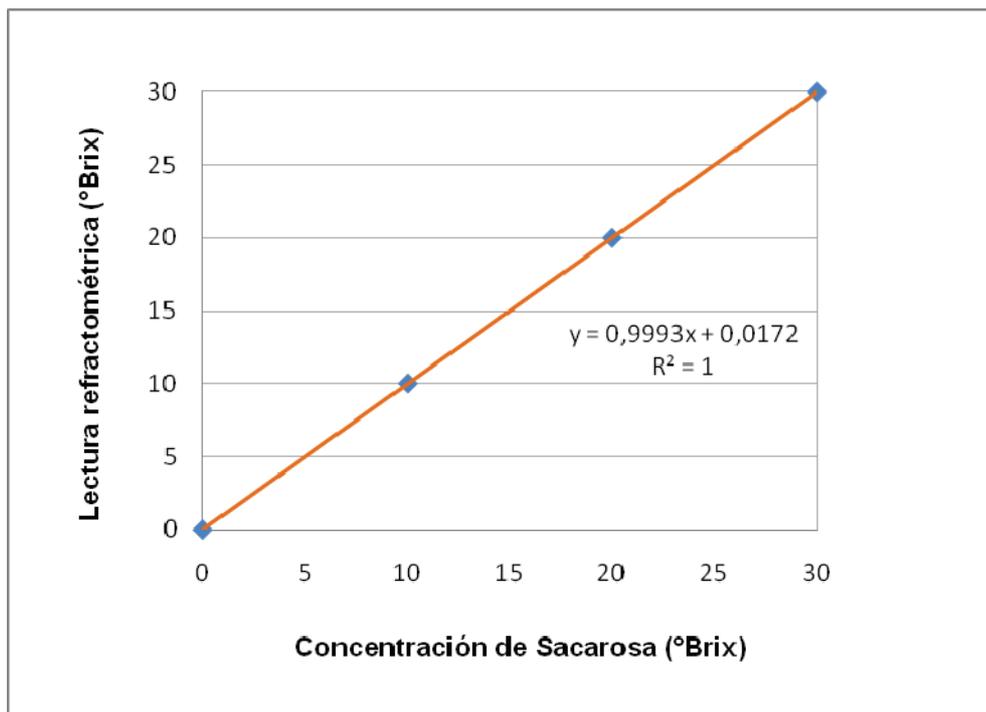


Figura 12. Curva de calibración para soluciones de sacarosa a diferentes concentraciones

El análisis estadístico de la curva de calibración obtenida muestra que los resultados se ajustan a un modelo lineal que describe la relación entre la lectura refractométrica (°Brix) y concentración de sacarosa. Donde la ecuación del modelo es:

$$\text{Lectura refractométrica (°Brix)} = 0,9993 * \text{Concentración de sacarosa} + 0,0172 \quad [45]$$

El coeficiente de correlación es 1, valor que se obtiene de la regresión lineal. Este indica cuan desviados están los datos experimentales.

Como el valor de la pendiente se acerca a 1, éste valor nos indica que existe una relación directa entre la concentración de sacarosa y la lectura refractométrica (°Brix), es decir, al aumentar la concentración de sacarosa también aumenta proporcionalmente la lectura refractométrica.

El rango de trabajo para el jugo de caña queda establecido en su límite inferior por 10 °Brix y en su límite superior por 30 °Brix, rango que fue determinado

experimentalmente de los ensayos realizados, así como por experiencia de la Compañía IANCEM.

3.2.1.4 Determinación de la Sensibilidad

Con el valor de la pendiente de la regresión lineal 0,9993 se evaluaron los valores de respuestas a diferentes concentraciones variando la magnitud de la misma. En las tablas 8 y 9 se observa las variaciones en décimas y unidades de concentración de sacarosa.

Tabla 8. Variaciones en décimas de concentración de sacarosa

Concentración de sacarosa (°Brix)	Lectura refractométrica (°Brix)	
20,10	20,10	
20,30	20,30	
20,50	20,50	
20,70	20,70	
20,90	20,90	
Promedio	Desviación Estándar	% Desviación Estándar Relativa
20,50	0,32	1,54

Tabla 9. Variaciones en unidades de concentración de sacarosa

Concentración de sacarosa (°Brix)	Lectura refractométrica (°Brix)	
21	21	
23	23	
25	25	
27	27	
29	29	
Promedio	Desviación Estándar	% Desviación Estándar Relativa
25	3,16	12,64

Se calculó la desviación estándar y la desviación estándar relativa de las respuestas obtenidas a las variaciones de concentración.

De acuerdo a Merino, 1997; un método es sensible a la variación de la concentración del analito, si la desviación estándar relativa de al menos 5 valores de respuesta es mayor que 10 %.

Se observa en la tabla 8, que a variaciones de décimas de concentración la desviación estándar relativa es igual a 1,54 %, mientras que al variar la concentración en unidades de concentración de sacarosa, los resultados son estadísticamente diferentes, con una desviación estándar relativa del 12,64 %, por tanto, el método es sensible a variaciones de concentración en unidades de concentración (tabla 9).

3.2.1.5 Determinación de la Incertidumbre

La tabla 10, muestra el valor de las incertidumbres combinada, incertidumbre expandida, incertidumbre del uso y porcentaje de incertidumbre del uso para las soluciones estándares de diferentes concentraciones de sacarosa.

Tabla 10. Incertidumbre de la lectura refractométrica

Soluciones estándares (°Brix)	Incertidumbre combinada (g ^l ⁻¹)	Incertidumbre expandida (g ^l ⁻¹)	U expandida (%)	U uso (g ^l ⁻¹)	U uso (%)
0	0,00	0,00		0,00	
10	0,507	1,013	1,01	1,039	1,04
20	0,524	1,048	0,52	1,054	0,53
30	0,553	1,105	0,37	1,108	0,37

Se realizó el análisis de todos los valores obtenidos de porcentaje de incertidumbre de uso para cada una de las soluciones estándar, se escogió el mayor resultado determinado para caracterizar a todo el rango estudiado, siendo ésta de 1,04 % de ésta manera se asegura la calidad de los resultados que se emitirán, ya que se lo considera como el valor más crítico.

Se definió, por tanto, el rango de trabajo desde el estándar de 10 °Brix hasta 30 °Brix declarando una incertidumbre de 1,50 % para presentar un resultado que mantenga un rango de cobertura que asegure verdaderamente éste valor de incertidumbre que presentará el método en el transcurso del tiempo, ya que se deberán realizar los controles correspondientes para certificar el funcionamiento tanto del equipo como del análisis realizado.

3.2.1.6 Determinación de la exactitud de la lectura refractométrica

Para esta determinación se analizó el material de referencia certificado **OC-067-08 Code S1056**, cuya concentración de sacarosa fue 49,98 °Brix y el valor certificado corresponde a $49,9919 \pm 0,048$ (Anexo II). Por lo tanto, el porcentaje de error cometido en la lectura resultó ser un valor de 0,02 % que es 0,08 puntos porcentuales menor al valor establecido en los objetivos de valoración del método como límite para el material de referencia.

El valor de los objetivos fue fijado basándose en el límite permisible en una comparación inter laboratorios que es el 0,1 %; si comparamos el error obtenido en esta lectura del material de referencia se puede concluir que se cumple con el objetivo propuesto.

3.2.2 VALIDACIÓN DE LA LECTURA POLARIMÉTRICA

3.2.2.1 Determinación de la exactitud de la calibración del polarímetro

Como resultado de las mediciones de los materiales de referencia, de acuerdo a lo expuesto en el numeral 2.3.1.1, se obtuvieron las lecturas que exponen en la tabla 11.

Tabla 11. Resultados de exactitud de las soluciones estándares

Parámetro	Concentración de sacarosa (°Z)	Criterio de Aceptación (%)	Resultados Porcentaje de Error (%)
Lectura polarimétrica	25	± 0,10	0,06 (Anexo VI, Tabla 26)
	50		0,03 (Anexo VI, Tabla 26)
	75		0,02 (Anexo VI, Tabla 26)
	100		0,02 (Anexo VI, Tabla 26)
	Promedio		0,03

El criterio de aceptación, se define en base al manual de instrucciones CONSECAN SP. Si comparamos el porcentaje de error promedio (0,03 %) con el criterio de aceptación, se puede observar que se halla bajo el criterio de aceptación en 0,07 puntos porcentuales.

Al comparar el porcentaje de error de cada una de las concentraciones se puede observar que la solución de 0 °Z presenta un mayor porcentaje de error 0,06 % y la que presenta un menor porcentaje de error son las de 75 y 100 °Z.

A pesar que el polarímetro no es muy sensible pero también es un punto crítico de control, ya que, de los resultados que presente el equipo se determinará la pol en caña y el pago a los proveedores de caña de azúcar.

3.2.2.2 Determinación de la Precisión

Se realizaron las lecturas sacarimétricas de los materiales de referencia 0, 25, 50, 75 y 100 °Z, y una vez realizado el tratamiento de datos a través del análisis de ANOVAS (Anexo VI, tabla 27) y la aplicación de las ecuaciones [27, 28, 29], se obtuvo la desviación estándar de las lecturas (s_L), desviación de repetibilidad (s_r), desviación estándar de reproducibilidad (s_R) para cada una de las concentraciones. Los resultados de estos tratamientos y cálculos se muestran en la tabla 12.

Tabla 12. Desviación estándar de: repetibilidad (s_r), las lecturas (s_L), reproducibilidad (s_R) para cada una de las concentraciones

Parámetro	Concentración de sacarosa (°Z)	s_r	s_L	s_R
Lectura polarimétrica	0	3,3E-03	2,2E-05	3,3E-03
	25	1,4E-02	3,3E-05	1,5E-02
	50	1,9E-02	-9,3E-05	1,9E-02
	75	9,0E-03	3,1E-04	2,0 E-02
	100	1,0E-03	-5,2E-05	1,0E-03

En la tabla 12, se puede apreciar que la desviación estándar de las lecturas a 50 y 100 °Z son negativas, normalmente debería cumplirse que la diferencia cuadrática media de la varianza entre grupos (DCM_B) debe ser mayor a la diferencia cuadrática media de la varianza dentro del grupo (DCM_W), sin embargo, por

efectos aleatorios podría ocurrir lo contrario, en cuyo caso debe asumirse que la desviación estándar de las lecturas (s_L) es cero. (Álvarez, 2006)

La evaluación de la precisión por los coeficientes de variación de repetibilidad (CV_r) y reproducibilidad (CV_R), se determinó con la ecuación [30] para cada uno de los materiales de referencia; los resultados se muestran en la tabla 13.

Tabla 13. Resultados de evaluación de repetibilidad y reproducibilidad mediante los coeficientes de variación para el polarímetro

Parámetro	Concentración de sacarosa ($^{\circ}Z$)	Repetibilidad		Reproducibilidad	
		CV_r	CV_{esperado}	CV_R	CV_{esperado}
Lectura polarimétrica	25	0,057	$\pm 0,25$	0,061	$\pm 0,25$
	50	0,038		0,038	
	75	0,013		0,027	
	100	0,001		0,001	
	Promedio	0,03		0,03	

De estos datos, se observó dos cosas importantes, la primera que para asegurar la calidad de la evaluación de la precisión, se escogió la muestra que presentó un mayor valor de desviación estándar de reproducibilidad, de este modo, se asegura que un análisis que tuviere una menor desviación estará contenido por este intervalo. La segunda observación es que para el cálculo de la incertidumbre combinada del método, se consideró la que presenta mayor valor que correspondió a la desviación estándar de reproducibilidad, puesto que ésta es siempre mayor o como mínimo igual a la desviación estándar de repetibilidad. (EURACHEM, 1998)

3.2.2.3 Determinación del intervalo de trabajo, y función respuesta de la lectura polarimétrica

Las muestras analizadas fueron las soluciones estándares de 25, 50, 75 y 100 °Z preparadas a partir de sacarosa con una pureza de 99,99 %, de las cuales se obtuvieron los resultados que se presentan en la tabla 14.

Tabla 14. Resultados de las soluciones estándares para la evaluación del intervalo de trabajo del polarímetro

No. Medición	Soluciones estándares (°Z)				
	0	25	50	75	100
1	0,01	24,98	50,02	74,96	100,00
2	0,00	25,01	50	74,97	99,99
3	0,00	25,00	49,96	74,97	99,97
4	0,01	25,00	49,98	74,96	99,98
5	0,01	24,98	49,99	74,98	99,99
6	0,01	24,98	49,98	74,99	99,98
7	0,00	24,98	49,98	75,00	100,00
8	0,01	24,98	50,00	75,01	100,00
9	0,00	24,99	49,99	74,99	100,00
10	0,01	25,00	49,99	75,01	100,00
Promedio	0,005	24,99	49,99	74,98	99,99

Con las soluciones estándares de 0, 25, 50, 75 y 100 °Z preparadas a partir de sacarosa con una pureza de 99,99 %, se obtuvo la curva de calibración para el polarímetro, la tendencia se puede observar en la figura 13.

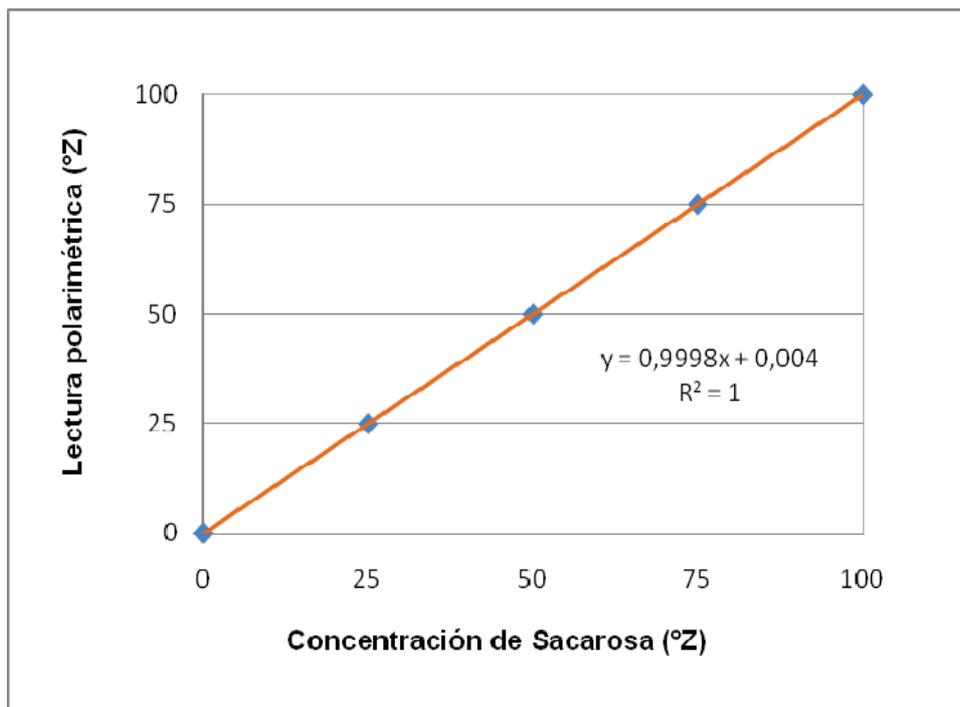


Figura 13. Curva de calibración para soluciones de sacarosa a diferentes concentraciones

El análisis estadístico de la curva de calibración obtenida, muestra que los resultados se ajustan a un modelo lineal que describe la relación entre la lectura polarimétrica (°Z) y concentración de sacarosa. Donde la ecuación del modelo es:

$$Lectura\ polarimétrica\ (^{\circ}Z) = 0,9998 * Concentración\ de\ sacarosa + 0,004 \quad [46]$$

El coeficiente de correlación es 1, valor que se obtiene de la regresión lineal. Este indica cuán desviados están los datos experimentales.

Como el valor de la pendiente se acerca a 1, éste valor nos indica que existe una relación directa entre la concentración de sacarosa y la lectura polarimétrica (°Z), es decir, al aumentar la concentración de sacarosa también aumenta proporcionalmente la lectura polarimétrica.

El rango de trabajo queda establecido en su límite inferior por 50 °Z y en su límite superior por 100 °Z, rango que fue determinado experimentalmente de los ensayos realizados así como por experiencia de la Compañía IANCEM.

3.2.2.4 Determinación de la Sensibilidad

Con el valor de la pendiente de la regresión lineal 0,9998 se evaluaron los valores de respuestas a diferentes concentraciones de sacarosa, variando la magnitud de la misma. En las tablas 15 y 16 se observa las variaciones en décimas y unidades de concentración de sacarosa.

Tabla 15. Variaciones en décimas de concentración de sacarosa

Concentración de sacarosa (°Z)	Lectura polarimétrica (°Z)	
50,10	50,10	
50,30	50,30	
50,50	50,50	
50,70	50,70	
50,90	50,90	
Promedio	Desviación Estándar	% Desviación Estándar Relativa
50,50	0,32	0,63

Tabla 16. Variaciones en unidades de concentración de sacarosa

Concentración de sacarosa (°Z)	Lectura polarimétrica (°Z)	
50	50	
55	55	
60	60	
65	65	
70	70	
Promedio	Desviación Estándar	% Desviación Estándar Relativa
55	7,90	13,18

Se calculó la desviación estándar y la desviación estándar relativa de las respuestas obtenidas a las variaciones de concentración.

De acuerdo a Merino, 1997; un método es sensible a la variación de la concentración del analito, si la desviación estándar relativa de al menos 5 valores de respuesta, es mayor que 10 %.

Se observa en la tabla 15, que a variaciones de décimas de concentración la desviación estándar relativa es igual a 0,63 % mientras que al variar la concentración en unidades de concentración de sacarosa los resultados son estadísticamente diferentes con una desviación estándar relativa del 13,18 %, por tanto, el método es sensible a variaciones de concentración en unidades de concentración (tabla 16).

3.2.2.5 Determinación de la Incertidumbre

La tabla 17, muestra el valor de la incertidumbre combinada, incertidumbre expandida e incertidumbre del uso.

Tabla 17. Incertidumbre de la lectura polarimétrica

Soluciones estándares (°Z)	Incertidumbre combinada (g ^l ⁻¹)	Incertidumbre expandida (g ^l ⁻¹)	U expandida (%)	U uso (g ^l ⁻¹)	U uso (%)
0	0,00	0,00		0,00	
25	0,103	0,205	0,31	0,219	0,34
50	0,106	0,211	0,16	0,223	0,17
75	0,107	0,215	0,11	0,228	0,12
100	0,109	0,218	0,08	0,238	0,09

Se realizó el análisis de todos los valores obtenidos de porcentaje de incertidumbre de uso para cada una de las soluciones estándares, se escogió el mayor resultado determinado para caracterizar a todo el rango estudiado, siendo éste de 0,17 % de ésta manera se asegura la calidad de los resultados que se emitirán, ya que se lo considera como el valor más crítico.

Por tanto, el rango de trabajo quedó definido desde el estándar de 50 hasta 100 °Z declarando una incertidumbre de 0,50 % para presentar un resultado que mantenga un rango de cobertura que asegure verdaderamente éste valor de incertidumbre que presentará el método en el transcurso del tiempo, ya que se deberán realizar los controles correspondientes para certificar el funcionamiento tanto del equipo como del análisis realizado.

3.2.2.6 Determinación de la exactitud de la lectura polarimétrica

Se empleó el material de referencia celda No. **4342**, cuya lectura polarimétrica fue 95,01 °Z y el valor certificado corresponde a $94,94 \pm 0,015$ (Anexo III). Por lo tanto, el % de error cometido en la lectura resultó ser un valor de 0,07 % que es 0,03 puntos porcentuales menor al valor establecido en los objetivos de validación del método como límite para el material de referencia.

También, se empleó el material de referencia celda No. **4333**, cuya lectura polarimétrica fue 24,98 °Z y el valor certificado corresponde a 25,01 (Anexo IV). Por lo tanto, el porcentaje de error cometido en la lectura resultó ser un valor de 0,1 % que es igual al valor establecido en los objetivos de validación del método, como límite para el material de referencia.

El valor de los objetivos fue fijado basándose en el límite permisible en una comparación inter laboratorios que es el 0,1 %; si se compara el error obtenido en esta lectura del material de referencia, se puede concluir que se cumple con el objetivo propuesto.

3.2.3 DETERMINACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE COMBINADA Y EXPANDIDA

Con los datos de las incertidumbres obtenidas en la validación del refractómetro y polarímetro, se calculó la incertidumbre combinada e incertidumbre expandida de la pol en jugo, resultados que se presentan en la tabla 18.

Tabla 18. Incertidumbre combinada y expandida de la pol en jugo de caña

Símbolo	Fuente de incertidumbre	Unidad	Factor de cobertura K	Incertidumbre en la fuente
u_c	Incertidumbre combinada de la lectura refractométrica	$g\text{l}^{-1}$	-	0,55
u_c	Incertidumbre combinada de la lectura polarimétrica	$g\text{l}^{-1}$	-	0,11
u_c	Incertidumbre combinada de la pol en jugo de caña	$g\text{l}^{-1}$	-	0,56
U	Incertidumbre expandida de la pol en jugo de caña	$g\text{l}^{-1}$	2	1,13

Para el cálculo de la incertidumbre combinada de la pol en jugo de caña se tomó los valores más altos de la incertidumbre combinada del refractómetro y del polarímetro.

En la tabla 18, se observa que la fuente de incertidumbre que más aporta es la de la lectura refractométrica comparada con la lectura polarimétrica, esto podría deberse a que el refractómetro es un equipo muy sensible a los cambios de temperatura y que otra fuente de incertidumbre significativa es la preparación de

soluciones estándares para el refractómetro (Anexo VIII, tabla 31) y polarímetro (Anexo IX, tabla 34).

3.3 VALIDACIÓN DEL MÉTODO DE PUREZA EN JUGO DE CAÑA

3.3.1 DETERMINACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE COMBINADA Y EXPANDIDA

Los resultados de la incertidumbre combinada e incertidumbre expandida se presentan en la tabla 19.

Tabla 19. Incertidumbre combinada y expandida de la pureza en jugo de caña

Símbolo	Fuente de incertidumbre	Unidad	Factor de cobertura K	Incertidumbre en la fuente
u_c	Incertidumbre combinada de la pol en jugo de caña	g ^l ⁻¹	-	0,56
u_c	Incertidumbre combinada de la lectura refractométrica	g ^l ⁻¹	-	0,55
u_c	Incertidumbre combinada de la pureza en jugo de caña	g ^l ⁻¹	-	0,79
U	Incertidumbre expandida de la pureza en jugo de caña	g ^l ⁻¹	2	1,58

Para el cálculo de la incertidumbre combinada de la pureza en jugo de caña se tomó los valores más altos de la incertidumbre combinada de la pol y la lectura refractométrica en jugo de caña.

Se observa que la incertidumbre combinada tanto de la lectura refractométrica como de la pol en jugo de caña es casi semejante por lo que sus aportes serán casi iguales.

3.4 VALIDACIÓN DEL MÉTODO DE POL EN CAÑA

3.4.1 DETERMINACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE COMBINADA Y EXPANDIDA

A continuación en la tabla 20, se presentan los resultados obtenidos del cálculo de la incertidumbre combinada e incertidumbre expandida del método de Pol en caña.

Tabla 20. Incertidumbre combinada e incertidumbre expandida del método de la pol en caña

Símbolo	Fuente de incertidumbre	Unidad	Factor de cobertura K	Incertidumbre en la fuente
u_c	Incertidumbre combinada de la pol en jugo de caña	$g l^{-1}$	-	0,56
u_c	Incertidumbre combinada del porcentaje de fibra en caña	$g l^{-1}$	-	0,02
u_c	Incertidumbre combinada de la pol en caña	$g l^{-1}$	-	0,56
U	Incertidumbre expandida de la pol en caña	$g l^{-1}$	2	1,13

Para el cálculo de la incertidumbre combinada de la pol en caña, se tomó el valor de la incertidumbre combinada de la pol en jugo y la incertidumbre combinada del porcentaje de fibra de caña de azúcar.

En la tabla 20, se observa que la fuente de incertidumbre que más aporta es pol en jugo de caña comparada con la incertidumbre del porcentaje de fibra en caña; esto se debe a que para el cálculo de la incertidumbre de la pol en jugo de caña, se prepararon soluciones estándar para el refractómetro (Anexo VIII, tabla 29) y polarímetro (Anexo IX, tabla 33), razón por la cual tienen un valor de incertidumbre más alto.

3.4.2 APLICACIÓN DE LOS MÉTODOS VALIDADOS

3.4.2.1 Porcentaje de azúcares reductores

En la figura 14, se presenta la gráfica de los resultados obtenidos de Porcentaje de Azúcares reductores y de Pol real en caña de las muestras analizadas en el Ingenio Azucarero del Norte (Anexo XII, tabla 39).

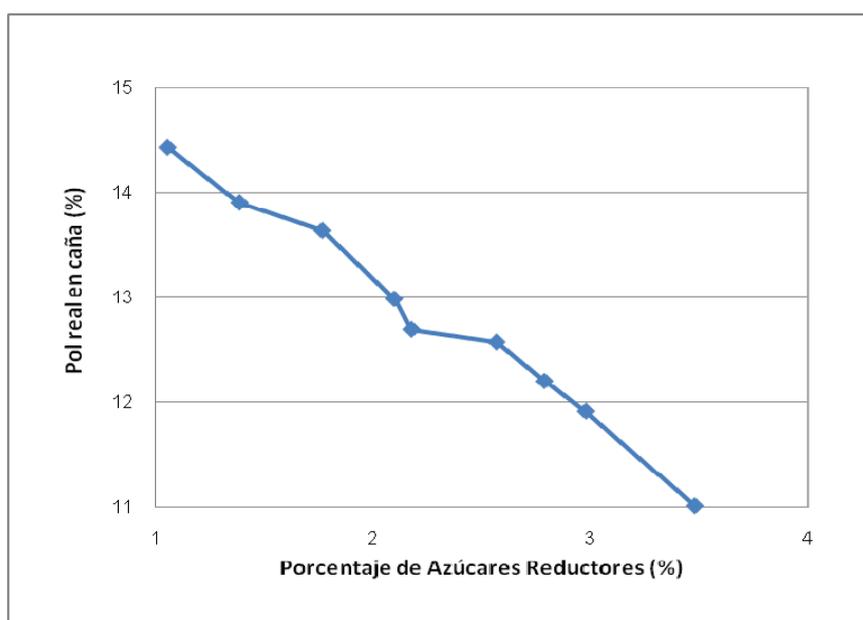


Figura 14. Porcentaje de azúcares reductores en función de la Pol real en caña

Se observa que a medida que aumenta el porcentaje de azúcares reductores la Pol real en caña disminuye, esto se debe a que las pérdidas de sacarosa que se producen por el deterioro de la caña luego de ser cortada; por esta razón, la caña debe ingresar a la fábrica y ser molida en el menor lapso de tiempo, con la finalidad de que disminuyan las pérdidas por inversión. (Chen, 1996)

3.4.2.2 Variedad de la caña

En la figura 15, se presenta el gráfico de los resultados obtenidos de la influencia de la variedad de caña y de Pol real en caña de las muestras analizadas en el Ingenio Azucarero del Norte (Anexo X, tabla 37).

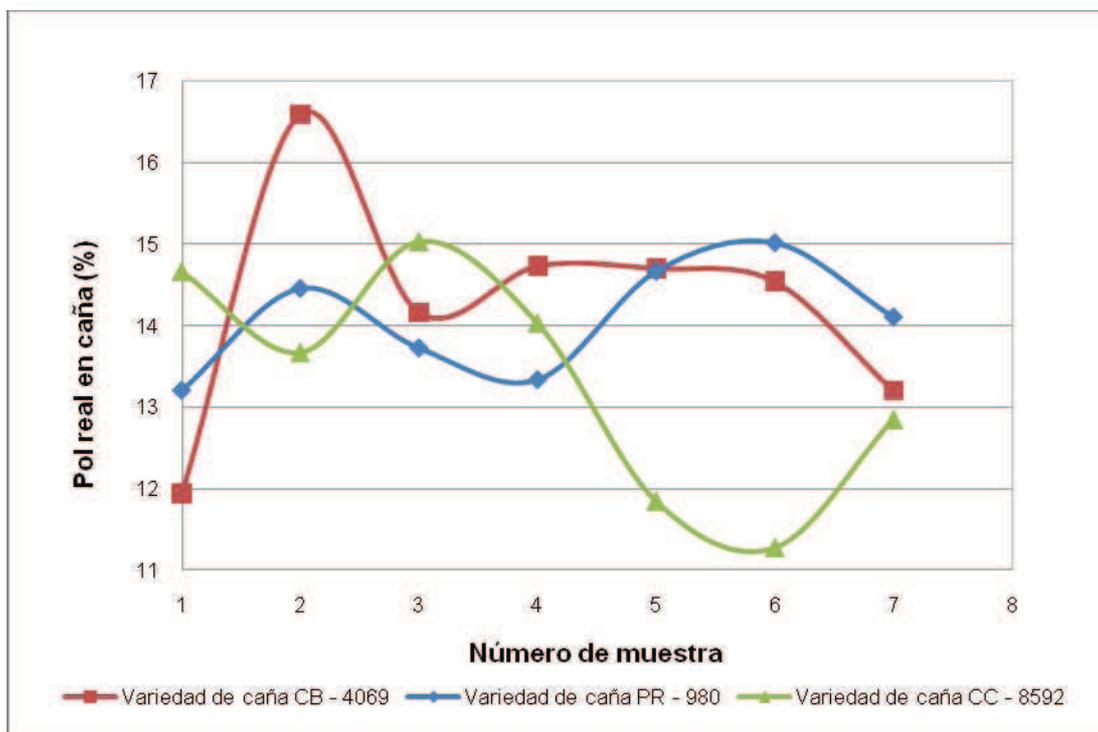


Figura 15. Porcentaje de Pol real en caña en función de la variedad de caña

Del análisis de la figura 15, se evidencia que en la Región del Valle del Chota, lugar donde se encuentra ubicado el Ingenio Azucarero del Norte, la mejor

variedad de caña es la PR-980, ya que el rango de Pol en caña varía entre 13 y 15. Se observa que las variedades de caña CB-4069 y CC-8592 presentan mayor variación de pol esto se debe a que la variedad de caña CB-4069 se quiebra con facilidad por tener un tallo mucho más grueso que las otras variedades, lo que facilita el ingreso de metamesios. (IANCEM, 1995)

La variedad PR-980, presenta menos variación de pol en caña esto se debe a que tiene mayor porcentaje de fibra lo que le hace más resistente a la infestación de plagas. (IANCEM, 1995)

3.4.2.3 Porcentaje de fibra en caña

La figura 16, es la representación gráfica de los resultados obtenidos de variedad de caña y del porcentaje de fibra en caña de las muestras analizadas en el Ingenio Azucarero del Norte (Anexo XI, tabla 38).

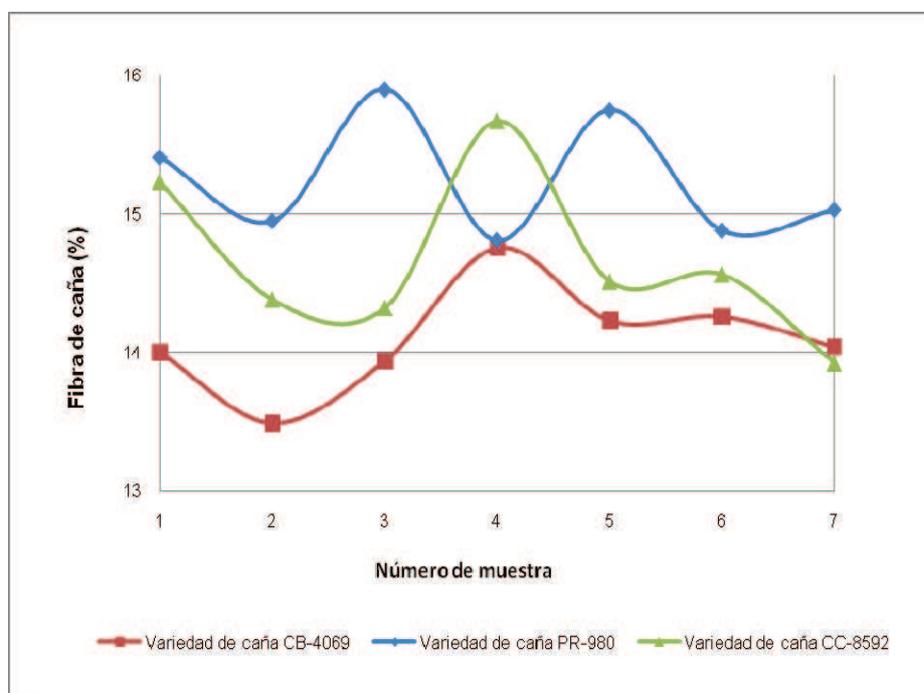


Figura 166. Porcentaje de fibra en caña de azúcar en función de variedades de caña que ingresan a IANCEM

Se observa que las variedades de caña CB-4069 y CC-8592 presenta un bajo contenido de fibra comparada con la PR-980.

3.4.2.4 Edad de la caña

En la figura 17, se muestra la representación gráfica de los resultados obtenidos de edad de caña de azúcar y de Pol en caña de las muestras analizadas en el Ingenio Azucarero del Norte (Anexo XIII, tabla 40).

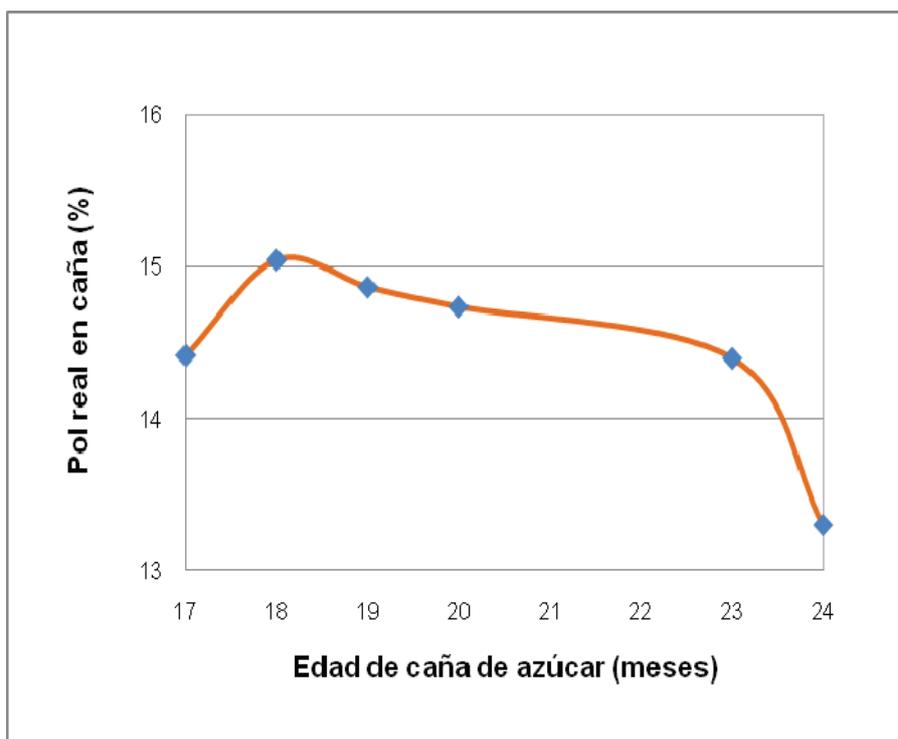


Figura 17. Pol real en caña de azúcar en función de la edad

Se observa que la edad óptima de cosecha de la caña de azúcar es de 18 meses, ya que, el porcentaje de Pol real en caña es el máximo a esa edad y conforme aumenta la edad disminuye la pol real en caña. Sin embargo, en la práctica real de cosecha no se da a los 18 meses debido a la sobreproducción de caña que existe en la zona del Valle del Chota, lugar donde se encuentra instalado el

Ingenio Azucarero del Norte; esto hace que el período de cultivo se prolongue y provoque el aumento del porcentaje de azúcares reductores y por consiguiente la disminución del contenido de sacarosa, factor que incide en la calidad de la caña de azúcar.

Los resultados que se presentan en la tabla 21, son el porcentaje de cumplimiento de los parámetros de calidad de la caña de azúcar que ingresa al Ingenio Azucarero del Norte Compañía de Economía Mixta (IANCEM). Estos resultados se obtuvieron a partir de los datos de la tabla 41 (Anexo XIV).

Tabla 21. Porcentaje de cumplimiento de calidad de la materia prima que ingresa al Ingenio Azucarero del Norte

PORCENTAJE DE CUMPLIMIENTO DE LA CAÑA DE AZÚCAR			
Parámetro	Pol en jugo (%)	Fibra en caña (%)	Pol real en caña (%)
Criterio			
Excelente	50,00	78,57	21,43
Buena	14,29		14,29
Regular	35,71		21,43
Mala	0	21,43	21,43
No conforme	0		21,43

En la tabla 21, se aprecia que el 50 % de la caña cumple que el porcentaje de jugo de caña es mayor a 18 %; el 78,57 % cumple con el porcentaje de fibra de caña aceptado; el 21,43 % de la caña que ingresa a IANCEM no cumple con el porcentaje de pol real en caña aceptada para el proceso de elaboración del azúcar.

Estos porcentajes de calidad representan entre un 10 y 15 % de los proveedores analizados, se estima que para finales del 2012, el Ingenio completará los análisis de pol en caña por el método de la prensa hidráulica para el resto de sus proveedores.

4 CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

4.1 CONCLUSIONES

- La incertidumbre expandida para el porcentaje de fibra en caña de azúcar es de 0,0182 g.
- La calibración del refractómetro Schmidt + Haensch fue de 99,88 % y para el polarímetro fue de 99,97 %.
- La precisión de repetibilidad de la lectura refractométrica, expresada como coeficientes de variación fue de: 0,170 % para muestras de 10 °Brix; 0,037 % para muestras de 20 °Brix y de 0,052 % para muestras de 30 °Brix.
- La precisión de repetibilidad de la lectura polarimétrica, expresada como coeficientes de variación fue de: 0,057 % para muestras de 25 °Z; 0,038 % para muestras de 50 °Z; 0,013 % para muestras de 75 °Z y 0,001 % para muestras de 100 °Z.
- La precisión de reproducibilidad de la lectura refractométrica, expresada como coeficientes de variación fue de: 0,175 % para muestras de 10 °Brix; 0,089 % para muestras de 20 °Brix y de 0,052 % para muestras de 30 °Brix.
- La precisión de reproducibilidad de la lectura polarimétrica, expresada como coeficientes de variación fue de: 0,061 % para muestras de 25 °Z; 0,038 % para muestras de 50 °Z; 0,027 % para muestras de 75 °Z y 0,001 % para muestras de 100 °Z.

- La incertidumbre de la determinación de la lectura refractométrica expresada como porcentaje de incertidumbre expandida fue de: 1,01 % para muestras de 10 °Brix; 0,52 % para muestras de 20 °Brix y de 0,37 % para muestras de 30 °Brix.
- La incertidumbre de la determinación de la lectura polarimétrica expresada como porcentaje de incertidumbre expandida fue de: 0,31 % para muestras de 25 °Z; 0,16 % para muestras de 50 °Z; 0,11 % para muestras de 75 °Z y de 0,08 % para muestras de 100 °Z.
- La función respuesta de la determinación de la lectura refractométrica fue lineal con ecuación:

$$\text{Lectura refractométrica } (^\circ\text{Brix}) = 0,9993 * \text{Concentración de sacarosa} + 0,0172$$
 y coeficiente de correlación $R^2 = 1$.
- La función respuesta de la determinación de la lectura refractométrica fue lineal con ecuación:

$$\text{Lectura polarimétrica } (^\circ\text{Z}) = 0,9998 * \text{Concentración de sacarosa} + 0,004$$
 y coeficiente de correlación $R^2 = 1$.
- La incertidumbre expandida de la determinación de pol en jugo de caña de azúcar fue de $1,13 \text{ gl}^{-1}$.
- La incertidumbre expandida de la determinación de la pureza en jugo de caña de azúcar fue de $1,58 \text{ gl}^{-1}$.
- La incertidumbre expandida de la determinación de la pol en caña de azúcar fue de $1,13 \text{ gl}^{-1}$.
- La edad óptima de cultivo de la caña de azúcar es de 18 meses.

- La mejor variedad de caña de azúcar que ingresa al Ingenio Azucarero del Norte fue la Puerto Rico (PR) 980 con un rango de Pol en caña entre 13 y 15 %.
- La caña de azúcar que ingresa al Ingenio Azucarero del Norte con menor porcentaje de fibra fue la variedad CB-4069.
- El 50 % de la caña cumple que el porcentaje de jugo de caña es mayor a 18 %; el 78,57 % cumple con el porcentaje de fibra de caña aceptado; el 21,43 % de la caña que ingresa a IANCEM no cumple con el porcentaje de pol real en caña aceptada para el proceso de elaboración del azúcar.

4.2 RECOMENDACIONES

- El primer paso en la validación de los métodos de ensayo debe ser la correcta selección y obtención de los materiales de referencia, reactivos certificados puesto que la adquisición de estos productos es costosa.
- Es importante tener en cuenta que los materiales de referencia que se utilizan para calibrar los equipos no deben estar caducados y deben presentar una alta sensibilidad.
- Se recomienda tener conciencia de la importancia de mantener el sistema de gestión de calidad; ya que la inversión que realiza la en capacitación del personal es cuantiosa, además que ayuda a las Empresas a la mejora continua de sus procesos.
- Es importante para la validación de métodos analíticos hacer una revisión exhaustiva de la información que posee un laboratorio, puesto que es una fuente que provee los indicios acerca del comportamiento de los equipos y de los métodos de análisis.

BIBLIOGRAFÍA

1. Álvarez, M. y Cabanillas, M., 1989, “Manual de laboratorio para la industria azucarera”, Editorial TENICAÑA, Cali, Colombia, 25, 39 – 45.
2. Álvarez, S., 2006, “Procedimientos PG/SERT/07 – Validación de Métodos Analíticos”, 1ra. edición, Ecuador.
3. Chen, J., 1996, “Manual del azúcar de caña”, 1ra. edición, LIMUSA, México, pp. 73 – 76, 1061 – 1068.
4. CINCAE, 2000, “Publicación técnica No. 6”, http://www.dupocsa.com/content/cana_azucar.php, (Diciembre, 2009)
5. CONSECAN-SP, 2006, “Manual de Instruções, 5ta. edición, Editorial Piracicaba SP, pp. 73 – 91.
6. EURACHEM y CITAC, 2000, “Guide CG 4 – Quantifying uncertainty in analytical measurement”, 2da. edición, Reino Unido – Suiza.
7. EURACHEM, 1998, “The fitness for purpose of analytical methods a laboratory guide to method validation and related topics”, 1ra. edición, Reino Unido.
8. Fernández, A., 2003, “Cálculos na Agroindustria da Cana-de-açúcar”, 2da. edición, STAB, Brasil, 43 - 69.
9. GRUPO CORPORATIVO SANTANA, 2010, “El proceso de fabricación del azúcar” <http://www.santaana.com.gt/b.htm>, (Marzo, 2010)
10. IANCIEM, “Instructivos de Trabajo Laboratorio de Control de Calidad”.

11. IANCEM, 2008, "Registro magnético de laboratorio de campo de análisis de caña de azúcar por canteros que ingresan al Ingenio Azucarero del Norte".
12. INEN, 2006, "Norma Técnica Ecuatoriana NTE INEN – ISO/IEC 17025:2006 – Requisitos generales para la competencia de laboratorios de calibración y ensayo", 1ra. edición, Ecuador.
13. INGENIO SAN CARLOS, 2005, "Proceso de elaboración del azúcar", http://www.sancarlos.com.ec/pdf/proceso_azucar.pdf, (Diciembre, 2009)
14. Manual de instrucciones de la Prensa Hidráulica HIDRASEME PHS 250.
15. Merino, L., 2000, "Estudio de Validación de Métodos Analíticos", Livsmedels, Verket, Administración Sueca de la Alimentación. Departamento de Investigación y Desarrollo.
16. Merino, L., 2004, "Una guía práctica para laboratorios químicos), Swedsh National Food Administration Research & Developmen Departament.
17. Organismo de Acreditación Ecuatoriano (OAE), 2005, "Guía para la expresión de la incertidumbre de medida en las calibraciones", Ecuador.
18. Organismo de Acreditación Ecuatoriano (OAE), 2006, "Criterios generales para la acreditación de laboratorios de ensayos y calibración según NTE INEN – ISO/IEC 17025: 2005", 3ra. edición, Ecuador.
19. Rein, P., 2006, "Cane Sugar Engineering", 1ra. edición, Bartens, Berlin, 43 – 55.
20. SICA-MAG, 2000, "Censo agropecuario del 2000", <http://www.sica.gov.ec/cadenas/azucar/index.html>, (Diciembre, 2009)

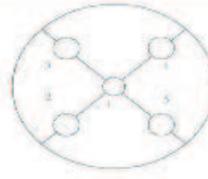
21. South African Sugar Technologists Association, 1985, "Laboratory manual for South African sugar factories including the official methods", 3ra. edición, Editorial Interpak Natal, Pietermaritzburg, South African, p. 256.

22. Sturion, A.C., 1991, "El uso de la sonda mecánica horizontal y del método de la prensa hidráulica en la evaluación de la calidad de la caña de azúcar", STAB (Brasil) v.10 no.2, p.21-22,24-25.

ANEXOS

Anexo I

Certificado de calibración de la balanza

CERTIFICADO DE CALIBRACIÓN																																																															
	Av. Juan Lanza Marengo Km 1,2 - Edificio Profesional Center oficina 405 Tel: 04-2107275, 04-2107255 Mail: elicrom@elicrom.com Web: www.elicrom.com CERTIFICADO NÚMERO CC-5044-09																																																														
IDENTIFICACION DEL CLIENTE																																																															
EMPRESA:	INGENIO AZUCARERO DEL NORTE																																																														
DIRECCIÓN:	PARAMERICANA NOROCCIDENTAL KM 25 VIA TULIZAN																																																														
TELÉFONO:	062648310																																																														
IDENTIFICACION DEL EQUIPO																																																															
EQUIPO:	BALANZA DE PRECISION	UNIDAD DE MEDIDA:	g																																																												
MARCA:	TECHNAL	RESOLUCION (d):	0,01																																																												
MODELO:	MARK-100	VALOR DE VERIFICACION (e):	0,1																																																												
SERIE:	00-07751	CAPACIDAD MAXIMA:	0,00																																																												
CÓDIGO:	NO ESPECIFICA	CAPACIDAD MINIMA (OML):	0,2																																																												
CLASE DE EXACTITUD (OIML):	2 - ALTA	CONDICION: NUEVA(I) / EN USO(II)	2																																																												
LUGAR DE CALIBRACION:	LABORATORIO DE CALIBRACION																																																														
PATRON/EQUIPO(S) UTILIZADO(S)																																																															
CÓDIGO	NOMBRE	MARCA	CLASE	SERIE	FECHA CAL.	FECHA PROX. CAL.																																																									
04_FT005	JUBAJO DE PERNAS CLASE F1	KERN	1g - 2Kg	08806632	26-may-09	may-10																																																									
04_FT004	DATUMOCOR	ATAJMI	0S192111	804100001487321	oct-09	abr-10																																																									
CALIBRACION																																																															
Las mediciones son trazables a Patrones Nacionales, pesas certificadas INEN, ó Internacionales, pesas certificadas con acreditación DKD-K-11801																																																															
PROCEDIMIENTO: EN 2134																																																															
1.- REPETIBILIDAD			2.- EXCENTRICIDAD																																																												
<table border="1" style="width: 100%;"> <tr><td> nominal (g)</td><td colspan="2">2,00</td></tr> <tr><td>No. 1</td><td>1,999,98</td><td></td></tr> <tr><td>No. 2</td><td>1,999,99</td><td></td></tr> <tr><td>No. 3</td><td>1,999,99</td><td></td></tr> <tr><td>No. 4</td><td>1,999,99</td><td></td></tr> <tr><td>No. 5</td><td>1,999,98</td><td></td></tr> <tr><td>No. 6</td><td>1,999,98</td><td></td></tr> <tr><td>DR. Max.</td><td>0,01</td><td></td></tr> <tr><td>comp. *</td><td>0,20</td><td></td></tr> <tr><td>cumple?</td><td colspan="2">cumple</td></tr> </table>			nominal (g)	2,00		No. 1	1,999,98		No. 2	1,999,99		No. 3	1,999,99		No. 4	1,999,99		No. 5	1,999,98		No. 6	1,999,98		DR. Max.	0,01		comp. *	0,20		cumple?	cumple		<table border="1" style="width: 100%;"> <tr><td> posición</td><td> carga (g)</td><td></td></tr> <tr><td>No. 1</td><td>999,98</td><td></td></tr> <tr><td>No. 2</td><td>999,99</td><td></td></tr> <tr><td>No. 3</td><td>999,98</td><td></td></tr> <tr><td>No. 4</td><td>999,99</td><td></td></tr> <tr><td>No. 5</td><td>999,99</td><td></td></tr> <tr><td>DR. Max.</td><td>0,01</td><td></td></tr> <tr><td>comp. *</td><td>0,20</td><td></td></tr> <tr><td>cumple?</td><td colspan="2">cumple</td></tr> </table>				posición	carga (g)		No. 1	999,98		No. 2	999,99		No. 3	999,98		No. 4	999,99		No. 5	999,99		DR. Max.	0,01		comp. *	0,20		cumple?	cumple	
nominal (g)	2,00																																																														
No. 1	1,999,98																																																														
No. 2	1,999,99																																																														
No. 3	1,999,99																																																														
No. 4	1,999,99																																																														
No. 5	1,999,98																																																														
No. 6	1,999,98																																																														
DR. Max.	0,01																																																														
comp. *	0,20																																																														
cumple?	cumple																																																														
posición	carga (g)																																																														
No. 1	999,98																																																														
No. 2	999,99																																																														
No. 3	999,98																																																														
No. 4	999,99																																																														
No. 5	999,99																																																														
DR. Max.	0,01																																																														
comp. *	0,20																																																														
cumple?	cumple																																																														
																																																															
3.- ERROR																																																															
nominal de masa (g)	20	50	100	150	200	500	1000	2000	3000	5000																																																					
lectura balanceo	20,00	50,00	100,00	150,00	199,99	499,99	999,99	2000,00	3000,01	3500,01																																																					
error (g)	0,00	0,00	0,00	0,00	0,01	0,01	0,01	0,00	0,01	0,01																																																					
comp. *	0,10	0,10	0,10	0,10	0,10	0,10	0,20	0,20	0,30	0,30																																																					
cumple?	cumple		cumple		cumple		cumple		cumple																																																						
4.- CONDICIONES AMBIENTALES			5.- INCERTIDUMBRES																																																												
Humedad	Minimo	Maximo	DISTRIBUCION DE LA INCERTIDUMBRE (K=2)		Distribucion de Probabilidad		Coef. de Similitud.	Inc. Tipo	Incertidumbre (g)																																																						
temperatura	27,75	30,00	Patrón de referencia		normal	1	0,0055	0,0055	Repetibilidad de la balanza																																																						
			Dato del patron		rectangular	1	0,00004	0,0000	Resolución balanza																																																						
			Resolución balanza		rectangular	1	0,0029	0,0029	INCERTIDUMBRE COMBINADA																																																						
									INCERTIDUMBRE EXPANDIDA																																																						
									Excentricidad																																																						
									rectangular																																																						
									1																																																						
									0,0067																																																						
									0,0067																																																						
DECLARACION DE CONFORMIDAD																																																															
La balanza cumple los requisitos 3.6.1 (repetibilidad), 3.6.2 (excentricidad) y 3.5 (error) de la NTE INEN 2134:2009																																																															
OBSERVACIONES																																																															
* e in p - Error máximo permitido por la NTE INEN 2134:2009																																																															
El estado de la incertidumbre es pendida al realizar en base a la guía GUM 082:2008, multiplicando la incertidumbre típica por el factor de cobertura (k=2,05), que para una distribución de Leidenstein con (ν=36) grados de libertad corresponde a una probabilidad de cobertura de aproximadamente el 99%. La incertidumbre típica de medición se ha determinado conforme al documento EN 402.																																																															
Este certificado no podrá reproducirse excepto en su totalidad sin la aprobación escrita del laboratorio Elicrom Calibración																																																															
El presente certificado se refiere solamente al equipo analizado en el momento del ensayo																																																															
CALIBRACION REALIZADA POR: Parque Toca																																																															
FECHA:			22 de Diciembre de 2009			FECHA PROXIMA:																																																									
Realizado por:						RESPUESTA DE:																																																									
Eng. Roberto Pineda						Eng. Roberto Guzmán																																																									
GERENTE TECNICO						RESPONSABLE CLIENTE																																																									

Anexo II
Certificado de solución de sacarosa



www.cargille.com

GARGILLE LABORATORIES

55 Commerce Road • Cedar Grove, New Jersey • 07009-1289 USA
Phone: 973-239-6633 Fax: 973-239-6096 Email: cargillelabs@aol.com
www.cargille.com

December 22, 2008

Elitrom Cia Ltda.
Av. Juan Tanco Marengo KM 1.2
Edif. Professional Ctr. Of. 409
Guayaquil,
ECUADOR

REF: Purchase Order # OC-067-08 dated November 30, 2008 for Cargille Laser Liquid
Code S1058

2 X 4 fl. oz. (pkgd. 8 X 1 fl. oz.) $n_D = 1.42007 \pm 0.0001 @ 20.0^\circ\text{C}$ Lot # 072284
By Your Reference: ICUMSA (1974) BRIX at $20.0^\circ\text{C} = 49.9919 \pm 0.048$

LETTER OF CERTIFICATION

Cargille Laser Liquids, $n_D = 1.290 - 1.630$ are manufactured and calibrated using instruments whose accuracy is verified by daily comparison to N.I.S.T. (N.B.S.) traceable standards. N.I.S.T. standards are based on angle measurements using a Wild divided circle spectrometer.

SHELF LIFE

Shelf life is 5 years for an unopened bottle, stored at room temperature and shielded from light. Once opened, shelf life is approximately half of that of an unopened bottle.

Very truly yours,

William J. Sachser
Director of Technical Services

WJS/s/v

Anexo III

Certificado de celda de cuarzo No. 4342

SCHMIDT+HAENSCH

Waldstraße 80/81 · 13403 Berlin
 ☎ (030) 41 70 72-0 · 📠 (030) 41 70 72-99
 ✉ sales@schmidt-haensch.de
 🌐 www.schmidt-haensch.de



ZERTIFIKAT
 für
 Quarzkontrollplatte Nr. 4342

Diese Quarzkontrollplatte ist in unserem Labor gemessen und geprüft worden. Die Messergebnisse wurden mit Hilfe zweier **PTB-zertifizierter Quarzplatten** erstellt. Die **Nachweisbarkeit der Qualität** ist durch diese beiden Platten garantiert:

Quarzkontrollplatten:	IP853	IP854
Referenznummer:	PTB 4.21-4015483	PTB 4.21-4015483
Zertifiziert am:	12. November 2004	15. November 2004

Der Prüfling ist eine **Einfachquarzplatte** und ist **rechts** drehend.

Die optische Drehung dieser Platte beträgt für Licht der Wellenlänge $\lambda = 546,2271$ nm

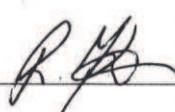
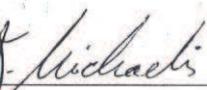
$$\alpha = \underline{38.645^\circ} \pm 0.005^\circ$$

Gemäss der seit 1998 von der ICUMSA (International Commission for Uniform Methods of Sugar Analysis) anerkannten Beziehung zwischen dem 100°Z-Punkt der Saccharimeterskala und der Drehung der Normalzuckerlösung und mit Hilfe der Formel für die Rotationsdispersion von kristallinem Quarz wurden folgende Werte berechnet:

für die Wellenlänge	ein Zuckerwert		
$\lambda = 546,2271$ nm	z =	<u>94.77°Z</u> ± 0.015°Z	
für die Wellenlänge	ein Zuckerwert		ein Drehwert
$\lambda = 589,44$ nm	z =	<u>94.95°Z</u> ± 0.015°Z	$\alpha = \underline{32.88^\circ} \pm 0.005^\circ$
für die Wellenlänge	ein Zuckerwert		ein Drehwert
$\lambda = 587$ nm	z =	<u>94.94°Z</u> ± 0.015°Z	$\alpha = \underline{33.17^\circ} \pm 0.005^\circ$
für die Wellenlänge	ein Zuckerwert		ein Drehwert
$\lambda = 882,6$ nm	z =	<u>95.12°Z</u> ± 0.015°Z	$\alpha = \underline{14.11^\circ} \pm 0.005^\circ$

Die Werte gelten für 20°C.

Berlin, 25. April 2007

Anexo IV

Certificado de celda de cuarzo No. 4333

SCHMIDT+HAENSCH

Waldstraße 80/81 · 13403 Berlin
 ☎ (030) 41 70 72-0 · 📠 (030) 41 70 72-99
 ✉ sales@schmidt-haensch.de
 🌐 www.schmidt-haensch.de



ZERTIFIKAT
 für
 Quarzkontrollplatte Nr. 4333

Diese Quarzkontrollplatte ist in unserem Labor gemessen und geprüft worden. Die Messergebnisse wurden mit Hilfe zweier *PTB-zertifizierter Quarzplatten* erstellt. Die *Nachweisbarkeit der Qualität* ist durch diese beiden Platten garantiert:

Quarzkontrollplatten:	IP853	IP854
Referenznummer:	PTB 4.21-4015483	PTB 4.21-4015483
Zertifiziert am:	12. November 2004	15. November 2004

Der Prüfling ist eine **Einfachquarzplatte** und ist **rechts** drehend.

Die optische Drehung dieser Platte beträgt für Licht der Wellenlänge $\lambda = 546,2271 \text{ nm}$

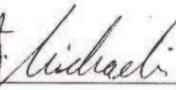
$$\alpha = \underline{10.180^\circ} \pm 0.005^\circ$$

Gemäss der seit 1998 von der ICUMSA (International Commission for Uniform Methods of Sugar Analysis) anerkannten Beziehung zwischen dem 100°Z-Punkt der Saccharimeterskala und der Drehung der Normalzuckerlösung und mit Hilfe der Formel für die Rotationsdispersion von kristallinem Quarz wurden folgende Werte berechnet:

für die Wellenlänge	ein Zuckerwert		
$\lambda = 546,2271 \text{ nm}$	$z = \underline{24.97^\circ Z} \pm 0.015^\circ Z$		
für die Wellenlänge	ein Zuckerwert	ein Drehwert	
$\lambda = 589,44 \text{ nm}$	$z = \underline{25.01^\circ Z} \pm 0.015^\circ Z$	$\alpha = \underline{8.66^\circ} \pm 0.005^\circ$	
für die Wellenlänge	ein Zuckerwert	ein Drehwert	
$\lambda = 587 \text{ nm}$	$z = \underline{25.01^\circ Z} \pm 0.015^\circ Z$	$\alpha = \underline{8.74^\circ} \pm 0.005^\circ$	
für die Wellenlänge	ein Zuckerwert	ein Drehwert	
$\lambda = 882,6 \text{ nm}$	$z = \underline{25.06^\circ Z} \pm 0.015^\circ Z$	$\alpha = \underline{3.72^\circ} \pm 0.005^\circ$	

Die Werte gelten für 20°C.

Berlin, 22. September 2006

 
 LABORATORY-TEST-LABORATORY
 eloptron
 Prüflabor
 SCHMIDT + HAENSCH

Anexo V
**Datos y tratamiento estadístico de las muestras analizadas para
determinar la precisión de la lectura refractométrica**

Tabla 22. Lecturas de las soluciones estándares preparadas para determinar la precisión de la lectura refractométrica

Solución estándar	No. Medición	Día		
		1	2	3
0 °Brix	1	0,01	0,01	0
	2	0,01	0,01	0
	3	0,01	0	0
10 °Brix	1	10,05	10,03	10,03
	2	10,03	10,05	10,01
	3	10,01	10,02	10
20 °Brix	1	20,02	19,98	20
	2	20	19,97	19,99
	3	20,01	19,98	20
30 °Brix	1	30	29,98	30,02
	2	30,01	30,01	29,98
	3	30	29,98	30

En la tabla 23, se presenta el error y porcentaje de error encontrados en la medición de las lecturas de las soluciones estándares.

Tabla 23. Valores del error, porcentaje de error encontrados en las lecturas refractométricas para cada solución estándar

Solución estándar (°Brix)	Lectura refractométrica del equipo (°Brix)	Error	Porcentaje de Error (%)
10	10,05	0,05	0,50
	10,03	0,03	0,30
	10,01	0,01	0,10
	10,03	0,03	0,30
	10,05	0,05	0,50
	10,02	0,02	0,20
	10,03	0,03	0,30
	10,01	0,01	0,10
Promedio	10,03	0,03	0,26
20	20,02	0,02	0,10
	20	0	0,00
	20,01	0,01	0,05
	19,98	0,02	0,10
	19,97	0,03	0,15
	19,98	0,02	0,10
	20	0	0,00
	19,99	0,01	0,05
Promedio	19,99	0,01	0,06
30	30	0	0,00
	30,01	0,01	0,03
	30	0	0,00
	29,98	0,02	0,07
	30,01	0,01	0,03
	29,98	0,02	0,07
	30,02	0,02	0,07
	29,98	0,02	0,07
Promedio	30,00	0,01	0,04

A los datos presentados en la tabla 22, se realizó el tratamiento estadístico mediante del programa ANOVAS, tal como se describió en el ítem 2.3.1.2 de este documento. Obteniéndose para cada solución estándar los grados de libertad, sumas de diferencias cuadráticas y diferencias cuadráticas medias para entre grupos, dentro de grupo y total, valores que se presentan en la tabla 24.

Tabla 24. Resultados del análisis de ANOVA de las soluciones estándares para determinar la precisión de la lectura refractométrica

Solución estándar	Origen de la Varianza	Grados de libertad	Suma de diferencias cuadráticas (SDC)	Diferencias cuadráticas medias (DCM)
10°Brix	Entre grupos	2	6,9E-04	3,4E-04
	Dentro del Grupo	6	1,7E-03	2,9E-04
	Total	8	2,4E-03	3,0E-04
20°Brix	Entre grupos	2	1,7E-03	8,4E-04
	Dentro del Grupo	6	3,3E-04	5,6E-05
	Total	8	2,0E-03	2,5E-04
30°Brix	Entre grupos	2	2,9E-04	1,4E-04
	Dentro del Grupo	6	1,5E-03	2,4E-04
	Total	8	1,76E-03	2,2E-04

Anexo VI
Datos y tratamiento estadístico de las muestras analizadas para
determinar la precisión de la lectura polarimétrica

Tabla 25. Lecturas de las soluciones estándares preparadas para determinar la precisión de la lectura polarimétrica

Solución estándar	No. Medición	Día		
		1	2	3
0 °Z	1	0	0,01	0,01
	2	0,01	0,01	0,01
	3	0	0	0
25 °Z	1	24,98	25	24,98
	2	25,01	24,98	24,99
	3	25	24,98	25
50 °Z	1	50,02	49,98	50
	2	50	49,99	49,99
	3	49,96	49,98	49,98
75 °Z	1	74,96	74,98	75,01
	2	74,97	74,99	74,99
	3	74,97	75	75,01
100 °Z	1	99,99	99,98	100
	2	99,97	99,99	99,96
	3	99,97	99,98	99,98

En la tabla 26, se presenta el error y porcentaje de error encontrados en la medición de las lecturas de las soluciones estándares.

Tabla 26. Valores del error, porcentaje de error encontrados en las lecturas polarimétricas para cada solución estándar

Solución estándar (°Brix)	Lectura polarimétrica del equipo (°Z)	Error	Porcentaje de Error (%)
25	24,98	0,02	0,08
	25,01	0,01	0,04
	25	0	0,00
	25	0	0,00
	24,98	0,02	0,08
	24,98	0,02	0,08
	24,98	0,02	0,08
	24,99	0,01	0,04
24,96	0,04	0,16	
Promedio	24,99	0,02	0,06
50	50,02	0,02	0,04
	50	0	0,00
	49,96	0,04	0,08
	49,98	0,02	0,04
	49,99	0,01	0,02
	49,98	0,02	0,04
	50	0	0,00
	49,99	0,01	0,02
49,98	0,02	0,04	
Promedio	49,99	0,02	0,03
75	74,96	0,04	0,05
	74,97	0,03	0,04
	74,97	0,03	0,04
	74,98	0,02	0,03
	74,99	0,01	0,01
	75	0	0,00
	75,01	0,01	0,01
	74,99	0,01	0,01
75,01	0,01	0,01	
Promedio	74,99	0,02	0,02
100	99,99	0,01	0,01
	99,97	0,03	0,03
	99,97	0,03	0,03
	99,98	0,02	0,02
	99,99	0,01	0,01
	99,98	0,02	0,02
	100	0	0,00
	99,96	0,04	0,04
99,98	0,02	0,02	
Promedio	99,98	0,02	0,02

A los datos presentados en la tabla 25, se realizó el tratamiento estadístico mediante del programa ANOVAS, tal como se describió en el ítem 2.3.1.2 de este documento. Obteniéndose para cada solución estándar los grados de libertad, sumas de diferencias cuadráticas y diferencias cuadráticas medias para entre grupos, dentro de grupo y total, resultados que se presentan en la tabla 27.

Tabla 27. Resultados del análisis de ANOVA de las soluciones estándares para determinar la precisión de la lectura polarimétrica

Solución estándar	Origen de la Varianza	Grados de libertad	Suma de diferencias cuadráticas (SDC)	Diferencias cuadráticas medias (DCM)
25°Z	Entre grupos	2	6,0E-04	3,0E-04
	Dentro del Grupo	6	1,2E-03	2,0E-04
	Total	8	1,8E-03	2,3E-04
50°Z	Entre grupos	2	1,6E-04	7,8E-05
	Dentro del Grupo	6	2,1E-03	3,6E-04
	Total	8	2,3E-03	2,9E-04
75°Z	Entre grupos	2	2,1E-03	1,0E-03
	Dentro del Grupo	6	5,3E-04	8,9E-05
	Total	8	2,60E-03	3,3E-04
100°Z	Entre grupos	2	6,7E-05	3,3E-05
	Dentro del Grupo	6	1,1E-03	1,9E-04
	Total	8	1,20E-03	1,5E-04

Anexo VII

Cálculo de la incertidumbre de preparación de la solución estándar de calibración de sacarosa

Tabla 28. Datos para la preparación de la solución de sacarosa de 100 g^l⁻¹ (10 °Brix)

Peso del balón	100 ml
Resolución de la Balanza	0,01 g
Pureza	0,9999 ± 0,0001
Masa (peso por tara)	10,01 g
Volumen del matraz aforado	100 ± 0,1 ml a 20 °C

1. Fuentes de Incertidumbre:

Pureza = valor proporcionado por el fabricante

Masa = peso de la tara certificado de calibración.

Volumen = declarado por el fabricante Incertidumbre o desviación estándar.

1.1 Cálculo de las Incertidumbres de las diferentes fuentes:

1.1.1 Incertidumbre de la Pureza

$$u_p = \frac{0,0001}{\sqrt{3}} \quad [33]$$

$$u_p = 5,78E - 05$$

1.1.2 Incertidumbre de la Masa

$$\mu_b = 0,05 \text{ g}$$

1.1.3 Incertidumbre del Volumen

1.1.3.1 Incertidumbre de la Repetibilidad

$$u_R = 0,02 \text{ ml}$$

1.1.3.2 Incertidumbre del certificado de calibración del balón

$$u_b = \frac{0,1}{\sqrt{3}} \quad [34]$$

$$u_b = 0,058 \text{ ml}$$

1.1.3.3 Incertidumbre de la temperatura sobre el balón

$$u_T = \frac{V * \Delta T * \alpha}{\sqrt{3}}$$

$$u_T = \frac{100 * 4 * 2,1E - 4}{\sqrt{3}} \quad [35]$$

$$u_T = 0,048 \text{ ml}$$

1.1.3.4 Incertidumbre Combinada del Volumen

$$u_{VC} = \sqrt{u_R^2 + u_b^2 + u_T^2}$$

$$u_{VC} = \sqrt{0.02^2 + 0.058^2 + 0.048^2} \quad [36]$$

$$u_{VC} = 0,078$$

1.1.4 Cálculo de la Incertidumbre debida a la preparación de la solución estándar de 10 °Brix

$$C_{Sacarosa} (g l^{-1}) = \frac{m * P}{V} \quad [31]$$

1.1.4.1 Cálculo de A

$$\left(\frac{\partial C}{\partial P} \right) = \left(\frac{m}{V} \right) = A \quad [32]$$

$$A = \frac{10,01g}{0,1l}$$

$$A = 100,1 (g l^{-1})$$

1.1.4.2 Cálculo de B

$$\left(\frac{\partial C}{\partial m} \right) = \left(\frac{P}{V} \right) = B \quad [33]$$

$$B = \left(\frac{0,9999}{0,1 \text{ l}} \right)$$

$$B = 9,99 \text{ (l}^{-1}\text{)}$$

1.1.4.3 Cálculo de C

$$\left(\frac{\partial C}{\partial V} \right) = - \left(\frac{m * P}{V^2} \right) = C \quad [34]$$

$$C = - \left(\frac{10,01 \text{ g} * 0,9999}{(0,1 \text{ l})^2} \right)$$

$$C = -1000,9 \text{ (gl}^{-2}\text{)}$$

1.1.4.4 Cálculo de la incertidumbre combinada de la preparación de la solución estándar

$$u_c^2 = A^2 u_p^2 + B^2 u_m^2 + C^2 u_v^2 \quad [36]$$

$$u_c = \sqrt{(100,1 \text{ gl}^{-1})^2 (5,8E - 05)^2 + (9,999 \text{ l}^{-1})^2 (0,05 \text{ g})^2 + (-1000,9 \text{ gl}^{-2})^2 (7,79E - 05 \text{ l})^2}$$

$$u_c = 0,506 \text{ (gl}^{-1}\text{)}$$

1.1.4.5 Cálculo de la desviación estándar de repetibilidad

$$s_r = \sqrt{DCM_w} \quad [27]$$

$$s_r = \sqrt{2,9E - 04}$$

$$s_r = 0,017$$

1.1.4.6 Cálculo de la desviación estándar de las lecturas

$$s_L^2 = \frac{DCM_B - DCM_w}{p} \quad [28]$$

$$s_L^2 = \frac{3,4E - 04 - 2,9E - 04}{3}$$

$$s_L^2 = 1,8E - 05$$

1.1.4.7 Cálculo de la desviación estándar de reproducibilidad

$$s_R = \sqrt{s_r^2 + s_L^2} \quad [29]$$

$$s_R = \sqrt{0,017^2 + (1,8E - 05)^2}$$

$$s_R = 0,017$$

1.1.4.8 Cálculo de la incertidumbre combinada de la lectura refractométrica

$$u_{c.L.refract} = \sqrt{u_{repet}^2 + u_{reprod}^2 + u_{MR}^2} \quad [37]$$

$$u_{L.refract} = \sqrt{(0,017)^2 + (0,018)^2 + (0,506)^2}$$

$$u_{L.refract} = 0,507 \text{ (gl}^{-1}\text{)}$$

1.1.4.9 Cálculo de la incertidumbre expandida de la lectura refractométrica

$$U \text{ expandida} = K(u_{L.refract}) \quad [38]$$

$$U \text{ expandida} = 2(0,507 \text{ (gl}^{-1}\text{)})$$

$$U \text{ expandida} = 1,01 \text{ (gl}^{-1}\text{)}$$

1.1.4.10 Cálculo del porcentaje de incertidumbre expandida de la lectura refractométrica

$$\% U \text{ expandida} = \frac{U \text{ expandida}}{\text{Concentración de Sacarosa (gl}^{-1}\text{)}} * 100$$

$$\% U \text{ expandida} = \frac{1,01}{100,09} * 100$$

$$\% U \text{ expandida} = 1,01$$

1.1.4.11 Cálculo de la incertidumbre del uso de la lectura refractométrica

$$U_{uso} = U \text{ expandida} + \text{Correcciones no realizadas} \quad [39]$$

$$U_{uso} = 1,01 \text{ (gl}^{-1}\text{)} + 0,03 \text{ (gl}^{-1}\text{)}$$

$$U_{uso} = 1,04 \text{ (gl}^{-1}\text{)}$$

1.1.4.12 Cálculo del porcentaje de incertidumbre uso de la lectura refractométrica

$$\% U_{uso} = \frac{U_{uso}}{\text{Concentración de Sacarosa (gl}^{-1}\text{)}} * 100$$

$$\% U_{uso} = \frac{1,04}{100,09} * 100$$

$$\% U_{uso} = 1,04$$

Anexo VIII
**Incertidumbre: de preparación de soluciones, de reproducibilidad,
 repetibilidad e incertidumbre combinada de la lectura refractométrica**

Tabla 29. Incertidumbre debida a la preparación de soluciones estándares

Concentración de las soluciones estándares (g l ⁻¹)	Incertidumbre debida a la preparación de soluciones
100,09	0,51
199,98	0,52
300,27	0,55

Tabla 30. Incertidumbre debida a la repetibilidad

Concentración de las soluciones estándares (g l ⁻¹)	Incertidumbre debida a la repetibilidad (s _r)
100,09	0,017
199,98	0,007
300,27	0,016

Tabla 31. Incertidumbre debida a la reproducibilidad

Concentración de las soluciones estándares (g l ⁻¹)	Incertidumbre debida a la reproducibilidad (s _R)
100,09	0,018
199,98	0,018
300,27	0,015

Tabla 32. Incertidumbre combinada de la lectura refractométrica

Concentración de las soluciones estándares (g^l)	Incertidumbre combinada de la lectura refractométrica ($u_{c \text{ Lectura refractométrica}}$)
100,09	0,507
199,98	0,524
300,27	0,553

Anexo IX
Incertidumbre: debida a la preparación de las soluciones estándares, de reproducibilidad, de repetibilidad e incertidumbre combinada de la lectura polarimétrica

Tabla 33. Incertidumbre debida a la preparación de soluciones estándares

Concentración de las soluciones estándares (g l^{-1})	Incertidumbre debida a la preparación de soluciones
65,29	0,10
130,41	0,10
195,48	0,11
260,39	0,11

Tabla 34. Incertidumbre debida a la repetibilidad

Concentración de las soluciones estándares (g l^{-1})	Incertidumbre debida a la repetibilidad (s_r)
65,29	0,014
130,41	0,019
195,48	0,009
260,39	0,001

Tabla 35. Incertidumbre debida a la reproducibilidad

Concentración de las soluciones estándares (g l^{-1})	Incertidumbre debida a la reproducibilidad (s_R)
65,29	0,015
130,41	0,019
195,48	0,020
260,39	0,001

Tabla 36. Incertidumbre combinada de la lectura polarimétrica

Concentración de las soluciones estándares (g l⁻¹)	Incertidumbre combinada de la lectura polarimétrica ($u_{c \text{ Lectura polarimétrica}}$)
65,29	0,10
130,41	0,11
195,48	0,11
260,39	0,11

Anexo X
Datos de las muestras analizadas de caña de azúcar clasificadas según
variedad de caña y pol real en caña

Tabla 37. Datos experimentales utilizados en la construcción del gráfico variedad de caña y Pol real en caña

Número de muestra	Variedad de caña	Pol real en caña (%)
1	CB-4069	11,94
2	CB-4069	16,59
3	CB-4069	14,16
4	CB-4069	14,73
5	CB-4069	14,70
6	CB-4069	14,54
7	CB-4069	13,20
1	PR-980	14,45
2	PR-980	13,72
3	PR-980	13,33
4	PR-980	14,66
5	PR-980	15,01
6	PR-980	14,10
7	PR-980	14,51
1	CC-8592	14,66
2	CC-8592	13,67
3	CC-8592	15,03
4	CC-8592	14,03
5	CC-8592	11,85
6	CC-8592	11,28
7	CC-8592	12,85

Anexo XI
Datos de las muestras analizadas de caña de azúcar clasificadas según
variedad de caña y porcentaje de fibra en caña

Tabla 38. Datos experimentales utilizados en la construcción del gráfico variedad de caña y porcentaje de fibra en caña

Número de muestra	Variedad de caña	Porcentaje de fibra (%)
1	CB- 4069	14,00
2	CB- 4069	13,49
3	CB-4069	13,94
4	CB-4069	14,76
5	CB-4069	14,23
6	CB-4069	14,66
7	CB-4069	14,64
1	PR-980	15,41
2	PR-980	14,95
3	PR-980	15,90
4	PR-980	14,81
5	PR-980	15,34
6	PR-980	14,88
7	PR-980	15,03
1	CC-8592	15,23
2	CC-8592	12,38
3	CC-8592	14,32
4	CC-8592	15,67
5	CC-8592	11,51
6	CC-8592	14,56
7	CC-8592	13,52

Anexo XII
Datos de las muestras analizadas de caña de azúcar clasificadas según
porcentaje de azúcares reductores y pol real en caña

Tabla 39. Datos experimentales para la construcción del gráfico pol real en caña y porcentaje de azúcares reductores

Porcentaje de Azúcares Reductores (% ARC)	Pol real en caña (%)
1,06	14,42
1,39	13,90
1,77	13,63
2,10	12,98
2,18	12,69
2,57	12,57
2,79	12,49
2,98	11,91
3,48	11,01

Anexo XIII
Datos de las muestras analizadas de caña de azúcar clasificadas según
edad de la caña y pol real en caña

Tabla 40. Datos experimentales para la construcción del gráfico pol real en caña y edad de la caña

Edad de caña de azúcar (meses)	Pol real en caña (%)
24	13,30
23	14,40
20	14,74
19	14,87
18	15,05
17	14,42

Anexo XIV
Datos de las muestras analizadas de caña de azúcar clasificadas según porcentaje de fibra en caña, pol en jugo y pol real en caña

Tabla 41. Datos experimentales utilizados en la determinación de la calidad de la caña que ingresa al Ingenio Azucarero del Norte

Número de muestra	Fibra en caña (%)	Pol en jugo (%)	Pol real en caña (%)
1	13,93	17,29	13,21
2	15,30	21,06	15,91
3	13,59	17,35	12,86
4	14,50	20,92	15,52
5	13,72	19,09	13,96
6	13,47	16,86	11,71
7	14,70	15,96	10,36
8	12,54	16,79	11,33
9	13,14	18,07	12,20
10	12,85	21,08	15,02
11	10,88	15,51	9,50
12	16,19	18,84	11,73
13	14,70	20,45	12,85
14	13,15	16,16	8,23