

UNIVERSIDAD NACIONAL DE INGENIERIA

FACULTAD DE INGENIERIA QUIMICA Y MANUFACTURERA



INFORME TECNICO

“CONTROL DE CALIDAD EN HARINA DE PESCADO Y PRODUCCION DE FIBRA ACRILICA”

**PARA LA OBTENCION DEL TITULO PROFESIONAL DE
INGENIERO QUIMICO**

PRESENTADO POR:

LUIS CESAR VARGAS FIGUEROA

PROMOCION : 94 – I

UNI, OCTUBRE DE 1999

**Dedico este trabajo en primer lugar a
Dios y a tres personas,
a mis padres César y Edelmira por
todo lo que me han dado y a su
invalorable apoyo y a mi esposa
Claudia por su amor y comprensión.**

INDICE

I.- Introducción	-----	4
II.-Actividad Profesional		
II.-Control de Calidad en Harina de Pescado	-----	6
A.-El Organo Empresarial	-----	6
B.-Relación Profesional-Empleador	-----	8
C.-Trabajo Profesional Realizado	-----	8
D.-Funciones Desempeñadas	-----	9
E.-Objetivos, Alcances y Características	-----	14
F.-Alternativa de Solución: Hexano por Eter de Petroleo	-----	48
G.-Conclusiones Finales	-----	52
II.-Producción de Fibra Acrílica	-----	55
A.-El Organo Empresarial	-----	55
B.-Relación Profesional-Empleador	-----	59
C.-Trabajo Profesional Desarrollado	-----	59
D.-Funciones Desempeñadas	-----	60
E.-Objetivos, Alcances y Características	-----	64
F.-Alternativa de Solución: Desgaste de las Bombas de Hilar	-----	75
G.-Conclusiones Finales	-----	78
III.- Resumen	-----	79
IV.- Bibliografía	-----	81
V.- Apendice : Sistema HACCP	-----	82

I - INTRODUCCIÓN

El presente informe describe el trabajo realizado tanto en la empresa Grupo Sindicato Pesquero S.A., a través del service Empresa de Asesoría y Servicios S.A. (EDASA), en el área de Control de Calidad. Asimismo, describe el actual desempeño en la Planta de Disolución e Hilandería de la empresa Sudamericana de Fibras S.A., en el área de producción.

Veremos en primer término, lo concerniente al control de Calidad desde el punto de vista Físico-Químico en harina y Aceite de pescado, y la importancia de los análisis en la determinación de la calidad del producto final.

Para tener una referencia del proceso de producción de harina de pescado, se describe brevemente el proceso observado en la Planta de SIPESA - Pisco. Actualmente, en dicha planta se está implementando un sistema de Control de Puntos Críticos de Procesos (Sistema HACCP). En todo el ámbito pesquero este sistema será requisito en todas las empresas pesqueras, los cuales deben tener incorporado para el año 2002 de tal forma que su producto sea aceptado en el mercado. El sistema HACCP se describe brevemente en el apéndice.

El profesional a cargo del Área de Control de Calidad en este tipo de industria, juega un rol muy importante, ya que con su trabajo se realiza un seguimiento al producto en proceso detectando a tiempo las fallas que pueden repercutir en el producto final. También certifica la calidad del producto obtenido y por ende su precio. Cabe señalar que mediante el análisis en línea se pueden corregir parámetros de producción para la materia que ingresa posteriormente, puesto por ser una materia prima muy degradable ya no se puede reprocesar ya que incide directamente en la Proteína final del producto y por ende de su precio.

En segundo término se describe el trabajo que se viene realizando en el Área de Producción de la empresa Sudamericana de Fibras S.A., en la Planta de Disolución e Hilandería.

En esta área se describe el proceso físico y químico efectuado en la planta y los controles en marcha. Para ello, se deberá comprender los fenómenos físico-químicos que ocurren, como también el desempeño del profesional en caso se presente una eventualidad en el proceso, ya que ello repercute inmediatamente en el producto final.

Por tanto se debe tener muy claro que la viabilidad de cualquier industria, aumenta cuando se hace un mejor uso de todos los recursos que intervienen en el proceso, y se reduce la proporción de desperdicios; es así que en la actualidad las empresas necesitan profesionales, que cada vez optimicen sus procesos, reduciendo costos, pero sin alterar la calidad del producto y ello se logra con una buena preparación.

II - ACTIVIDAD PROFESIONAL

II-1- EMPRESA DE ASESORÍA Y SERVICIOS S.A.

A - El Órgano Empresarial

La empresa en la cual se desarrolló el trabajo de análisis de Control de Calidad es un service que presta servicios al Sector Pesquero, su nombre es EMPRESA DE ASESORÍA Y SERVICIOS S.A. (EDASA). Sus oficinas administrativas están ubicadas en Jr. mariscal Miller 2621, Lince.

Esta empresa, como se mencionó anteriormente, presta servicios en el Área de Control de Calidad al Sector Pesquero, particularmente a la empresa Grupo Sindicato Pesquero del Perú S.A. Esta empresa tiene una alta participación en la dirección del service.

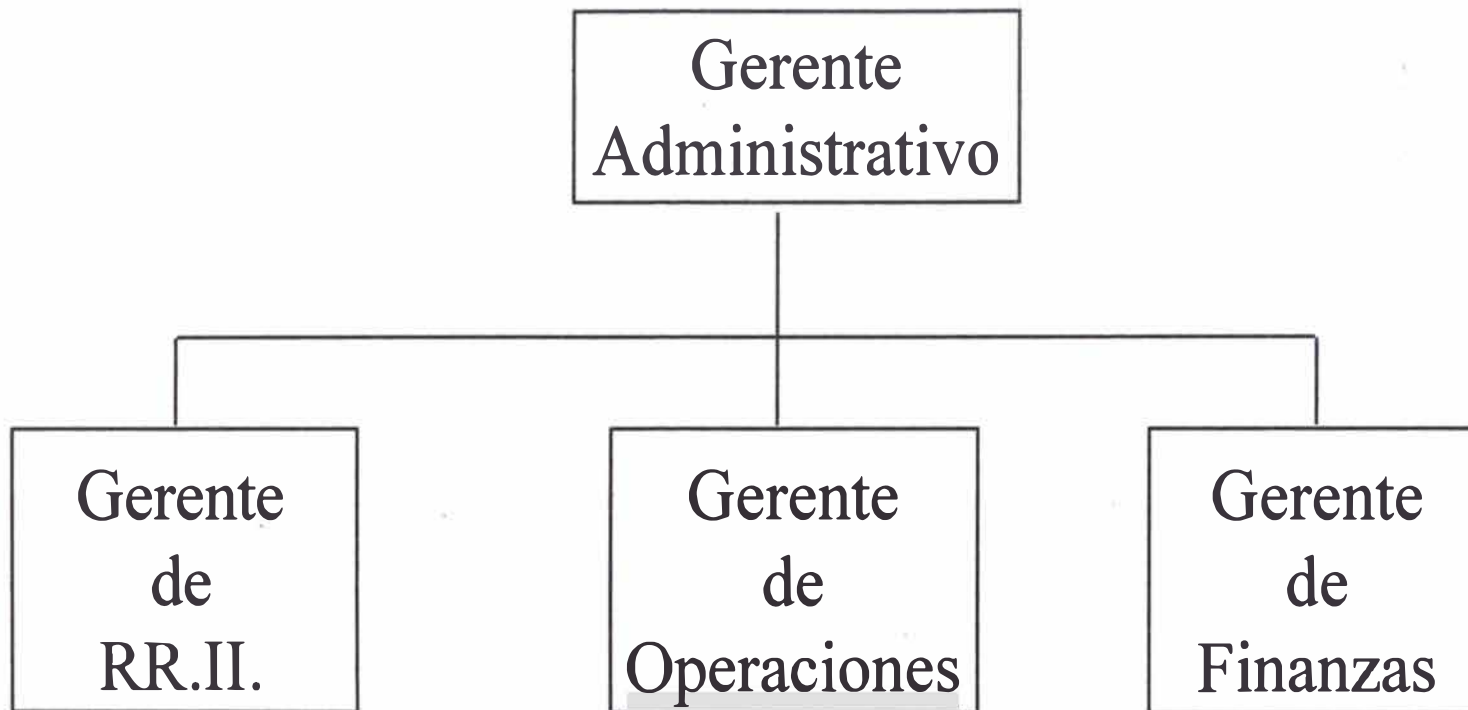
En el organigrama presentado, el grupo que trabaja en el área de control de calidad depende directamente de la Gerencia de Operaciones, pero la empresa no considera oportuno considerarlo en el organigrama.

Dentro de la Gerencia de Operaciones, el Jefe de Laboratorio de Control de Calidad, reporta los resultados obtenidos a dicho Gerente.

En el laboratorio de Control de Calidad se trabaja en conjunto, los analistas que era mi caso con el Jefe de Laboratorio. Dentro del laboratorio de Control de Calidad trabajan 6 analistas, entre Químicos e Ingenieros Químicos. Cabe señalar que en situaciones especiales reemplazaba al Jefe de Laboratorio cuando se ausentaba por distintas razones.

Cada analista tiene un trabajo específico de análisis (los que se detallan más adelante), asimismo se efectúa una rotación de puestos en forma periódica.

La estructura orgánica de la empresa se presenta en la siguiente página.



ORGANIGRAMA DE LA EMPRESA EDASA.

B - Relación Profesional - Empleador.

La condición de trabajo era por contrato por cada tres meses renovables, en los cuales se estipulaba el área en el cual el profesional se iba a desempeñar, y la remuneración, con la posibilidad de viajar a cualquiera de las plantas pesqueras del Grupo Sindicato Pesquero S.A., bajo las condiciones que la empresa estime convenientes.

Cabe señalar que en el Área de Control de Calidad, según la experiencia personal, desde el momento en que se firmaba el contrato, el profesional automáticamente pasaba al área de Control de Calidad de SIPESA, bajo las condiciones de trabajo que el Gerente de dicha área estime conveniente. Asimismo, las labores profesionales para dicha empresa se realizaban en su laboratorio en la Av. Argentina 2007 - Callao.

C - Trabajo Profesional Desarrollado

El cargo desempeñado era de Analista de Control de Calidad.

Las funciones asignadas eran las de realizar los análisis físico - químicos del producto final de la Harina y el Aceite de Pescado (los que se detallan más adelante), preparar los formatos con los resultados obtenidos y enviarlos, vía fax, a las plantas VÉGUETA, CHIMBOTE y PAITA, de donde provenían las muestras.

Asimismo la supervisión de la llegada y distribución de reactivos y materiales a usar en los laboratorios de otras plantas pesqueras (de la misma empresa), de acuerdo a las necesidades de dichos laboratorios. En este sentido son 2 los aspectos a tomar en cuenta para la recepción de los productos químicos, como lo son los certificados de calidad y además que el lote que se entrega por parte del proveedor coincida con el certificado de calidad y especificaciones.

Un detalle importante a mencionar es que el personal del laboratorio en el Callao, se encargaba de la capacitación de los trabajadores sobre las técnicas a emplearse en todas las plantas de SIPESA, con la finalidad de tener un solo criterio en lo que se refiere a esta área. Los trabajadores que vienen para que se les capacite solo tienen estudios secundarios y otros técnicos, por lo que se tiene especial cuidado en enseñarles al detalle. Particularmente fui el responsable dentro del laboratorio sobre dicha capacitación; viajé a la Planta de Sipesa-Pisco con la finalidad de capacitar al personal de laboratorio (este laboratorio es el más equipado) en lo que se refiere al análisis de Antioxidante en Harina de Pescado, con la modificación del método que se venía practicando (del cual fui autor).

El tiempo de prestación de servicios fue de 1 año más 10 meses.

D - Funciones desempeñadas que necesitaron el conocimiento de técnicas profesionales.

Para realizar el trabajo en el área de Control de Calidad se emplearon técnicas del Análisis Físicoquímico, como lo son titulaciones, determinación de ácido base, preparación de soluciones estándares y análisis fluorométrico, determinaciones gravimétricas, extracción de grasa por un solvente (todas estas técnicas se observan en el desarrollo de los análisis que más adelante se describen).

Los formatos de registro de actividades que se llenaban son como los que se muestran a continuación.

FORMATO 1

Grupo Sindicato Pesquero del Perú S.A. Area de Control de Calidad No de Registro : _____ Fecha : _____ PLANTA : _____ Análisis : _____									
No Ruma	% Proteína	% Humedad	% Cenizas	% Grasa	% Cloruros	% Arena	TVN (mg/100g)	Antiox.(ppm)	% FFA *

* Acidos Grasos Libres

Ejemplo con resultados de laboratorio para el formato #1.

Grupo Sindicato Pesquero del Perú S.A.									
Area de Control de Calidad									
No de Registro : 001- 96					Fecha : 10/01/96				
PLANTA : _Sipesa -Chimbote					Análisis : Harina de Pescado				
No Ruma	% Proteína	% Humedad	% Cenizas	% Grasa	% Cloruros	% Arena	TVN (mg/100g)	Antiox.(ppm)	% FFA *
100	65.4	10.2	14.4	10.0	4.5	1.2	100	180	8.5
101	66.5	8.0	13.2	12.3	3.3	1.3	120	200	9.2
102	68.2	11.5	10.0	10.3	4.1	1.1	105	310	10.2
103	67.6	10.0	13.5	8.9	2.5	0.9	95	400	11.3
104	63.5	12.0	12.3	12.2	3.0	0.5	110	350	10.8
105	66.0	9.5	13.3	11.2	3.3	1.8	145	610	12.1
106	67.4	8.5	14.1	10.0	4.6	2.0	101	590	9.8
107	68.2	10.5	11.5	9.8	4.1	1.4	110	250	9.5
108	67.9	9.0	15.0	8.1	2.1	1.4	135	390	8.3

* Como se podrá apreciar en la ruma #104 se tiene un porcentaje de proteína de 63.5% (por debajo del valor mínimo establecido internacionalmente de 64%); significa que el precio de dicho lote de Harina de Pescado (1 ruma=50 toneladas), disminuirá en 10% (generalmente estipulado entre la empresa y el comprador para un rango de proteína de 64 – 60%; por debajo de 60% la harina de pescado pierde su valor en más del 25%). En 1996 el valor de la harina de pescado por tonelada era de \$600 dólares, actualmente fluctúa en ese precio.

FORMATO 2

Grupo Sindicato Pesquero del Perú S.A. Area de Control de Calidad No de Registro : _____ Fecha : _____ PLANTA : _____ Análisis : _____			
No Muestra	% Humedad	% Acidez Libre	% Impurezas

Ejemplo con resultados de laboratorio para el formato #2.

Grupo Sindicato Pesquero del Perú S.A. Area de Control de Calidad No de Registro : 001-96 Fecha : 10/01/96 PLANTA : Sipesa-Chimbote Análisis : Aceite de Pescado			
No Muestra	% Humedad	% Acidez Libre	% Impurezas
001	0.95	2.1	0.5
002	0.80	1.9	0.3
003	0.59	1.8	0.2
004	0.72	2.2	0.8
005	0.45	1.4	0.3
006	1.00	1.1	0.4
007	1.00	0.9	0.4
008	0.91	1.6	0.7
009	0.85	1.1	0.4
010	0.75	0.9	0.6
011	0.65	0.8	0.5
012	0.61	0.4	0.9
013	0.49	1.7	0.6
014	0.39	2.0	0.2
015	0.98	1.3	0.2
016	0.85	1.9	0.8
017	0.59	1.6	0.5
018	0.78	1.7	0.6

E - Objetivos, alcances y características principales de la actividad en mención.

Antes de comenzar a señalar los tipos de análisis que se efectuaban en el laboratorio tanto a la Harina de Pescado como al Aceite del mismo se procede a presentar una breve descripción del procesamiento de la harina de Pescado desde su captura hasta la elaboración final, de la breve experiencia observada en la Planta de SIPESA - Pisco.

Captura

La materia prima que se utiliza en esta planta proviene en su mayoría de zonas de captura ubicadas al norte y centro de la costa de Pisco, el pescado es capturado haciendo uso de nueve embarcaciones propias, con un total de capacidad de bodegas de 2440 TM aproximadamente. Todo el pescado capturado es destinado a la elaboración de harina. La planta además compra pescado a embarcaciones particulares para cumplir con su programa de producción.

Descarga, transporte y Pesaje

SIPESA - Pisco cuenta con cuatro líneas de descarga de materia prima. El pescado capturado es bombeado con agua de mar desde las chatas hasta la planta. Una vez en la planta, el agua de mar utilizada en el bombeo es escurrida a su paso por las desaguaderos estáticas y vibratorias.

El pesaje se realiza en cuatro tolvas, tres electromecánicas y una electrónica.

Almacenamiento en Pozas

El pescado es almacenado en 5 pozas de concreto de una capacidad de 600 TM cada una y con 2 transportadores helicoidales por poza que conducen el pescado hacia los elevadores de rastras que a su vez lo llevan a las cocinas.

Cocinado

La materia prima ingresa a los 4 cocinadores (2 a vapor indirecto y 2 mixtos) donde es cocinado a temperaturas cercanas a 100°C con el fin de coagular la parte proteica y así permitir una fácil separación de la fase líquida en la operación siguiente. Asimismo cabe señalar que existen 3 clases de equipos de cocción:

1) Cocedor de Vapor Directo: en el cual a medida que la materia prima se va impulsando por el interior del cocedor se le añade vapor directamente, de esta forma que permite una gran transmisión de calor a baja presión, la desventaja reside en que aumenta la cantidad de agua en la materia prima que posteriormente tiene que eliminarse en los secadores.

2) Cocedor de Vapor Indirecto: en el cual se emplea una chaqueta de vapor a lo largo del cocedor, vapor a mayor presión que el anterior, con ello se transmite calor a la materia prima sin adición de agua ni deterioro de la proteína por alguna oscilación de presión ó temperatura en el vapor.

3) Cocedor de Vapor Mixto: el cual usa las dos técnicas anteriores.

En general todos los cocedores son similares solo varían en el tipo de calefacción que van a transmitir a la materia prima; estos son cilíndricos y horizontales, el tiempo de cocción es entre aproximadamente de 20 a 30 minutos, los usados en planta son de 14 a 18 m de longitud; el transporte hacia el interior es a través de un tornillo sinfín.

Pre-desaguado o Pre-strainer

Esta operación se realiza en un tamiz rotatorio que está ubicado a la salida de los cocinadores con el objetivo de reducir la parte líquida del cocinado, favoreciendo de este modo el posterior prensado. El líquido que resulta es el llamado licor de pre-strainer y es enviado a la etapa de recuperación de sólidos.

Prensado

Mediante este proceso se logra comprimir la masa de pescado liberando parcialmente agua, grasa y sólidos muy finos. Al término del prensado se obtienen dos productos: la torta o keke de prensa con una humedad máxima de 53%, la que es transportada hacia los secadores y el licor o caldo de prensa que es transportado a los separadores.

Aquí en el prensado la materia prima sufre una separación física, el mismo que es producido por un tornillo sinfín, siendo sometida a una presión creciente a medida que avanza; el agua y el aceite exprimidos escapan a través de las perforaciones y el producto llamado torta o keke de prensa emerge por el extremo de un tubo.

En la prensa de tornillo, el pescado progresa por la acción de un único tornillo sinfín que se mantiene en rotación; el cual consiste en una conicidad del eje del transportador, que hace que éste vaya aumentando de grosor progresivamente hasta la salida de la prensa y que vaya disminuyendo correspondientemente el espacio libre existente entre el transportador y el cuerpo de la prensa. Otro es la disminución progresiva del paso de rosca del tornillo hacia el extremo de salida que hace que el producto se mueva más lentamente y ofrezca una resistencia creciente al material que le sigue. El extremo de salida de la prensa se halla parcialmente cerrado mediante un cono ajustable, que contribuye también a ejercer una presión sobre el producto.

Recuperación de Sólidos

Es un proceso complementario que permite reincorporar los sólidos finos al proceso de producción de harina.

El licor de pre-strainer y el licor de prensa ingresan a los separadores para recuperar los sólidos en suspensión - cabe señalar que la planta tiene 7 separadores.

Los sólidos recuperados son añadidos a la torta de prensa mientras que el licor de los separadores pasa a las centrífugas, donde se obtiene agua de cola y aceite. El agua de cola es enviada a la planta evaporadora, la que constituye otra de las etapas fundamentales en el proceso, donde se obtiene un concentrado del 35% aproximadamente. El aceite es finalmente almacenado.

Secado

Esta etapa del proceso define en gran medida la calidad final de la harina. La planta cuenta con 3 secadores a fuego directo, cada uno con cámara de combustión de cilindro giratorio y extractor de gases. Es importante señalar que antes del proceso de secado se añade a la torta de prensa el concentrado proveniente de la planta de agua de cola.

El objetivo de esta operación es reducir el contenido de humedad del keke para obtener así un producto final con un 7 a 10% de humedad. Este bajo contenido en agua hace al producto estable frente a posibles alteraciones por bacterias ó enzimas. Si la harina no está suficientemente deshidratada se puede producir el crecimiento de mohos y bacterias y el valor nutritivo del producto, en consecuencia, se reduce. Si se deshidrata demasiado, existe el riesgo de que se

reduzca su valor nutritivo, a parte del mayor gasto que supone en consumo de combustible.

Cabe señalar que en la industria pesquera existen 2 clases de Secadores, los directos y los indirectos. Los deshidratadores directos, correctamente manejados tienen ventajas de una mayor capacidad y economía de combustible, sus principales desventajas las constituyen su muy superior consumo de aire, lo que acarrea mayores problemas de olores y una mayor posibilidad de sobrecalentamiento de la harina aunque, sin embargo, esto ocurre raramente.

En cambio los deshidratadores indirectos se calientan generalmente con vapor, por intermedio de una chaqueta de calentamiento, actualmente se está empleando la técnica de calentamiento por aire caliente. La eficacia en la transferencia de calor es ligeramente inferior en estos sistemas y el consumo de combustible ligeramente más elevado, pero este método constituye un procedimiento menos drástico y con menores problemas de olores ya que precisa una cantidad de aire mucho menor, mejorando de esta manera la apariencia de la harina ya que se obtiene más clara en comparación con la que se obtiene con el otro tipo de secador.

En ambos casos son equipos rotatorios constituidos por un cilindro de gran tamaño.

Anteriormente se señaló que a la entrada de los secadores también se le añade el concentrado proveniente de **la planta de agua de cola**, esta agua de cola contiene aproximadamente 0.5% de aceite y un 5.0% de sólidos; sin embargo representa alrededor del 50% del peso original de la materia prima. Aproximadamente el 20% de la harina final proviene del agua de cola, por lo que se recupera.

El agua de cola se concentra generalmente hasta un contenido de sólidos del 30-50%. La concentración del agua de cola se realiza en evaporadores de 3 efectos que funcionan a base de pasarla por una serie de placas calentadas reaprovechando el vapor liberado en el efecto anterior pero empleándolo ahora a una presión más baja.

Molienda

La Harina proveniente de los secadores es transportada hasta los molinos de tipo martillo loco donde es desmenuzada para lograr uniformidad en el tamaño de la partícula.

Adición de Antioxidante

El objetivo de esta operación es prevenir la oxidación de la grasa, disminuyendo el peligro de combustión espontánea durante el almacenamiento de la harina. La planta realiza esta operación usando Santoquín (Etoxiquín al 95%), el cual es añadido en dosis que van de 600 a 700 ppm, esta relación de antioxidante se agrega tanto para la exportación como para la venta interna.

Cabe señalar que el tipo de oxidación que sufre la grasa en la harina de pescado es la de **oxidación atmosférica** (enranciamiento) ; en el primer paso en la oxidación de la grasa, es la adición de oxígeno al enlace doble de la cadena de un ácido graso para formar compuestos inestables, que vienen a ser los peróxidos.

De tal forma que el oxígeno ataca a la grasa en pocos puntos; después de esto la reacción prosigue por un mecanismo de cadena con radicales libres activados. Durante las primeras fases de la oxidación, los peróxidos formados parecen ser relativamente estables, de tal forma que su concentración aumenta más o menos paralelamente a la absorción de oxígeno por la grasa; en las últimas fases, sin embargo, comienzan a descomponerse, reaccionando entre sí o con los productos de la oxidación, para formar los compuestos causantes de la rancidez con la modificación del olor y sabor.

El agudo y desagradable olor a rancio, se cree que es debido, principalmente a la presencia de aldehídos, estos compuestos se pueden formar por la oxidación y ruptura de una cadena de ácido graso. Por ello la facilidad y rapidez con que se oxida un aceite, depende principalmente de su contenido en enlaces dobles activos.

Precisamente los antioxidantes son sustancias capaces de efectuar dicha ruptura, absorbiendo la energía de activación y evitando sea transmitida a otras moléculas de glicéridos; si la reacción en cadena es muy larga, la presencia de muy pequeñas cantidades de antioxidante pueden ser suficientes para reducir su longitud con la correspondiente reducción en el ritmo de oxidación.

Ensaque y Pesado

La operación de ensaque se realiza en un ambiente techado de la zona de proceso. La harina es pesada automáticamente y colocada en sacos de polipropileno de color negro de 50 Kg. de capacidad para luego ser almacenados en rumas antes del embarque.

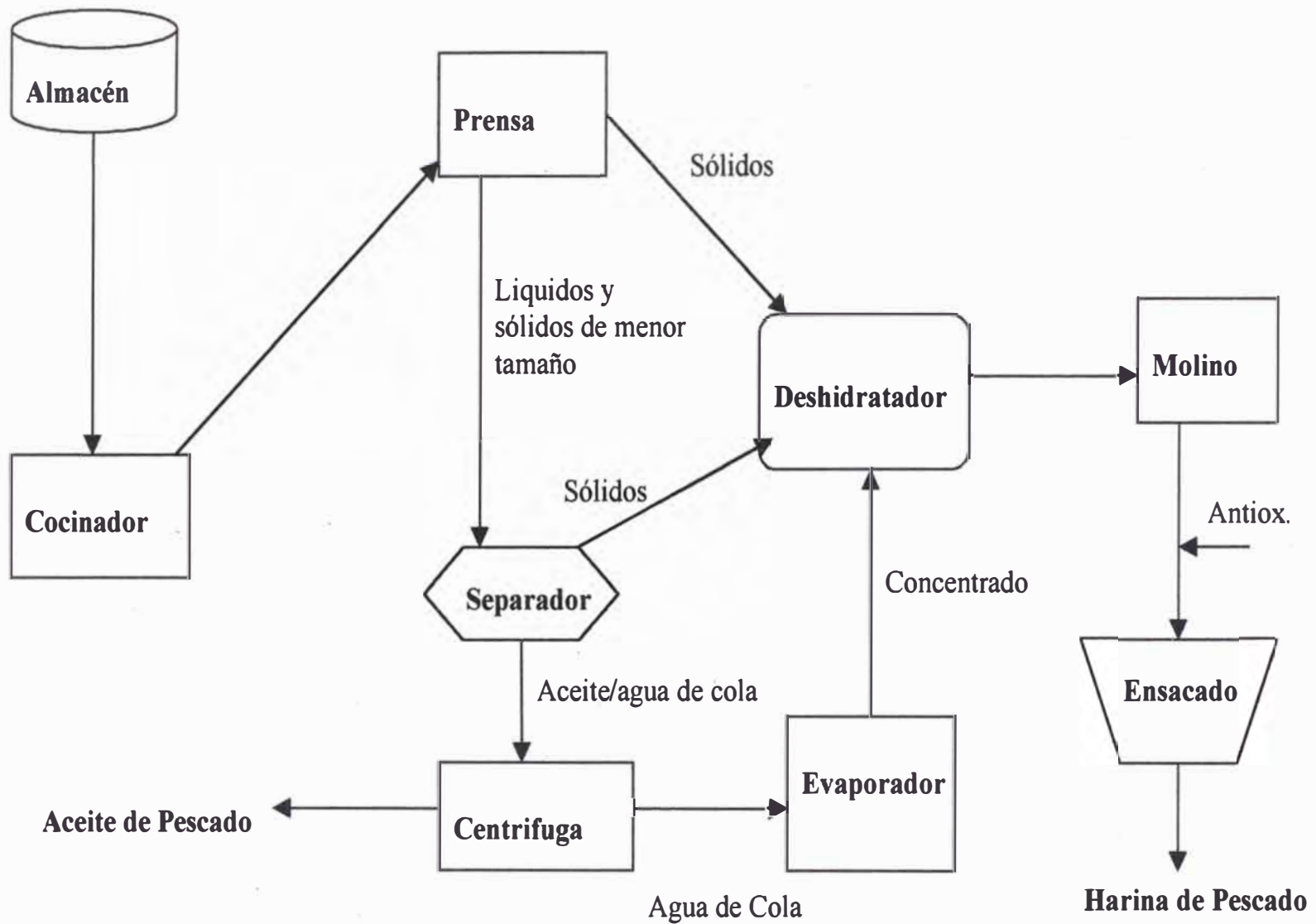
Almacenado del Producto Terminado

El almacenamiento del producto terminado se hace a campo abierto, y piso de tierra cuya área es de aproximadamente 5800 m². Este almacén se encuentra fuera de la planta, a 500 m. aproximadamente.

Una vez ordenados los sacos en rumas de 1000 sacos c/u, son cubiertos con mantas para protegerlo del medio ambiente. Ordenadas las rumas se sacan 3 muestras por ruma en forma de zigzag (método empleado para la toma de muestras); para su respectivo análisis de Control de Calidad. Cada 3 meses se efectúa en la planta una desinfección general en toda la planta y la limpieza se realiza en cada sector de la planta todos los días teniendo como responsables a los mismos operarios que trabaja en dicho sector; supervisado por el respectivo supervisor de turno.

A continuación se presenta el Diagrama de Fabricación de Harina de Pescado.

FABRICACION DE HARINA Y ACEITE DE PESCADO



A continuación detallaremos los objetivos y procedimientos de cada análisis que se realiza tanto a la harina como al aceite de pescado, los cuales constituyen la labor profesional realizada en esta área; asimismo un diagrama de flujo de los principales análisis.

ANÁLISIS DE HARINA DE PESCADO

Determinación de la Proteína Total

Fundamentación

La harina de pescado se compra por su elevado contenido en proteína, por lo que su precio está determinado fundamentalmente por los resultados de los análisis de este componente.

La proteína se determina indirectamente a partir del contenido en nitrógeno, multiplicando éste por el factor de conversión de nitrógeno a proteína animal (6.25). entonces el método se basa en la conversión del nitrógeno orgánico en nitrógeno inorgánico. El sulfato de amonio así formado es diluído y alcalinizado con hidróxido de sodio y el amoníaco destilado es recibido en una cantidad conocida de solución de ácido sulfúrico y determinado por titulación. Dicho método es el **Método Kjeldahl**. Las reacciones que se producen son las siguientes:



Equipos y Materiales

- Aparato de Digestión y Destilación Kjeldahl
- Balones Kjeldahl de 800 ml.

- Vasos Erlenmeyer de 600 ml.
- Bureta de 50 ml.

Reactivos

- Ácido Sulfúrico concentrado P.A.
- Sulfato de Potasio anhidro
- Sulfato de Cobre Pentahidratado
- Hidróxido de Sodio al 50%
- Ácido sulfúrico 0.1N
- Hidróxido de Sodio 0.1N
- Indicador Rojo de Metilo al 1%

Procedimiento

- 1) Pesar 1 gr. de muestra y colocar en un balón Kjeldahl de 800 ml.
- 2) Adicionar 10 gr. de Sulfato de Potasio, 1 gr. de Sulfato de Cobre y 25 ml. de Ácido Sulfúrico concentrado.
- 3) Colocar los balones en las hornillas del equipo de digestión y calentar por espacio de 1 hora, luego enfriar. Una vez frío, agregar 300 ml. de Agua Destilada.
- 4) Agregar 80 ml. de Hidróxido de Sodio al 50% y recibir el destilado en un vaso Erlenmeyer con 100 ml. de Ácido Sulfúrico 0.1N y destilar hasta 300 ml.
- 5) Titular con Hidróxido de Sodio 0.1N usando rojo de metilo como indicador. Realizar un blanco paralelo sin muestra y anotar el volumen de NaOH requerido.

Cálculo :

$$\% \text{ Proteína} = (\text{Blanco} - \text{Titulación muestra}) \times 0.875 \%$$

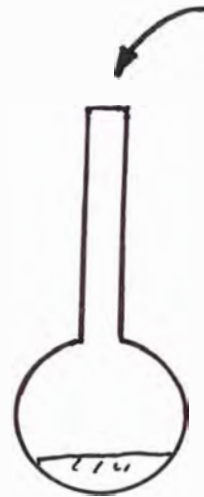
Analisis de Proteinas



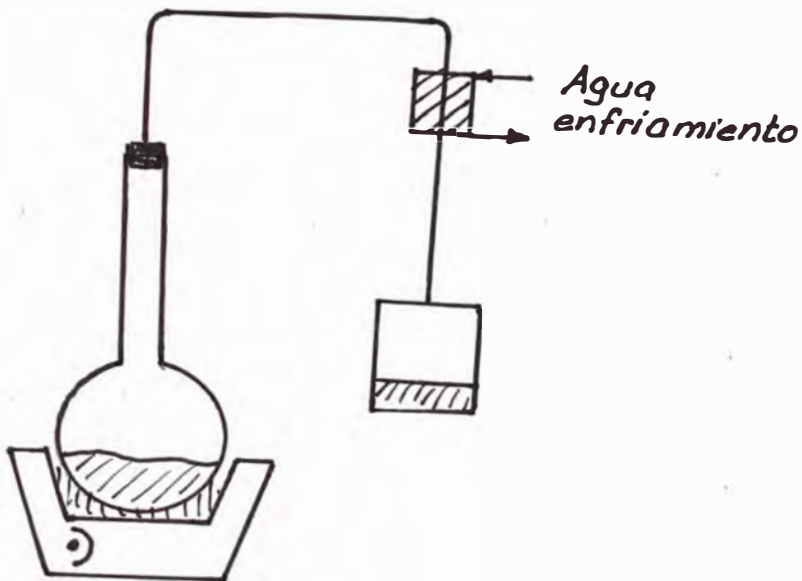
Bolón Kjeldahl con muestra, K_2SO_4 y $CuSO_4$ y H_2SO_4



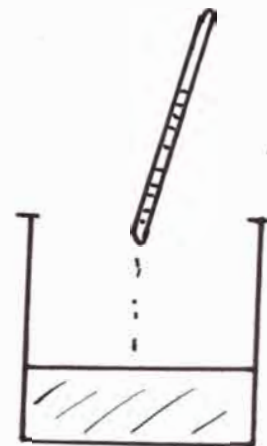
Digestión con calentamiento por 1 hora



Se agrega 80 ml $NaOH$ y 300 ml de agua



Destilación del producto anterior y recepción en H_2SO_4 por 2 horas



Titulación con $NaOH$ 0.1N

Determinación de Grasa

Fundamentación

Se considera como grasa el material extraído de la harina de pescado mediante un solvente orgánico. La grasa constituye un ingrediente importante desde el punto de vista energético. El estado de deterioro de las grasas debe conocerse, ya que de otra forma puede conllevar a una descomposición global de la harina.

La harina de pescado es la base de la alimentación de aves y porcinos. Por ello es muy importante que no tenga niveles excesivos de grasa ya que da lugar a aromas a pescado en la carne de estos animales.

Equipos y materiales

- Aparato de extracción de Soxhlet
- Estufa de desecación a 105 +/- 1°C.
- Desecador de vidrio o metálico con sílica-gel deshidratada.

Reactivos

- Hexano comercial destilado

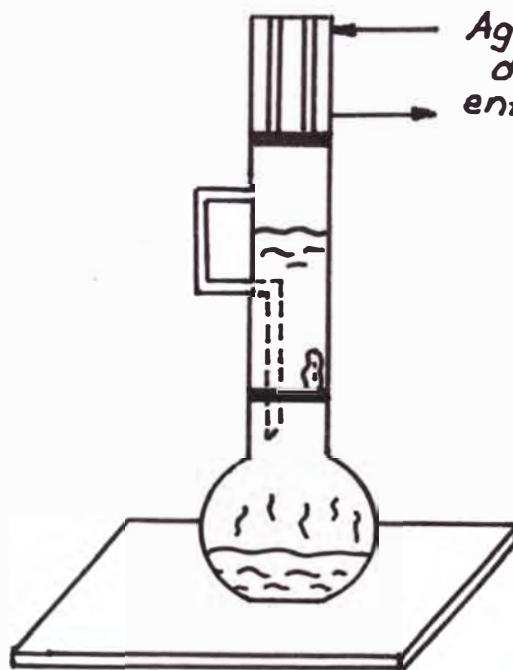
Procedimiento

- 1) Pesar 2 gr. de Harina de Pescado en un papel de filtros y colocarlo en el vaso del extractor Soxhlet.
- 2) En el balón a recibir el extracto, llenar con hexano hasta 200ml. Este balón debe estar previamente tarado (P₁).
- 3) Encender el equipo de tal forma que sifone 15 veces por hora aprox. La extracción se realiza por 3 horas.

Análisis de Grasa



Balón más
Hexano



Agua
de
enfriamiento

Equipo de
Extracción de
Grasa

Plancha de
Calentamiento



Balón más
Grasa

- 4) El balón debe estar previamente tarado. Una vez transcurrido el tiempo de extracción, colocar el balón en la estufa de desecación por 30 minutos. Luego dejarlo enfriar en un desecador.
- 5) Una vez frío el balón, pesar en una Balanza analítica (P_2)
- 6) El cálculo será:

$$\% \text{ Grasa} = \frac{P_2 - P_1}{2} \times 100 \%$$

Determinación de Humedad

Fundamentación

Las moléculas de proteínas se encuentran rodeadas de unas capas de agua debido a sus características hidróficas, en que cada una tiene un peso aprox. de 10% del peso de la proteína. Según las reacciones de oxidación lipídicas, crecimiento de hongos y bacterias por aumento de la actividad de agua, etc. humedades superiores a 10% podrán conllevar a degradaciones en el producto.

Equipos y Materiales

- Balanza Analítica
- Estufa para ser usada a 100°C
- Placas Petri
- Desecador conteniendo sílica-gel deshidratado

Procedimiento

- 1) Pesar 10 gr. de muestra homogeneizada en una placa petri tarada.
- 2) Colocar en la estufa a 100°C por 4 horas.
- 3) Transcurrido este tiempo se retira de la estufa y se coloca en el desecador por 30 minutos.

4) Pesar y determinar el contenido de humedad.

$$\% \text{ Humedad} = \frac{(P_1 - P_2)}{10} \times 100 \%$$

P_1 : Peso de la placa petri más muestra seca

P_2 : Peso de placa petri vacía

Determinación de Cenizas

Fundamentación

La ceniza en la harina de pescado constituye la fracción inorgánica y por lo tanto aporta las sales minerales y arena. Los minerales de la harina de pescado son fundamentalmente calcio, fósforo, magnesio, sodio, potasio, hierro, cobre, manganeso y otros.

Equipos y Materiales

- Balanza Analítica
- Mufla eléctrica para ser usada entre 550 y 600 °C
- Estufa para ser usada a 100 - 105 °C
- Plancha Eléctrica
- Crisoles de porcelana
- Desecador con sílica-gel

Procedimiento

- 1) Pesar 1 gr. de muestra en un crisol de porcelana tarado.
- 2) Quemar en una plancha eléctrica hasta cenizas negras y hasta que ya no se observen desprendimiento de humos.
- 3) Colocar en una mufla eléctrica hasta cenizas blancas.
- 4) Trasladar a la estufa, luego al desecador.
- 5) Pesar y calcular:

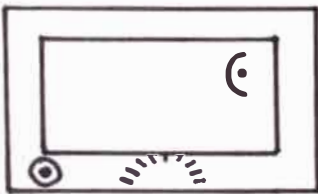
Determinación de Cenizas



*Crisol más
la muestra*



*Quemar la muestra
hasta cenizas negras*



*Colocar en la muflo
hasta cenizas blancas
aprox. 5 horas*



*Enfriar en un desecador
Luego pesar*

$$\% \text{ Cenizas} = \frac{(P_1 - P_2)}{P} \times 100 \%$$

P_1 : Peso de crisol con muestra calcinada

P_2 : Peso de crisol vacío

P : Peso de muestra (1 gr.)

Determinación de Cloruros

Fundamentación

La determinación se basa en la consideración de que todos los cloruros presentes en la harina son solubles en agua y se encuentran como cloruro de sodio.

Por lógica, el comprador no desea pagar la sal a precio de proteína; pero además existe otra razón para poner un máximo. El exceso de ésta en las dietas de los animales da lugar a desarreglos osmóticos que pueden provocar diarreas en el caso de las aves. La reacción que se produce en el análisis es la siguiente:



Equipos y Materiales

- Matraces erlenmeyer de 250 ml.
- Embudos de vidrio
- Bureta ámbar de 30 ml.
- Hornilla o plancha de calentamiento.
- Agitador magnético con electroimán.

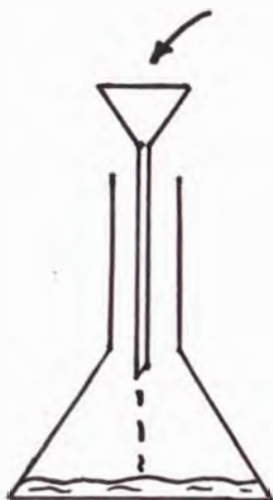
Análisis de Cloruros



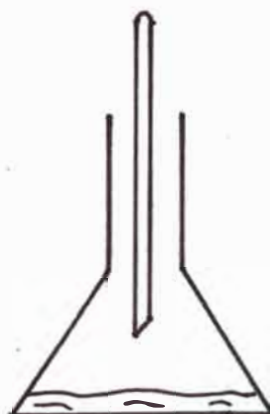
Muestra más
80 ml. de agua tibia



Agitamiento
por 1 minuto



Filtrado



Titular con
Nitrato de Plata

Reactivos

- Nitrato de plata 0.1N
- Solución al 5% de K_2CrO_4 en agua
- Agua destilada o desionizada

Procedimiento

- 1) Pesar 1 gr. de muestra y colocarlo en un matraz de 250 ml.
- 2) Añadir aproximadamente 80 ml. de agua destilada o desionizada, tibia +/- a 40°C.
- 3) Agitar por espacio de 1 minuto, dejar en reposo hasta que decante.
- 4) Filtrar a través de papel de filtro rápido y seguir lavando con agua tibia hasta un volumen aprox. de 150 ml., agregar 1 ml. de K_2CrO_4 .
- 5) Dejar enfriar y titular con Nitrato de Plata.
- 6) Calcular :

$$\% \text{ Sal o NaCl} = \frac{(\text{GASTO} \times 0.585)}{1} \times 100 \%$$

Determinación de Arenas

Fundamentación

El contenido de arena en el intestino de los peces y la utilización en la movilización de la pesca de agua de mar cercana a la costa hace preciso determinar el contenido de arena presente. La arena constituye la parte de ceniza insoluble en ácido.

Equipos y Materiales

- Crisoles Gooch con papel de filtro para cenizas taradas.
- Crisoles tarados. (utilizados en la determinación de cenizas)

Reactivos

- Solución de ácido clorhídrico al 10%.

Procedimiento

- 1) Las cenizas obtenidas en la determinación de la misma se trata con la solución de ácido clorhídrico y se calienta a ebullición hasta obtener un residuo insoluble.
- 2) Filtrar en el crisol Gooch lavando primero con la solución caliente del ácido y luego con agua.
- 3) Llevar el crisol Gooch a la estufa por espacio de 1 hora a 100 °C.
- 4) Calcular .

$$\% \text{ Arena} = \frac{(P_1 - P_2)}{P_m} \times 100 \%$$

P_2 : Peso de crisol + residuo insoluble

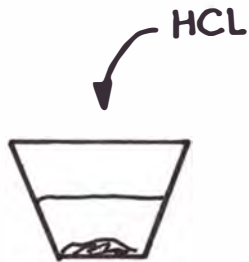
P_1 : Peso de crisol (tara)

P_m : Peso de la muestra

Determinación de Arenas



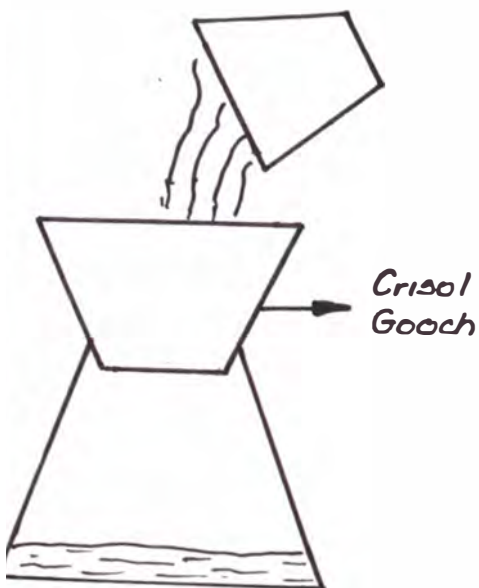
*Crisol más cenizas
de la muestra (anterior-
mente determinada)*



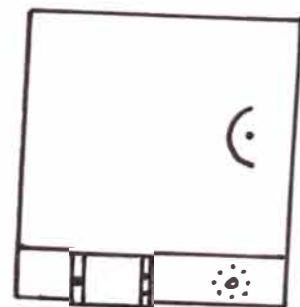
*Se agrega
Ácido Clorhídrico al 10%.*



*Calentar
hasta ebullición*



*Filtrar en un
Crisol Gooch*



*Colocar el Crisol Gooch
en la estufa por 1 hora
y luego pesar*

Determinación de las Bases Volátiles Nitrogenadas

Fundamentación

En este tipo de análisis se mide el grado de deterioro de las proteínas ya sea por acción microbiana o enzimática durante el almacenamiento del pescado y/o por acción bacteriana sobre los solubles durante el proceso. El nitrógeno no proteico informa sobre la frescura de la materia prima y de los solubles adicionados a la torta de prensa en el proceso. Las reacciones que se producen durante el análisis, son las siguientes:



Equipos y Materiales

- Balones Kjeldahl de 800 ml.
- Matraces Erlenmeyer de 500 ml.
- Buretas de 25 ml.

Reactivos

- Óxido de Magnesio P.A.
- Ácido Sulfúrico 0.1N
- Hidróxido de Sodio 0.1N
- Indicador (mixto) Tashiro
- Vaselina líquida

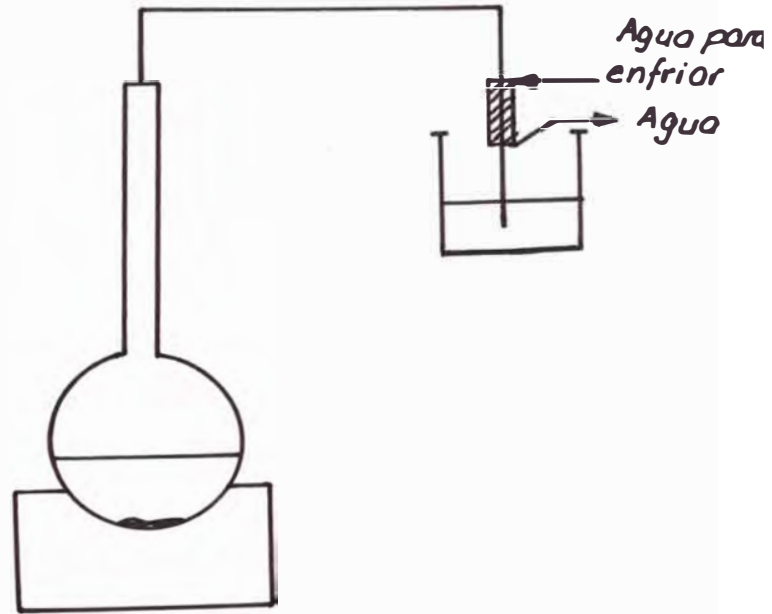
Procedimiento

- 1) Pesar 2 gr. de muestra, colocarla en un balón Kjeldahl de 800 ml.
- 2) Agregar 1 gr. de óxido de magnesio, 350 ml. de agua destilada y 1 ml. de vaselina líquida.

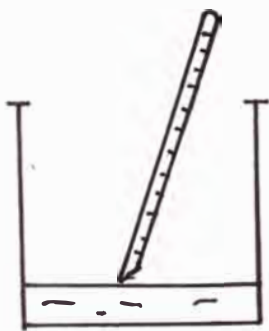
Determinación de las Bases Volátiles Nitrogenadas



Balón Kjeldahl con muestra, óxido de magnesio, agua destilada y vaselina líquida



Destilación y recepción del destilado en H_2SO_4 0.1N por 2 horas



Titulación con NaOH 0.1N del destilado

- 3) Colocar el balón a destilar en el destilador Kjeldahl, previamente medir 10 ml. de la solución estandarizada de ácido a la que se le añaden 3 gotas del indicador y sumergir el tubo del destilador en ella.
- 4) En el proceso de destilado recibir 250 ml. del destilado
- 5) Titular con NaOH 0.1N y calcular los miligramos de nitrógeno por 100 gr. de muestra. Paralelamente se hace un blanco sin muestra.

$$N \text{ mg/100g} = \frac{(B - M) \times 0.14 \times 1000}{P.M.}$$

P.M.: Peso de muestra

B : Gasto de NaOH 0.1N en el blanco

M : Gasto de NaOH en la muestra

Determinación de Antioxidante

Fundamentación

Los antioxidantes son compuestos químicos que retardan la autooxidación. La autooxidación supone que una molécula de oxígeno reacciona con una molécula de grasa para formar un peróxido. Este peróxido formado tiene la facultad de activar nuevas moléculas formando nuevos peróxidos y así paulatinamente se establece una reacción en cadena. Si la reacción no se detiene (reacción exotérmica), el producto se combustiona y bajan los pesos moleculares; además se produce mal olor y sabor rancio. por consiguiente estos antioxidantes se adicionan a la harina de pescado para estabilizar sus grasas. La presente determinación es por el método fluorométrico.

Equipos y Materiales

- Fluorómetro Digital
- Bomba de Vacío

- Filtrador
- Balanza Analítica
- Vasos de precipitación de 100 ml.
- Baguetas
- Embudo Buchner
- Columnas Cromatográficas
- Erlenmeyers de 250 ml.
- Fiolas de 50 ml.
- Fiolas de 25 ml.
- Probetas de 50 ml.
- Papel de filtro
- Pipetas de 5 ml.
- Desecador

Reactivos

- Hidróxido de Amonio P.A.
- Éter Etílico P.A.
- Acetonitrilo P.A.
- Hexano destilado
- Acetona (lavado del material usado)
- Óxido de Aluminio Neutro (Alumina) (*)
- Solución Eluente: se mezcla 40 ml. hexano y 10 ml. de éter etílico
- Solución Patrón de Sulfato de Quinina

(*) Después de ser usada, debe regenerarse en la mufla a 750 - 800 °C durante 8 horas, se enfría en el desecador y antes de su uso se mezcla con 9 ml. de agua destilada por cada 91 gr. de alúmina, se homogeniza bien hasta que desaparezcan los grumos formados y quede un polvo fluído.

Almacenar en frasco ámbar y a temperatura ambiente durante 24 horas antes de su uso.

Peso de Alúmina x 0.0989 – ml. de Agua Destilada

Procedimiento

Extracción

- 1) Pesar 5 gr. de muestra de Harina de Pescado y colocarlo en un vaso de 100 ml. Agregar 1.2 ml. de Hidróxido de Amonio y agitar con bagueta. Adicionarle aproximadamente 60 ml. de Hexano y agitarlo por espacio de 10 minutos.
- 2) Filtrar por agotamiento a través de un embudo Buchner conteniendo papel de filtro. Usando una bomba de vacío como aspirador, el filtrado se recibe en un Erlenmeyer de 250 ml. y se traslada a una fiola de 50 ml. hasta enrase.

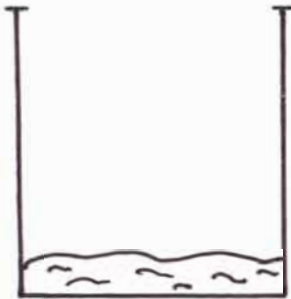
Purificación Cromatográfica

La finalidad de esta parte del procedimiento es la de separar el antioxidante de la grasa.

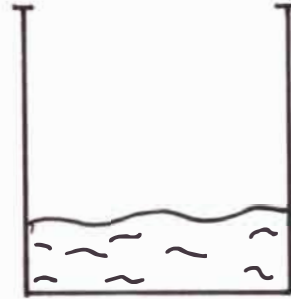
- 1) Preparar en una probeta 50 ml. del solvente eluente. En una columna cromatográfica se agrega la alúmina hasta una altura de 12 cm.; esta alúmina se procede a lavar con Hexano. El solvente debe permanecer siempre cubriendo la parte superior de la alúmina en la columna.
- 2) Cambiar el tipo de luz (por una de color violeta); cerrar las ventanas.
- 3) Pipetear 5 ml. de la muestra filtrada a la columna, observar que comienza a eluir de manera que se obtenga un flujo de 3 gotas por segundo. esto se recibe en un Erlenmeyer de 250 ml.
- 4) Lavar la pipeta con 5 ml. o más de solución eluente preparada y agregar a la columna el resto de la solución.

Determinación de Antioxidante

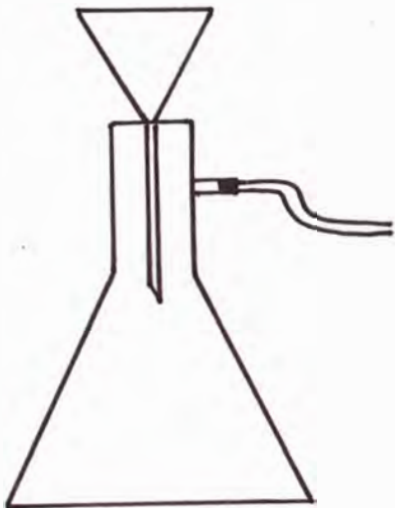
Extracción



Muestra más de
1.2 ml de NH_4OH



Agregar 60 ml
de Hexano y agitar
por 10 minutos

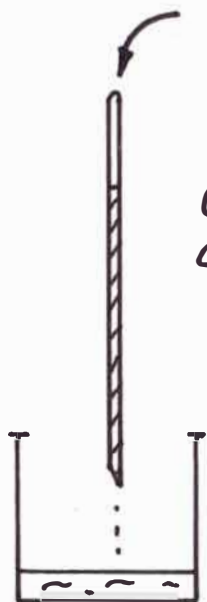


Filtrar a través de un
embudo Buchner



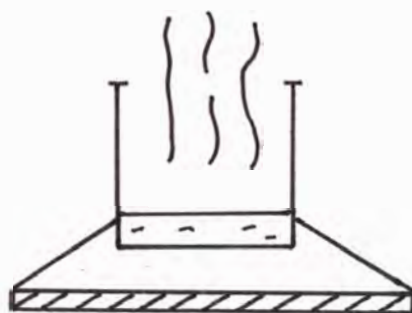
Colocar el filtrado
en una fiola de 50 ml

Purificación Cromatográfica

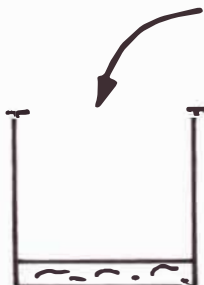


Columna cromatográfica con alúmina

Pipetear 5ml de la muestra filtrada a la columna y recibir en un erlenmeyer de 250 ml



Evaporación en Baño María del solvente



Diluir el residuo de la evaporación en 20 ml de acetonitrilo



Pipetear 5ml de la dilución anterior y agregar a una fiola de 25 ml y luego envasar con acetonitrilo y proceder con la lectura

- 5) El Erlenmeyer conteniendo la solución eluente y el antioxidante se evapora mediante un baño de agua a una temperatura de 80 - 90 °C hasta sequedad y luego proceder a enfriarlo.
- 6) Diluir el residuo de la evaporación en 20 ml. de Acetonitrilo y agitarlo cuidadosamente, luego se pipetea 5 ml. de la dilución y trasladarlo a una fiola de 25 ml. para luego envasarlo con acetonitrilo (Dilusión final).

Preparación de los Standares

- 1) **De Sulfato de Quinina** : Se pesa 53.2 mg. de Sulfato de Quinina (94% de pureza) y se diluye con ácido sulfúrico 0.1N; se traslada a una fiola de 250 ml. y se envasa con el mismo ácido. Esta solución tiene una concentración de 200 ug/ml. Posteriormente se pipetea 0.5 ml. de la dilución anterior y se lleva a una fiola de 50 ml. y se envasa con ácido sulfúrico 0.1N; dicho estándar tiene una concentración de 2 ug/ml. lo que nos va a servir para estandarizar el fluorómetro a 100.
- 2) **De Etoxiquina** : Se pesa 106.7 mg. (pureza : 93.7%) de etoxiquina, se diluye con acetonitrilo y se traslada a una fiola de 100 ml. para luego ser envasado con acetonitrilo. De esta solución se pipetea 5 ml. y se lleva a una fiola de 100ml. y se envasa con acetonitrilo, de éste último estándar se pipetean 2, 1.5, 1 y 0.5 ml. independientemente y se lleva cada uno a una fiola de 50 ml. para envasarlo con acetonitrilo, obteniendo una concentración de 2, 1.5, 1 y 0.5 ug/ml. respectivamente.

Estandarización y Calibración del Fluorómetro

- 1) Prender el equipo en corriente estabilizada y dejarlo por espacio de 15 minutos para que caliente.
- 2) Colocar los filtros apropiados para el fluorómetro (excitación 360 nm y emisión 415 ó 450 nm).

- 3) Colocar una cubeta con acetonitrilo (blanco).
- 4) Graduar el fluorómetro a cero.
- 5) Reemplazar la cubeta del blanco por la cubeta del estándar para ser medida.
- 6) Ajustar la perilla hasta la concentración deseada (100), lo que debe aparecer en la pantalla).
- 7) Luego, retirar el estándar y se procede a calibrar el equipo con los estándares de etoxiquina.
- 8) Leer los estándares de 2, 1.5, 1 y 0.5 ug/ml. Dichas lecturas se llevan a un papel milimetrado y se procede a realizar la curva; es decir, trazar la línea de regresión.
- 9) Luego, leer las muestras a analizar y dichas lecturas se llevan a la curva para determinar su concentración.
- 10) Determinada su concentración, se multiplica por 200, lo que nos va a dar las ppm del remanente de antioxidante.

Determinación de Ácidos Grasos libres

Fundamentación

Esta determinación mide el grado de hidrólisis, esto es, la formación de ácidos de peso molecular más bajo. Así, se considera que niveles relativamente elevados de ácidos grasos libres en la harina de pescado indican que el producto se ha elaborado a partir de un pescado alterado y por tanto potencialmente inadecuado para la alimentación del ganado.

Equipos y Materiales

- Balones Soxhlet de 250 ml.
- Bureta de 25 ml.

Reactivos

- Etanol al 95%
- Fenolftaleína al 15 en alcohol al 95%
- Hidróxido de sodio 0.1N

Procedimiento

- 1) La grasa obtenida de la extracción en Soxhlet es usada.
- 2) Adicionar 50 ml. de alcohol al 95%
- 3) Añadir 2 ml. de indicador fenolftaleína al 1%
- 4) Titular con solución estándar de Hidróxido de Sodio 0.1N
- 5) Agitar vigorosamente hasta la aparición del primer color rosado permanente.
- 6) El color debe permanecer por 30 seg.
- 7) Calcular de la siguiente manera:

$$\% \text{ Ácidos Grasos Libres (expresado como Ácido oleico)} = \frac{\text{ml. de Alkali} \times 2.82}{W}$$

W : Peso de muestra

A continuación se presenta las 2 clases de harina más representativas y sus respectivas composiciones estandarizadas para su venta.

1) Harina de Pescado Estandar

Se trata de una harina de pescado elaborada de diferentes especies (en nuestro caso casi 100% de anchoveta); se emplea en la fabricación, maquinaria convencional, pero el secado de la torta de prensa se efectúa con secadores de

fuego directo ó gases calientes, por lo general este tipo de harina es de color más oscuro que la harina secada a vapor.

2) Harina de Pescado Steam Dried (Secado a Vapor)

Es una harina fabricada en forma similar a la anterior con la diferencia que el secado se efectúa siempre con secadores de vapor. Es decir, es una harina cuyo secado se hace a muy baja temperatura, con lo que se preserva de lo posible destrucción de algunos sólidos finos por la alta temperatura, como ocurre algunas veces en los secadores de fuego directo. Por lo general su contenido proteico puede ser superior que el estandard, pero no se puede establecer como regla, ya que más importancia tendrá la calidad y el estado de la materia prima para el contenido proteico final.

	Harina Estandard	Harina Steam Dried
Proteína, mínima (%)	64	67
Grasa, máxima (%)	10	10
Humedad, máxima (%)	10	10
Sales minerales, máx (%)	17	16
Cloruros, máxima (%)	5	5
Arena, máxima (%)	2	2
Antioxidante, mínimo (ppm)	150	150
BTVN, (mg/100gr) máximo	150	120
Ácidos Grasos libres, max (%)	12	10
Histamina, máxima (ppm)	800	500

ACEITE DE PESCADO

Determinación de Humedad

Es importante esta determinación ya que el comprador paga por el aceite y no por agua. de otro lado, para el proceso da un índice del funcionamiento de las centrífugas; el máximo permitido es 1.0 %.

Equipos y Materiales

- Estufa con graduación hasta 110 °C.
- Desecador con sílica gel deshidratado
- Vaso precipitado de 50 ml.

Procedimiento

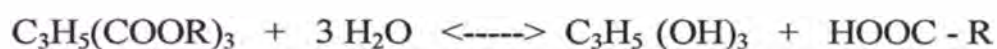
- 1) Pesar el vaso precipitado, anotar el peso, luego pesar 10 gr. de aceite.
- 2) Colocar el conjunto en la estufa por espacio de 3 horas.
- 3) Colocar en el Desecador para que enfríe
- 4) Pesar el conjunto y calcular por diferencia de peso.

$$\% \text{ Humedad} = \frac{(\text{Diferencia de peso}) \times 100 \%}{10}$$

Determinación de Ácidos Grasos libres

Fundamentación

En este método se determina los ácidos grasos libres existentes en la grasa de la muestra como resultado de la hidrólisis de los triglicéidos de acuerdo a la siguiente reacción:



Se tiene un valor máximo de 3%

Equipos y Materiales

- Erlenmeyer de 250 ml.
- Buretas graduadas al 0.1 ml. de 25 ml.

Reactivos

- Alcohol etílico de 95 %
- Indicador de fenolftaleína al 1 5, en solución alcohólica.
- Solución de hidróxido de sodio 0.1N

Procedimiento

- 1) Pesar 5 gr. de aceite y agregar 50 ml. de alcohol etílico de 95 %
- 2) Agregar 3 gotas de fenolftaleína y proceder a calentar hasta primera ebullición
- 3) Titular en caliente con NaOH 0.1N
- 4) Cálculo:

$$\% \text{ Ácidos Grasos Libres} = \frac{(\text{ml. de alcali.}) \times 2.82}{\text{Peso de muestra oleico}}$$

F - Alternativas de Solución, Análisis Técnico - Económico y Selección de lo más conveniente

En los análisis de harina de pescado, concretamente en lo que se refiere a análisis de Antioxidante se realizó la siguiente alternativa de solución. Se propuso reemplazar el hexano por el éter de petróleo por ser un solvente de similares características y desde el punto de vista económico muy importante por la cantidad de análisis que se realizan por ello se realizó un estudio de tal forma que el reemplazo no afecte el resultado final del análisis.

Análisis de Antioxidante

Las pruebas efectuadas han tomado en consideración los siguientes aspectos:

- 1) Estructura Química, polaridad, solubilidad y comportamiento de cada solvente frente a la mezcla grasa más antioxidante.
- 2) Exactitud del método.
- 3) Temperatura y tiempo de evaporación de cada solvente.

1) Estructura Química.

El éter de petróleo y el hexano presentan la misma estructura química por ser hidrocarburos saturados, del grupo de los alcanos. El éter de petróleo está constituido por una mezcla de hidrocarburos (pentano y hexano), con un rango de ebullición de 40 - 60 debido al pentano (39 °C) y hexano (69 °C)

Ambos solventes presentan entonces la misma composición química, están compuestos sólo por carbono e hidrógeno y su estructura los define como líquidos no polares, a diferencia de otros solventes, por ejemplo, el éter etílico, que posee oxígeno en su composición y lo convierte en un solvente polar.

Éter de Petróleo : Solvente no Polar : $\text{CH}_3 - (\text{CH}_2)_3 - \text{CH}_3 + \text{CH}_3 - (\text{CH}_2)_4 - \text{CH}_3$
 Hexano : Solvente no Polar : $\text{CH}_3 - (\text{CH}_2)_4 - \text{CH}_3$
 Éter Eílico : Solvente : $\text{C}_2\text{H}_5 - \text{O} - \text{C}_2\text{H}_5$

En la determinación del Remanente de antioxidante, el éter de petróleo se emplea 2 veces en el proceso analítico.

- a) En la extracción de la grasa y antioxidante de la harina de pescado.
- b) Como eluente mezclado con éter etílico para extraer antioxidante de la columna cromatográfica, los ensayos efectuados han perseguido reemplazar al éter de petróleo en estas dos operaciones, luego de haber probado las otras posibilidades.

De las pruebas realizadas podemos sostener lo siguiente

- a. La extracción de grasa más antioxidante de la harina de pescado que se realizaba con 50 ml. de éter de petróleo puede ser ejecutada con hexano, la solubilidad es la misma por ser ambos solventes no polares
- b. El aislamiento del antioxidante de la columna cromatográfica que actualmente se realiza con una mezcla de éter de petróleo/éter etílico (45.5/4.5) puede ser realizada con una mezcla de hexano/éter etílico (40/10), en este caso es el éter etílico quien extrae al antioxidante por ser un líquido polar.

2) Exactitud del método

Se efectúan 2 tipos de pruebas para determinar la exactitud del método.

- a. Muestras con Valor de Antioxidante conocido se volvieron a analizar con éter de petróleo y con hexano.
- b. Se añadió antioxidante puro a las muestras con valor de antioxidante conocido y se analizaron con éter de petróleo y con hexano.

3) Temperatura y tiempo de evaporización

El éter de petróleo evapora en el rango 40 - 60 °C. El hexano evapora a 69°C, sin embargo el hexano comercial contiene isómeros de menor punto de ebullición.

El tiempo que demora en evaporarse los 50 ml. del eluyente son:

Éter de petróleo/éteretílico (45.5/4.5) = 25 minutos.

Hexano/éter etílico (40/10) = 40 minutos.

Cuadro comparativo de Análisis de Remanente de Antioxidante en Harina de Pescado

Método Antiguo

- 1) Pesar 5 gr. de muestra y añadir 1.2 ml. de NH_4OH
- 2) Extraer la grasa y antioxidante con 50 ml. de éter de petróleo
- 3) Preparar la columna cromatográfica
- 4) Tomar una alícuota de 5 ml. y pasar a través de la columna.
- 5) Extraer el antioxidante con una mezcla de éter de petróleo/éter etílico (45.5/4.5).
- 6) Evaporar en “baño maría” a sequedad.
- 7) Disolver el antioxidante con 20 ml. de acetonitrilo.

Método modificado

- 1) Pesar 5 gr. de muestra y añadir 1.2 ml. De NH_4OH .
- 2) Extraer la grasa y antioxidante con 50 ml. de hexano.
- 3) Preparar la columna cromatográfica
- 4) Tomar una alícuota de 5 ml. y pasar a través de la columna.
- 5) Extraer el Antioxidante con una mezcla de hexano/éter etílico. (40/10).
- 6) Evaporar en “baño maría” a sequedad.
- 7) Disolver el antioxidante con 20 ml. de acetonitrilo

- | | |
|--|--|
| <p>8) Tomar una alícuota de 5ml. y diluir a 25 ml. con acetonitrilo.</p> <p>9) Leer en el fluorómetro</p> <p>10) Calcular las ppm de antioxidante.</p> | <p>8) Tomar una alícuota de 5ml. y diluir a 25 ml. con acetonitrilo.</p> <p>9) Leer en el fluorómetro</p> <p>10) Calcular las ppm de antioxidante.</p> |
|--|--|

Exactitud del Método.

Muestras con Valor de Antioxidante conocido:

	Muestra 1	Muestra 2
Valor conocido de Antioxidante	213	347
Éter de petróleo	208	332
Valor Obtenido		
Hexano	217	364
Éter de petróleo	2.35%	4.32%
Error relativo		
Hexano	1.88%	4.90%

Adición de Antioxidante puro a muestras con valor de Antioxidante conocido

Muestra 1:	Analizada con Éter de Petróleo	
	Valor conocido de Antioxidante	= 400 ppm
	Adición de Antioxidante puro	= 5967 ppm
	Valor total teórico	= 6367 ppm
	Valor obtenido	= 5190 ppm
	exactitud (recuperación)	= 81.50%

Muestra 2:	Analizada con Hexano	
	Valor conocido de Antioxidante	= 413 ppm
	Adición de Antioxidante puro	= 4036 ppm
	Valor total teórico	= 4449 ppm
	Valor obtenido	= 3660 ppm
	Exactitud (recuperación)	= 82.20%

G – CONCLUSIONES

- La extracción de la grasa y antioxidante de la harina de pescado puede realizarse con éter de petróleo o con hexano, el comportamiento es similar por ser solventes no polares.
- El aislamiento del antioxidante de la columna cromatográfica que se realiza con una mezcla de éter de petróleo/éter etílico puede reemplazarse por la mezcla hexano/éter etílico. Aquí el solvente que extrae el antioxidante es el éter etílico por ser polar.
- El tiempo de evaporación de la mezcla hexano/éter etílico es mayor que la mezcla éter de petróleo/éter etílico (40' contra 25'). Sin embargo, se considera que esta desventaja no es muy significativa en relación al tiempo total que dura el análisis y a otros factores; como por ejemplo en cuanto a la urgencia del resultado de análisis (el tiempo para dar el resultado no es apremiante, puesto que las ventas se hacen programadas dando un margen significativo para emitir los resultados; cabe señalar que se da el resultado de el promedio de 2 análisis de antioxidante por muestra). Otro factor importante es del ahorro en dinero, el cual se muestra a continuación:

Factores por muestra.	Eter de Petróleo.	Hexano (propuesto).
Empleo adicional de éter etílico (ml).	-----	5.5
Costo adicional de éter etílico (\$).	-----	0.22 (1 lt= \$40).
Solvente total empleado (ml).	95.5	90
Costo de solvente por litro.(\$).	80	38
Costo de solvente total empleado (\$).	7.64	3.46
Costo total de solventes usados (\$).	7.64	3.68
Ahorro por muestra (\$).	-----	3.96
Ahorro por mes (número de muestras analizadas en promedio = 120).	-----	475.2
Ahorro por año (\$).	-----	5702.4
Ahorro real, por 3 meses de veda (\$).	-----	4276.8

- De las pruebas realizadas se concluye que los resultados obtenidos tanto con éter de petróleo como con hexano no presentan mayor diferencia; en el Análisis de Exactitud, en las muestras a las que se añadió antioxidante puro, el porcentaje de recuperación es similar.
- El precio de éter de petróleo a hexano, casi siempre está en la relación de 2 a 1, por ello este método modificado económicamente es muy aceptable.

II-2.- SUDAMERICANA DE FIBRAS S.A.

A) El Órgano Empresarial

En esta empresa se viene desarrollando el trabajo de Jefe de Turno de producción en la Planta de Hilandería, que viene a ser una de las 5 plantas dentro del Complejo Industrial, ubicado en Av. Néstor Gambetta #6815 - Callao, Perú.

La empresa pertenece al Sector Textil; la producción es la de fibra acrílica, la misma que se vende al mercado del Grupo Andino e interno.

La Estructura Orgánica de la empresa se puede apreciar en el organigrama que se presenta en la siguiente página.

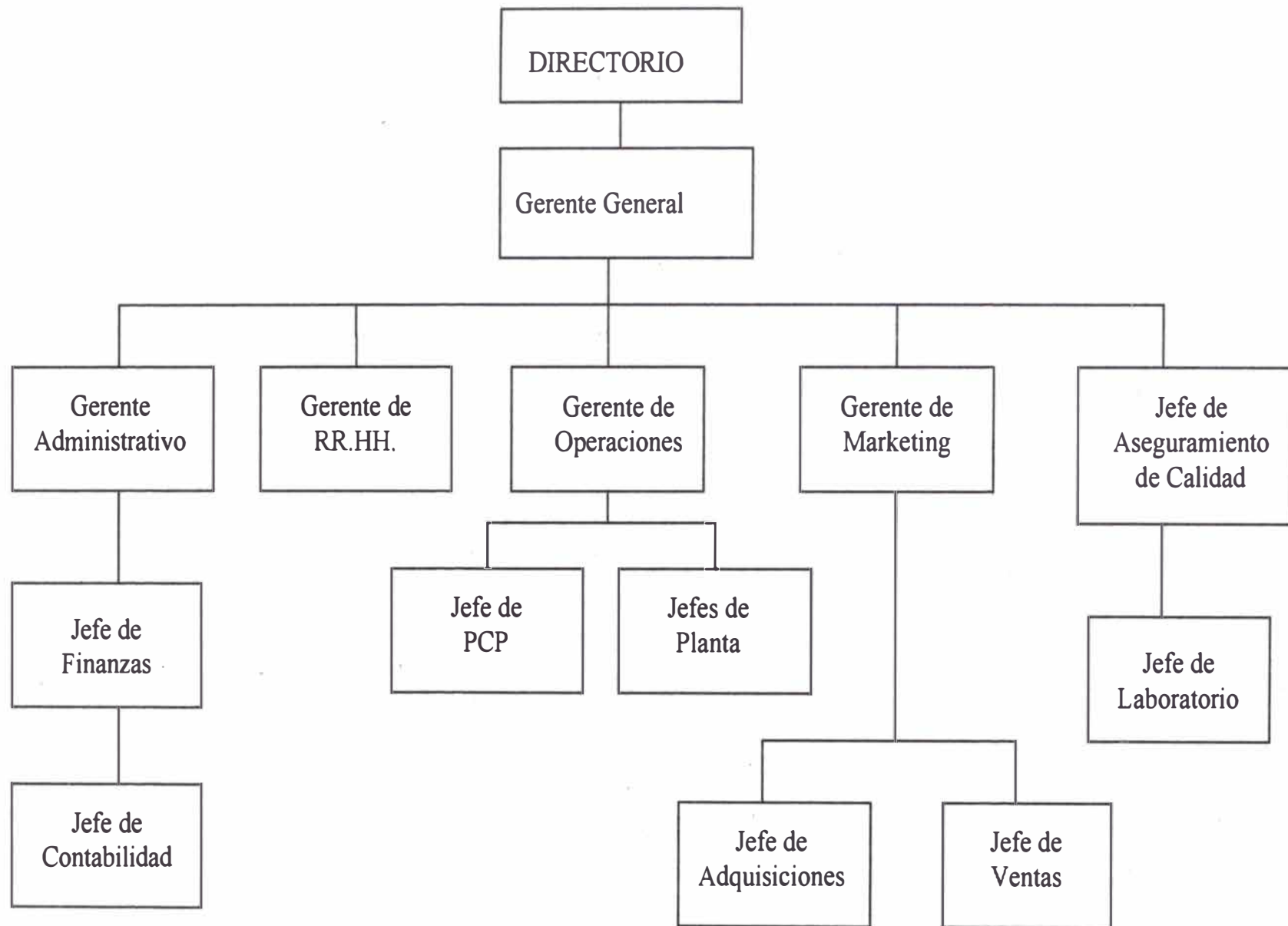
La empresa tiene 5 plantas a saber:

1) Planta de Energía

Esta planta provee de energía eléctrica a las otras 4 plantas de producción, asimismo provee vapor sobrecalentado de 25, 15 y 5 bar de presión, agua desmineralizada, agua de enfriamiento, agua para servicios, nitrógeno y aire a presión

2) Planta de Polimerización

En esta planta se produce el Poliacrilonitrilo en forma de un polvo seco. Este polvo es de color blanco y es enviado por presión de nitrógeno a los Tanques de Almacenamiento, llamados Silos, de la Planta de Hilandería.



Estructura Orgánica de Sudamericana de Fibras S.A.

3) Planta de Hilandería

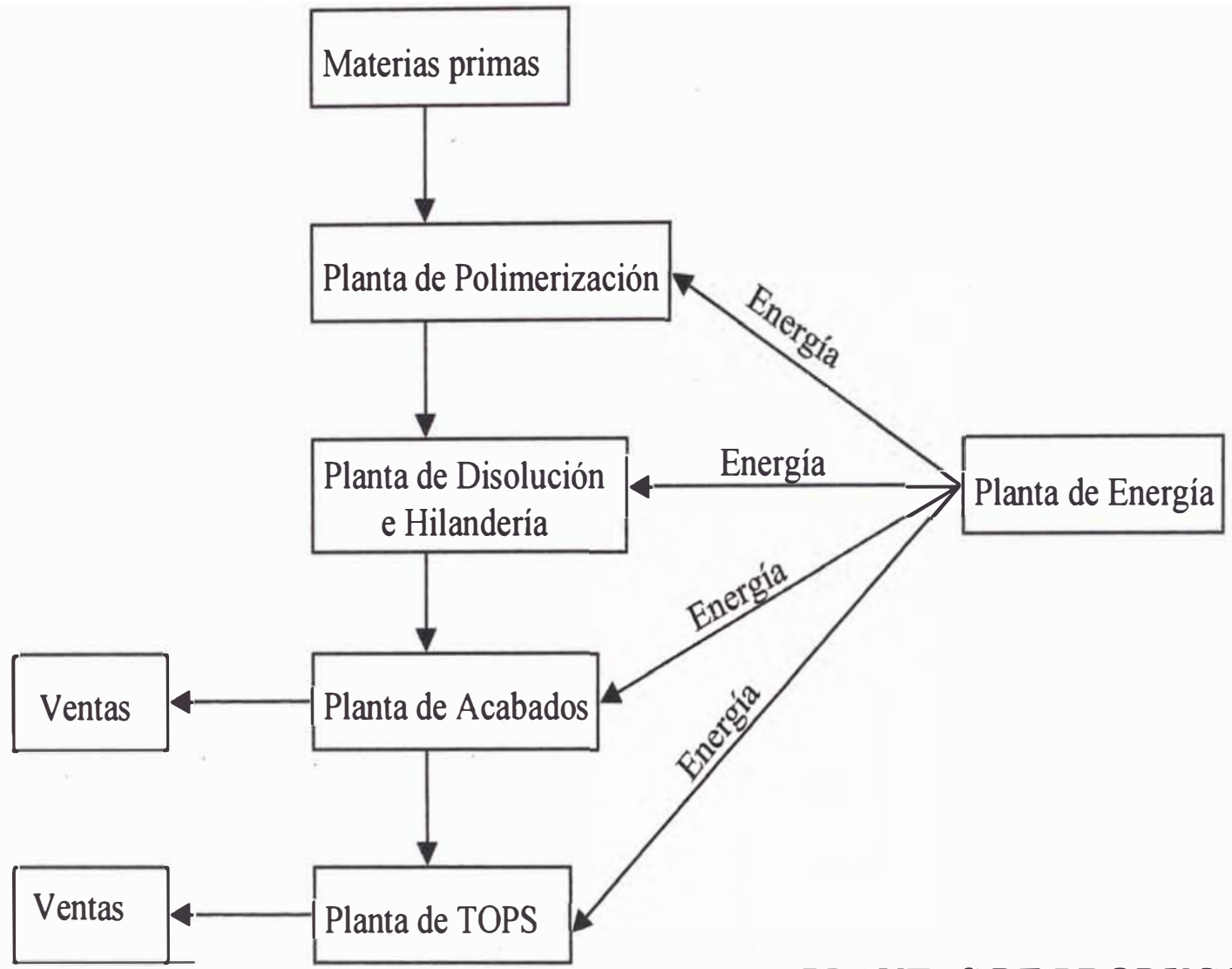
Aquí se produce la fibra acrílica en bruto; previamente el polvo seco de poliacrilonitrilo se mezcla con un solvente en proporciones definidas para luego recibir un tratamiento térmico, obteniéndose la fibra acrílica en bruto.

4) Planta de Acabados

En esta planta se le da propiedades de estiraje, textura y acabado final a la fibra producida en la planta anterior. Asimismo en esta planta se recupera parte del solvente utilizado en la planta anterior.

5) Planta de TOPS

Aquí se le da un valor agregado a la fibra producida en la Planta de Acabados, como es longitud, estiraje y peso.



PLANTAS DE PRODUCCION

B - Relación Profesional - Empleador

La condición de trabajo era de empezar un período de Prueba por 6 meses y luego, de acuerdo al rendimiento pasaba a nombramiento, actualmente se está trabajando bajo esta condición.

El área de trabajo es Producción, específicamente supervisor de Producción en la Planta de Hilandería, y consiste en llevar un control del proceso con la finalidad de obtener un producto de buena calidad.

Actualmente en la empresa se viene impartiendo charlas de introducción al Sistema ISO 9000, en todos los sectores de las plantas con la finalidad de tener una mayor garantía de calidad en el mercado y poder competir en el mismo.

Cabe señalar que dentro de la condición de trabajo se estipula trabajar en turnos rotativos de 8 horas por 7 días con 1 día de descanso a producción continúa.

C - Trabajo Profesional Desarrollado

El cargo desempeñado es de Jefe de Turno de la Planta de Hilandería. Las funciones asignadas son la de supervisión y control del proceso durante el turno, así como la dirección y supervisión del trabajo del personal en planta.

Entre otras funciones tenemos también la de coordinar los trabajos de mantenimiento a realizar en Planta, realizar labores administrativas como control de asistencia, evaluación y movimientos del personal, supervisión del correcto llenado de los formatos de control de proceso por parte del personal en planta.

El tiempo de prestación de servicios va siendo de 1 año más 9 meses.

D - Funciones desempeñadas que necesitaron el conocimiento de técnicas profesionales

Por turno, cada Jefe de Turno administra 9 trabajadores, distribuidos en distintas áreas de la planta. El personal de operaciones cuenta básicamente con estudios secundarios, y algunos con estudios técnicos. Se cuenta con un 80% de personal calificado con conocimientos del proceso productivo de la planta, esto es consecuencia de un sistema de capacitación periódica.

Entre los formato de registro de actividades tenemos:

Registro de Condiciones de trabajo de una máquina.

Formato 3

MAQUINA 1								
HORA	FAE	TAE	TAC	TD	RPM	JALADO	DTEX	OBSERVACIONES

- FAE : Flujo de aire a las máquinas (m³/h)
 TAE : Temperatura de aire a las máquinas (°C)
 TAC : Temperatura de precalentamiento a la Solución.
 TD : Temperatura de Diphyl. (°C)
 RPM : Velocidad de Hilado
 JALADO : Velocidad de Estiraje (m/min)
 DTEX : Tipo de fibra

Registro de Disoluciones**Formato 4**

CIRCUITO 1							
SILO							
TANQUE							
CARACOL							
INICIO							
FINAL							
T FINAL CALENT.							
INICIO HILADO							
FIN HILADO							
CONCENTRACION							
VISCOSIDAD							

Estos formatos son los más importantes dentro del desarrollo del proceso de Disolución e Hilandería. En ellos se plasma desde la preparación de la solución acrílica hasta su hilado y condiciones de las mismas.

En estos registros el Jefe de Turno lleva el control del proceso y supervisa que todo marche en las condiciones debidas; si hubiera alguna modificación la misma es transmitida al Jefe de Turno entrante bajo un cuaderno de resumen de sucesos y estado final en que se deja la planta.

En este cuaderno también se deja constancia de como queda la columna de Destilación (Recuperación del Solvente). En este cuaderno se deja escrito el nivel de mezcla que queda por destilar, el flujo de soda neutralizante, el flujo de mezcla procesada, la concentración de solvente que se pierde en el tope de la columna de coloraciones obtenida en el destilado y la cantidad de solvente con que se cuenta para el proceso.

En el proceso de Destilación se lleva el siguiente formato de control.

Formato 5

Hora	Nivel de tq mezcla(%)	Flujo de mezcla(m3/h)	A.C.	Nivel de tq destilado	Color	Flujo de soda	PH mezcla

A.C. Concentración de Solvente en el tope de la columna.

En el desarrollo del trabajo profesional se emplean técnicas de separación como lo es el proceso de destilación, evaporación y mezcla.

Decimos Destilación, porque en la planta el solvente empleado (dimetil formamida) para disolver al polímero Poliacrilonitrilo se recupera de una mezcla con agua mediante este proceso.

En cuanto al proceso de Evaporación, se utiliza para separar la mezcla entre el polímero y el solvente, de tal manera que se obtiene la fibra acrílica seca como producto en bruto y el solvente se recupera en un proceso posterior.

La mezcla entre el polímero y el solvente es importante ya que permite bajo condiciones de temperatura y presión poder realizar el hilado de la fibra acrílica que se va a obtener.

E - Alcances y características del Proceso

Para conocer el proceso en esta planta, describiremos el mismo y mencionaremos los aportes efectuados.

Disolución

- **Silos de Poliacrilonitrilo**

Son recipientes circulares (5) con una capacidad de almacenamiento de 40 ton. de poliacrilonitrilo (PAN). El polvo PAN, que es enviado de la planta de polimerización, es almacenado en los silos bajo una atmósfera de nitrógeno.

El exceso de nitrógeno que pudiera existir en los silos por efecto de cada descarga de PAN en los mismos, pasa a través de un sello de agua a la atmósfera. El contenido de oxígeno en el silo es medido y mantenido en menos del 8% ; el control del contenido de oxígeno tiene como fin la inertización del polvo de PAN

y evitar así una explosión de polvo. Explosiones de polvo pueden producirse si se dan las condiciones de una concentración elevada de polvo y oxígeno en el aire.

El peso contenido en cada silo es medido por medio de cilindros de presión y registrado en los tableros de control.

El silo es descargado por la parte inferior de forma cónica, en cuya parte final se encuentra una válvula manual y otra neumática. Para fluidizar la parte inferior del silo, durante el vaciado, se insufla nitrógeno por la parte cónica.

- **Balanzas de PAN**

Hay cuatro balanzas de 3 ton. de capacidad, de forma cilíndrica, cuya parte inferior tiene forma cónica.

El proceso de llenado de las balanzas es automático. Los valores nominales máximo y mínimo se pueden regular a voluntad. El llenado comienza cuando se oprime el impulsor y se abre la válvula neumática y ésta se cierra cuando el peso llega al valor nominal máximo.

La balanza se descarga automáticamente al oprimir el impulsor del proceso de disolución, la descarga termina cuando el peso llega al valor nominal mínimo. En la parte inferior cónica de la balanza se encuentra el “removedor”, accionado por un motor eléctrico. Este facilita la caída del PAN al dosificador que es accionado también por un motor eléctrico y dotado además de un regulador de velocidad PIV, el dosificador regula la cantidad a descargarse de la balanza al caracol de Hilandería.

- **Balanzas de DMF**

Son cuatro recipientes cilíndricos de 10 m³. El llenado se realiza al presionar el impulsor que acciona la bomba de llenado, ubicada en Destilación y al mismo tiempo abre la válvula automática a la entrada de la balanza. Cuando el peso llega al valor nominal máximo, regulado anteriormente, se desconecta automáticamente la bomba y se cierra la válvula.

- **Caracoles de Disolución**

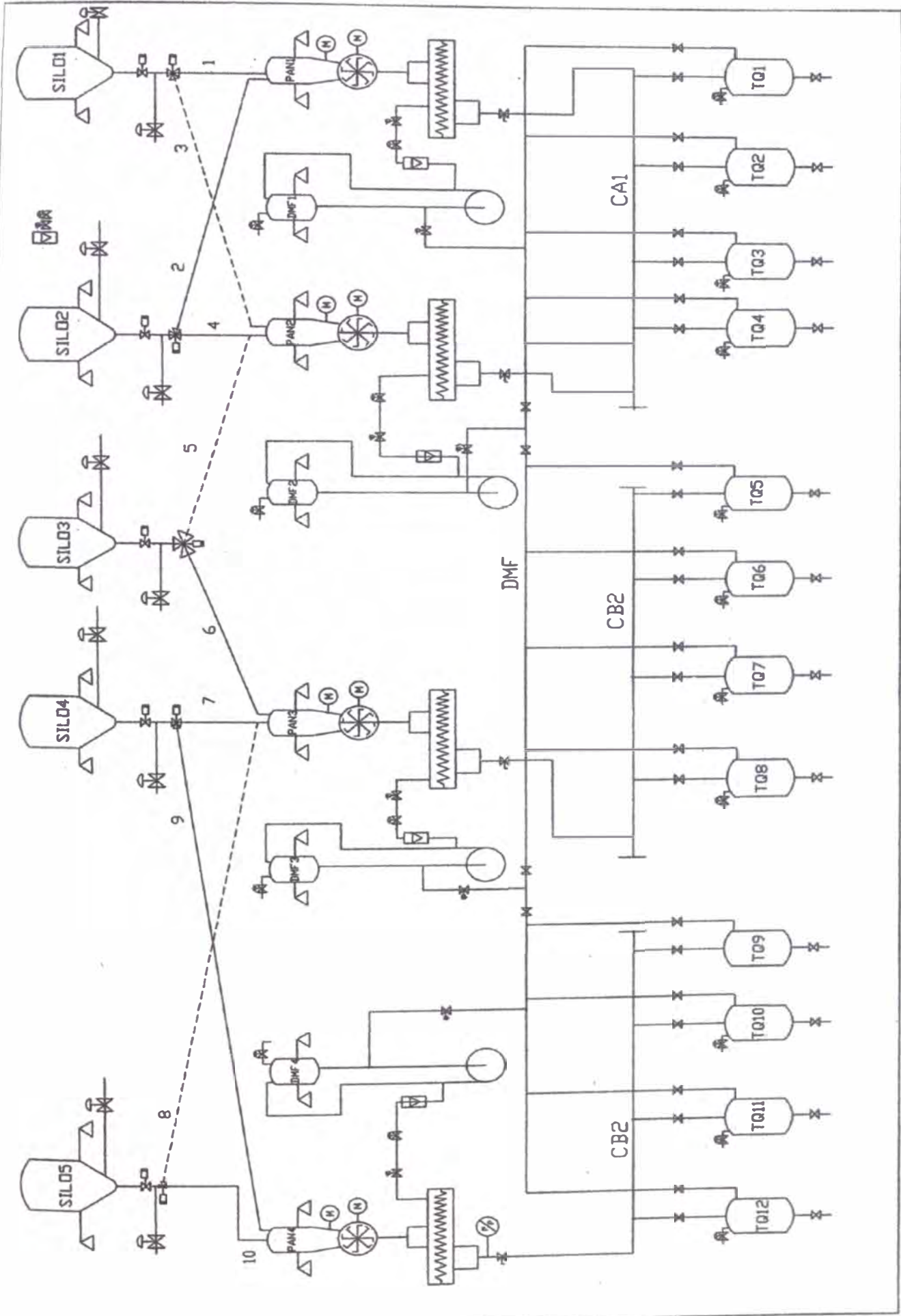
Existen cuatro caracoles de Disolución, a cada balanza de PAN le corresponde un caracol de Disolución.

Al accionar el impulsor del proceso de Disolución, funciona el caracol de Disolución, arranca la bomba de DMF y se abre la válvula automática de entrada. De esta manera se permite primero el paso de DMF al caracol, después de 10 segundos funciona el removedor y el caracol de dosaje, cayendo PAN al caracol de Disolución.

Entonces se mezclan los dos componentes (PAN + DMF) y son impulsados hacia el tanque de Disolución. La presión en el caracol de Disolución es regulada variando el flujo de DMF (5 - 6.5 m³/h). La regulación de la cantidad de DMF que fluye al caracol, se efectúa por medio de una válvula de regulación, que es accionada desde la Sala de Mandos. El circuito mencionado de disolución se muestra en un diagrama de flujo en la siguiente pagina.

- **Tanques de Disolución**

Los tanques de Disolución son recipientes cilíndricos, provistos de un agitador en forma de ancla, cuyos brazos se prolongan hacia arriba. Los brazos tienen paletas movibles, provistos de planchas de teflón. El tanque tiene además en la parte exterior de sus paredes, tuberías de intercambio de calor, en forma de espiral. El intercambiador del tanque se realiza por medio de vapor de 5 bar.



En las entradas de los tanques, tanto para la Disolución como para el resto de DMF, existen válvulas manuales provistas de contactos que aseguran que sólo es posible disolver en un tanque, cuando las válvulas de éste se encuentren abiertas y las válvulas de los otros tanques del mismo circuito estén cerradas. Los agitadores de los tanques permanecerán en funcionamiento desde el inicio de disolución hasta que el tanque alcance su temperatura (85°C).

HILANDERIA

- **Máquinas de Hilar**

La solución enviada de los tanques de Disolución por medio de una bomba volumétrica, se envían a las máquinas de hilar. La solución pasa luego a la tubería de alimentación de las bombas de hilar, que son las que dosifican y bombean la solución a través de los precalentadores y luego hacia las toberas de hilar. Los precalentadores sirven para calentar la solución antes de pasar a la tobera; es precalentada con agua sobrecalentada a la que anteriormente se ha calentado con vapor de 15 bar. Esta agua se calienta a 125°C.

Cada máquina de hilar consta de 30 toberas de hilatura. La tobera se encuentra sostenida por medio del tubo sostén de tobera. La solución en forma de hilos, formada por la tobera, baja a través del túnel de hilado. El hilado calentado por el aire caliente proveniente de los luvos (calentadores de aire, a base de combustible) fluye también de arriba hacia abajo a través del túnel de hilado y evapora el DMF contenido en la solución en forma de hilos. El aire caliente (a una temperatura determinada) conteniendo el DMF gasificado es absorbido y conducido por la parte posterior hacia los enfriadores. Es esta manera también se absorbe aire del ambiente por la parte inferior de los cabezales cónicos (compuertas de salida de la fibra), lo que ayuda a enfriar los hilos.

Los hilos de PAN salen por la parte inferior del cabezal cónico y son humedecidos (con agua a 500 L/h) por unas guías; con la finalidad de que estos no se peguen y enreden o enrollen los rodillos de jalado (quinteto). Los rodillos de jalado son los que jalan la banda formada por la unión de los filamentos provenientes de 30 toberas.

Entre las guías de humectación y el quinteto se encuentra un rodillo de cerámica de accionamiento libre en el cual está instalado el sistema sensor de velocidad de jalado.

La banda es tomada inmediatamente después de estos por los rodillos dentados y enviada a los tachos donde es recogida y almacenada temporalmente para su posterior envío a la planta de Acabados.

Para aprovechar todo el volumen del tacho y recuperar parte del DMF contenido en la banda se prensa en forma periódica y automática la banda depuesta en los tachos. Mediante succión a través de un sistema de vacío se envía la mezcla de DMF más agua al tanque colector.

Los túneles de hilado poseen a todo lo largo una camiseta o chaqueta por la que circula (por convección) Diphyl calentado con vapor para evitar un enfriamiento brusco del aire de hilado. El calentamiento de los túneles con Diphyl es a una temperatura determinada para cada DTEX (unidad de medida textil) a producir.

Todo el solvente recuperado (DMF) se almacena en un tanque de mezcla (DMF + agua) para luego ser bombeado al tanque de mezcla en la zona de Destilación, en donde se separará del agua.

RODILLOS DE JALADO Y PRENSA DE TACHOS

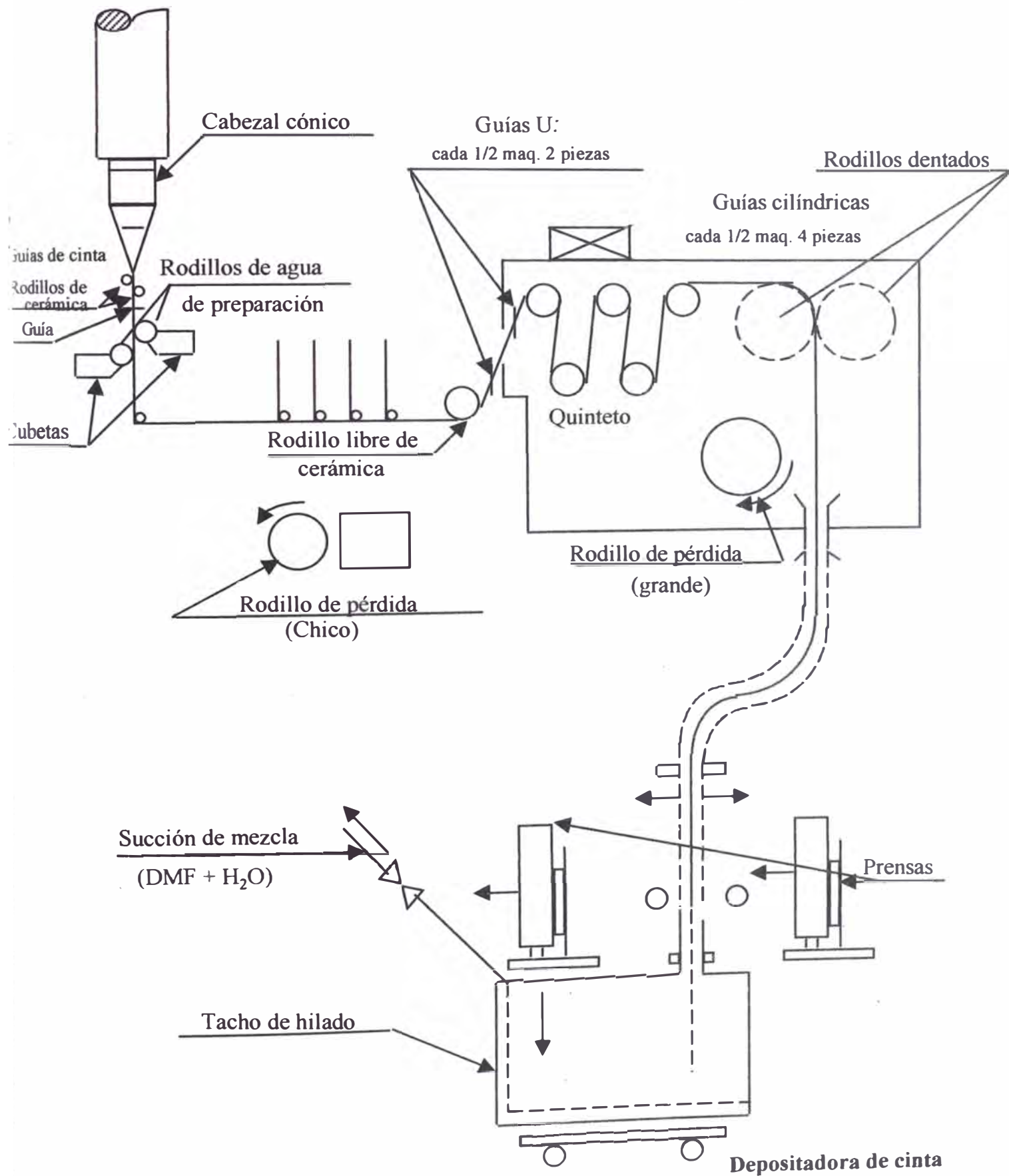
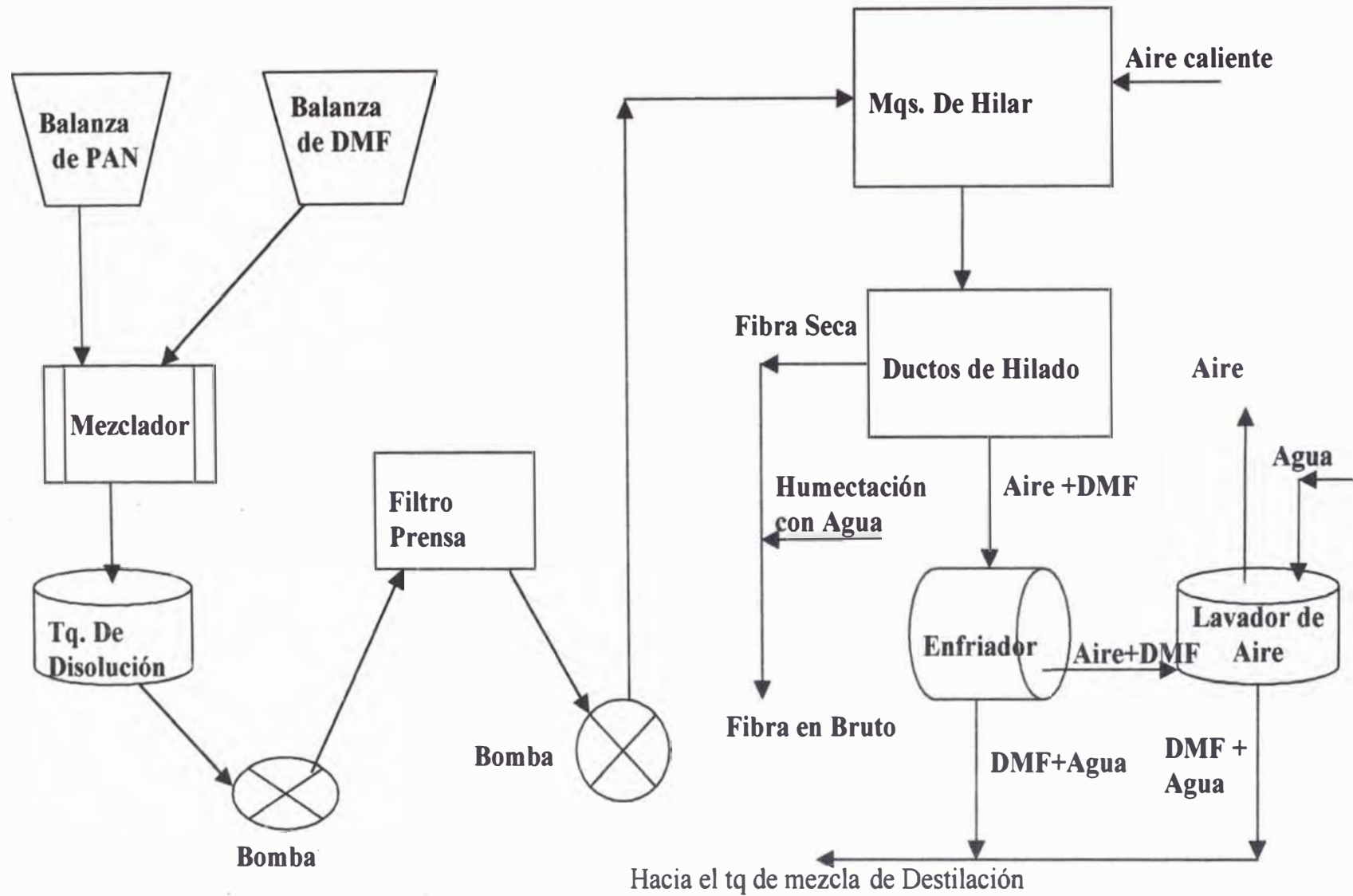


DIAGRAMA DE PRODUCCION DE FIBRA ACRILICA



- **Destilación del solvente (DMF)**

Casi el 97-98% del DMF que se utiliza en la producción de la fibra acrílica es recuperado.

Como se mencionó anteriormente, la mezcla (DMF + agua) proveniente de los enfriadores y sistema de succión de tachos, es recuperada a través de la Destilación.

La concentración de la mezcla a destilar varía entre 50 y 60 % de DMF. Esta mezcla alimenta a la columna de destilación donde se efectúa la separación para la obtención del DMF puro.

El DMF destilado proveniente de la columna de destilación es recibido en depósitos intermedios. Una vez verificada la calidad del destilado, éste se bombea al tanque de servicio, el cual alimenta por medio de una bomba a las balanzas de DMF de disolución.

Actualmente existen dos columnas de destilación con 42 platos y con pisos tipo campana. Una de ellas tiene capacidad máxima de $10\text{m}^3/\text{h}$ y la otra de $16\text{m}^3/\text{h}$ de mezcla. A parte de su capacidad, ambas columnas son del mismo tipo.

La alimentación de mezcla (DMF + agua) a la columna se hace por medio de una bomba y la cantidad se regula por medio de una válvula automática provista de un rotámetro. Antes de entrar a la columna, la mezcla pasa por un intercambiador de calor en espiral, calentado por el DMF caliente que sale de la columna.

La mezcla, al entrar a la columna, llega a un intercambiador de calor situado entre el piso 13 y 14. Este intercambiador es calentado con DMF gasificado, proveniente de la válvula de cadena y por otro lado por vapores del condensado de los hervidores del fondo de la columna. Los fondos de la columna

se mantienen a una temperatura de 124 °C a un vacío de 180 torr; el tope se mantiene a 66°C.

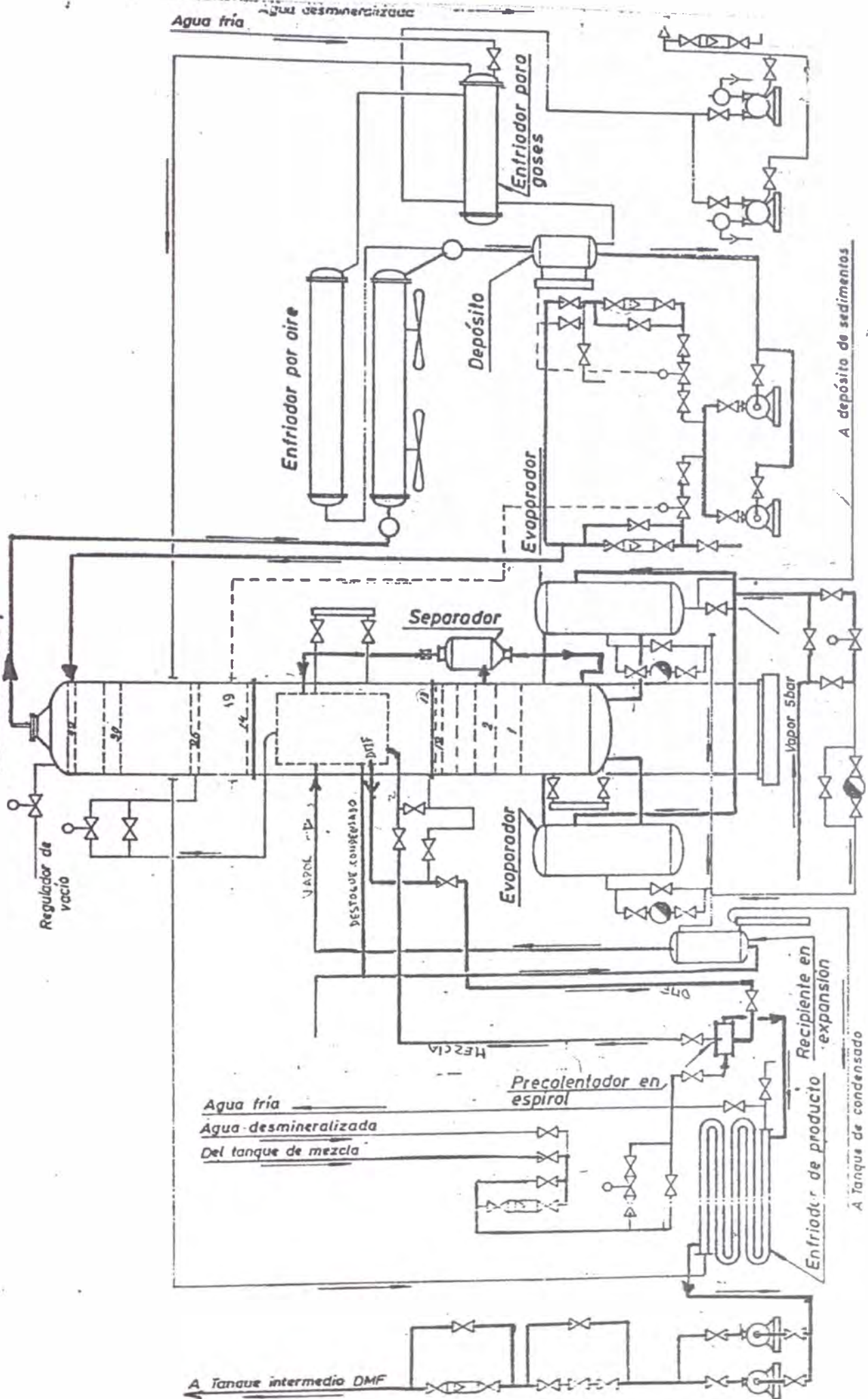
Al empezar a evaporarse la mezcla, el componente más liviano (agua) empezará a subir en forma gaseosa a través de los platos y el componente más pesado (DMF) empezará a descender a través de los platos hasta acumularse en los fondos de la columna y alcanzar finalmente un equilibrio de fases en cada plato.

En el fondo de la columna y en forma externa se encuentran los hervidores (dos en columna #1 y tres en columna #2), que son intercambiadores de calor de haz de tubos calentados por vapor de 5 bar. Estos son los que evaporan el DMF acumulado en el fondo de la columna.

El vapor de agua que sale por el tope de la columna es enfriado en un condensador y se acumula en un depósito y se divide en 2 partes: una de ellas regresa a la parte superior de la columna, haciendo la función de reflujo; mediante este reflujo se regula y controla la temperatura del plato #42 (plato superior) a 68 °C. (para evitar pérdidas del solvente); la otra va al desagüe y regula el nivel del depósito de agua.

El DMF en forma de gas se obtiene del segundo piso de la columna y entra a un recipiente o separador de gases situado en la parte exterior de la columna misma. En este separador sube la fase gaseosa hacia una válvula llamada de cadena que regula el flujo de vapor del DMF mientras que el DMF líquido baja a los fondos de la columna. El DMF gaseoso que sube al abrirse la válvula de cadena, llega al intercambiador de calor entre los platos 13 y 14. Este nivel se regula mediante una válvula automática y un rotámetro que indica el flujo de salida del DMF destilado. A continuación se presenta el diagrama de flujo de la destilación del solvente dimetil formamida (DMF).

DISTILACION DMF (COLUMNA)



Antes de esto, pasa por el intercambiador de calor de espiral y calienta la mezcla DMF + agua de entrada y por un serpentín de enfriamiento por agua, luego es bombeado a los tanques intermedios de destilado. A este DMF destilado se le realiza un control de calidad como lo es el porcentaje de agua que no debe exceder de 0.1%.

F- Alternativa de Solución : Desgaste de las Bombas de Hilar.

En los últimos años en Sudamericana de Fibras S.A. se ha visto con bastante preocupación que la duración de las bombas de hilar tienen como promedio 2 años debido a los desgastes excesivos originados por el ataque químico que se produce durante el proceso de producción, lo cual se traduce en corrosión. Para contrarrestar la corrosión y los desgastes se han hecho pruebas y análisis para determinar el origen de los mismos, los cuales se detallan más adelante.

El estudio se enmarca en 2 partes:

- En el análisis de 2 bombas de hilar que se usan típicamente en la planta; una bomba de hilar de aluminio y otra de fierro
- Influencia del ácido fórmico en la corrosión de las bombas de hilar

F-1 - Análisis de la Bomba de Hilar:

Las bombas de hilar que se usan en la planta son de 2 clases, de aluminio y de fierro.

Bombas de Aluminio

Es la que presenta menor desgaste; aún cuando la capa protectora se ha consumido totalmente, los dientes del engranaje conservan su forma y no se observa que presente ataque por corrosión.

En las partes laterales se observa desgaste por rozamiento contra las tapas laterales. Esto se debe al juego en el eje. Las tapas son de fierro y presentan un fuerte desgaste por corrosión y rozamiento.

En el laboratorio se examinaron las costras metálicas encontradas; informando que tienen restos de sulfuros, por lo que no es conveniente usar tapas de fierro con bombas de aluminio.

El desgaste de las tapas quita eficiencia a la bomba; la tapa central de aluminio no presenta ataque por corrosión pero sí por rozamiento.

Bombas de Fierro

Esta bomba es la que presenta mayor corrosión; las costras metálicas indican la presencia de sulfuros. Asimismo, los dientes de los engranajes están totalmente desgastados por el lado de la interacción con el otro engranaje. Se observa que la corrosión es causada por ácido sulfhídrico. Estas costras que se desprenden quedan retenidas en los filtros de las toberas de hilado. La tapa central presenta desgaste por corrosión y rozamiento.

A continuación se presenta un cuadro de resumen de la reducción del diámetro de los engranajes de ambas bombas al cabo de 1 año.

Bomba de Hilar	Diámetro inicial (mm)	Diámetro final (mm)	Diferencia (mm)	% desgaste de la bomba
Aluminio	45.90	45.45	0.45	4.1
Fierro	45.90	44.60	1.30	8.6

El cuadro anterior es un resumen de los datos tomados mensualmente en los cuales se observó el desgaste progresivo y proporcional.

F-2 - Influencia del Acido Fórmico en el desgaste de la bomba de hilar

El objetivo es la de determinar si el ácido fórmico que se forma como parte de la descomposición del solvente usado en el proceso (Dimetil Formamida – DMF), corroe a las bombas de hilar de aluminio con carcasa de fierro.

Para este efecto, la bomba de hilar se lavó y se pulió bien, se examinó en el microscopio; detectándose que hay zonas bien pulidas y zonas que todavía tienen corrosión por picadura. La bomba se pesó y se dejó en un baño de ácido fórmico concentrado, a temperatura ambiente por 7 días; observándose que al cabo de este tiempo el ácido adquiere un color rosado.

Según el informe del laboratorio, el color rosado observado se debe a la alta presencia de fierro en la solución (determinación cualitativa). Luego de este período la bomba se examinó nuevamente al microscopio observándose que no había ocurrido ningún cambio.

A continuación se presenta un cuadro con la pérdida de peso de la bomba al cabo de 21 días.

Días	Pérdida de peso (%)
7	0.030
14	0.034
21	0.039

G) Conclusiones

- La bomba de aluminio tiene mejor resistencia que la de fierro, no es conveniente usar diferentes materiales en una misma bomba.
- De acuerdo al análisis de laboratorio, la corrosión se debe a la presencia de ácido sulfhídrico, el origen de este ácido puede estar en la reducción de los grupos sulfato y sulfito a sulfuros. Estos radicales provienen de la planta de polimerización.

Se recomienda el uso de bombas de aluminio y la reducción de SO₂ en los reactores de la planta de polimerización.

- El ácido fórmico corroe lentamente a la bomba de hilar. Para ello se recomendó neutralizar el ácido fórmico en la línea de mezcla (agua + DMF) que se va a destilar en la columna de destilación.

El ácido fórmico que se obtenía en el destilado (DMF) hasta hace 2 años era del orden de 0.400 a 0.500 g/l; con la neutralización con soda cáustica (50% p/p) se ha reducido a 0.030 - 0.050 g/l, con una dosificación de PH de entre 5.5 a 6.0 .

III) RESUMEN

En primer término, como se ha descrito en la actividad pesquera, es muy importante la labor del profesional en control de calidad; ya que de sus resultados de análisis dependerá la categorización de cada lote de harina de pescado producido, como también la del control del proceso en si.

Asimismo, cabe destacar la importancia de reducir costos y secuencias de análisis siempre y cuando ello no repercuta en una alteración de los resultados finales, como es el caso que hemos descrito, la del reemplazo del éter de petróleo por hexano en la determinación del antioxidante en la harina de pescado. Esto es una modificación significativa ya que con sustento técnico se ha demostrado que los resultados finales casi no tienen ninguna diferencia; la diferencia radica en el ahorro económico que conlleva a esta determinación.

El área de Control de Calidad no solo debe llevarse a cabo en el producto final sino que también al mismo desarrollo del proceso en si, para así poder tener un control más eficaz del producto que se va a obtener, ello también conlleva a manejar mejor los parámetros de producción en función del estado de la materia prima que se va a procesar.

En cuanto al área de producción de fibra acrílica, podemos agregar que el profesional debe tener una sólida formación para poder comprender e interpretar los procesos que se realizan ya que ello conllevará a un control efectivo sobre el proceso y hacia una mejora en la optimización del mismo. En el caso mencionado de los desgastes de las bombas de hilar, se ha descrito un primer estudio que se ha realizado para ver si se observan mejoras sustanciales en el futuro. En el proceso de neutralización del ácido fórmico tiene un efecto secundario como es la de formación de sales de formiato de sodio en los fondos de la columna de destilación ocasionando que paulatinamente se forme una capa aislante de sales

como también el los hervidores; bajando su eficiencia y por ende ocasionando una parada del proceso de destilación con la finalidad de lavar la columna (remoción de sales). Por ello se recomendó tácitamente que el PH de la línea de mezcla no debe ser necesariamente 7.0 sino el necesario para mantener bajo el nivel de ácido fórmico, por ello se llegó a un rango de PH de 5.5 a 6.0, con una dosificación por intermedio de una bomba dosificadora de soda. En dicho rango de PH la concentración de ácido fórmico se mantiene bajo, una dosificación mayor no tiene diferencia en la concentración final del mismo ácido.

Actualmente se ha pedido al sector de Mantenimiento los planos de diseño de los equipos con la finalidad de realizar calculos respecto a la transferencia de calor efectiva en el proceso, y así proponer una mejora en el proceso ya que actualmente se trabaja de acuerdo a la experiencia de muchos años.

IV) BIBLIOGRAFÍA

- Chrem Marcos, Diciembre 1980, “Producción en Bayer Industrial”, Bayer Industrial S.A., Volumen 4, pag. 15 a 40.
- Windsor Malcolm, “Subproductos de la Industria Pesquera”, Acribia – Zaragoza, España , 1980, 145 pag.
- E. Bernardini, “Tecnología de Aceites y Grasas”, Alambra- Madrid, España, 1973, págs. 229-234, 404-413, 450-452.
- Alton Bailey, “Aceites y Grasas Industriales”, Reverté – Barcelona, España, 1951, págs. 4-17, 37-56.
- Burgess, “El Pescado y las Industrias Derivadas”, Acribia – Zaragoza, España, 1971, págs. 229- 263.

APENDICE 1

SISTEMA DE ANÁLISIS DE RIESGO Y CONTROL DE PUNTOS CRÍTICOS (HACCP)

Este sistema tiene su base científica, nos permite identificar estos riesgos específicos y considerar las medidas para su control con el fin de garantizar la inocuidad y calidad de los alimentos. es pues, un instrumento valioso para evaluar los riesgos y establecer sistemas de control que se orienten a la prevención en lugar de basarse principalmente en el análisis del producto final.

El sistema HACCP puede aplicarse a lo largo de la cadena del proceso desde el producto inicial hasta el final. entre las ventajas de este sistema además de la mayor inocuidad de los alimentos figura el mejor aprovechamiento de los recursos de la empresa y una respuesta más oportuna a los problemas que se presenten. Además, la aplicación del sistema HACCP puede facilitar la inspección de los organismos de control y fomentar el comercio internacional al mejorar la inocuidad de los alimentos.

Principios generales para la aplicación del HACCP en la Industria Pesquera

El siguiente es un modo de proceder lógico cuyos principios, que constituyen los principales elementos de este modelo, se exponen a continuación:

- Identificación de los peligros, análisis de riesgos y determinación de las medidas necesarias para su control.
- Identificación de los puntos críticos.
- Establecimientos de límites críticos para cada punto crítico.
- Establecimiento de procedimientos de vigilancia y control.

- Establecimiento de las medidas correctoras que deberán tomarse en caso necesario.
- Establecimiento de procedimientos de comprobación y revisión.
- Establecimiento de documentación correspondiente a todos los procedimientos y registros.

Identificación de los Puntos Críticos

1- Reunión de un equipo interdisciplinario

Este equipo que incluirá a todas las partes de la empresa que participen en la elaboración del producto, poseerá todos los conocimientos específicos y especializados adecuados para el producto, considerando su producción (fabricación, almacenamiento y distribución), consumo y peligros potenciales que le sean propios.

Podrá estar constituido por las siguientes personas:

- Un especialista de control de calidad competente para valorar los peligros biológicos, químicos o físicos propios de un grupo de productos determinado.
- Un especialista en producción responsable del procedimiento técnico de fabricación del producto o profundamente implicado en él.
- Un técnico con conocimientos prácticos del funcionamiento e higiene de los equipos y materiales utilizados para la fabricación del producto.

2- Descripción del Producto

La descripción completa del producto acabado constará de los siguientes elementos:

- Composición (por ejemplo: materias primas, aditivos, etc.)
- Estructura y características fisicoquímicas (por ejemplo: sólido, líquido, gel, PH).
- Tratamientos (por ejemplo: cocción, secado, etc.)

- Envasado y embalaje por ejemplo: hermético, al vacío, etc.)
- Condiciones de almacenamiento y distribución.
- Duración de la vida del producto, durante la cual éste conserva su calidad.

3- Elaboración de un diagrama de fabricación

Independientemente de la presentación que se haya elegido, deberán estudiarse de forma sucesiva todas las etapas de la fabricación, incluyendo los tiempos de espera que se produzcan durante o entre las diferentes etapas, desde la llegada de la materia prima al establecimiento hasta la comercialización del producto acabado, pasando por las diversas preparaciones, tratamientos de fabricación, almacenamiento y distribución; y presentarse en forma de un diagrama detallado completado por la adquisición de datos técnicos suficientes.

Estos datos podrán incluir, entre otros, los siguientes elementos:

- Un plano de los locales de trabajo y de los anexos.
- La disposición y características de los equipos.
- La secuencia de todas las operaciones.
- Los parámetros técnicos de las operaciones, concretamente tiempo y temperatura.

4- Elaboración de la lista de peligros y medidas necesarias para controlarlos

Utilizando como guía el diagrama de fabricación comprobado, el equipo llevará a cabo lo siguiente:

- a. Elaborará la lista de todos los posibles peligros biológicos, químicos o físicos cuya aparición puede preverse en cada etapa del proceso.
- b. Considerará y describirá las medidas de control. Las medidas de control corresponderán a tareas y actividades que puedan utilizarse para prevenir un

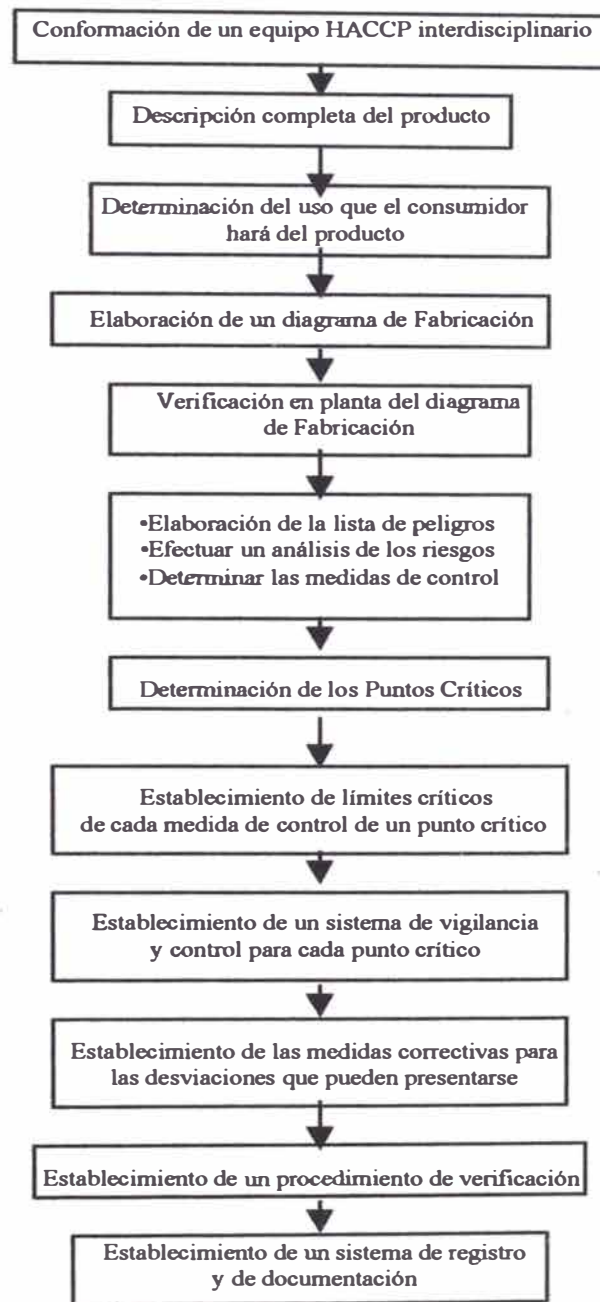
peligro, eliminar o reducir a un nivel aceptable sus efectos o la probabilidad de su desaparición.

5- Consecuencias de la identificación de un Punto Crítico

La identificación de los puntos acarrea una doble consecuencia para el equipo interdisciplinario, que deberá:

- a) Cerciorarse de que efectivamente se han elaborado y aplicado las medidas de control adecuados. En particular, si se hubiera identificado un peligro en una etapa donde el control resulte necesario para mantener la salubridad del producto o el procedimiento en esa etapa o en una anterior o posterior para introducir una medida de control.

- b) Elaborar y aplicar un sistema de vigilancia y control para cada punto crítico.



SECUENCIA LOGICA PARA LA APLICACIÓN DEL HACCP.