

## **DETERMINACIÓN OPERATIVA DE LA VISCOSIDAD EN LAS MIELES FINALES**

Autor : MSc Licenciado Humberto Cuellar Fariñas

### **RESUMEN**

Se plantea un método operativo para la determinación de la viscosidad en las mieles finales basado en el principio de la Ley de Stokes y que en esencia mide el tiempo de caída de un cuerpo cilíndrico metálico que es dejado caer sobre la superficie del líquido, en este caso miel final en condiciones estandarizada dado que este tiempo es proporcional a la viscosidad del producto.

Se comparan los tiempos de caída con la viscosidad hallada con un viscosímetro Brookfield a 50°C y se establece la ecuación de correlación entre ambas variables siendo esta ecuación la siguiente:  $\text{Viscosidad} = 1449 * \text{tiempo} + 6992$ .

El método es validado encontrándose que éste presenta una precisión y exactitud adecuada para las condiciones del mismo.

El método resulta sencillo, rápido y de muy bajo costo.

La evaluación económica arroja como resultado que el método propuesto es 7 veces más barato que el método que emplea el viscosímetro Brookfield lo que significa que el país se ahorraría empleando el mismo \$ 58 400 sólo por el concepto de la técnica de análisis. A esto hay que agregar todo lo que significa disponer de un método de análisis que permita alertar preventivamente situaciones anormales que nos ayudan a tomar de inmediato las medidas pertinentes y con ello reducir las pérdidas de azúcar en la miel final.

Su aplicación en la provincia de Villa Clara durante la zafra 2013 permitió disponer de una herramienta más para el análisis y la toma de decisiones para la reducción de las pérdidas de azúcar en las mieles.

- Dirección: Calle B N° 15 entre 8va y 9na, Rpto Osvaldo Herrera, Villa Clara, Cuba
- Correo electrónico: laboratorio@icidca.vc.azcuba.cu

# **DETERMINACIÓN OPERATIVA DE LA VISCOSIDAD EN LAS MIELES FINALES**

## **INTRODUCCIÓN**

La influencia de la viscosidad en el agotamiento de las mieles finales es un fenómeno conocido por todos los azucareros (REIN,2002 ; CHEN (1991).,) incluso es considerado como el segundo factor más importante que incide en las pérdidas de azúcar en la miel (VAN DER POEL,1998) . Sin embargo en la mayoría de los casos desconocemos la magnitud en que la misma está incidiendo en el bajo agotamiento y el comportamiento muy anormal de los valores de este indicador que se ha ido agravando a través de los años.

Ya desde los años 90 algunos tecnólogos venían alertando sobre el incremento de la pureza en la miel final (LODOS,1998) y su relación con algunos factores incidentes tales como: bajos rendimientos en cristales, altos brix en los licores madres y elevadas viscosidades.

La relación de la viscosidad de la miel final con los valores de pureza de la misma es significativa según experiencias realizadas al efecto , pero la vida práctica demuestra la estrecha relación entre las mismas lo que se manifiesta durante la propia elaboración de las masas cocidas finales por parte del puntista.

Las causas de una alta viscosidad en la miel final son varias, pudiéndose resumir de acuerdo a los siguientes factores:

- Incremento de la caña atrasada en general y en particular la caña sobre carros, influenciado también por la mecanización y los Centros de Acopio.
- Bajo aprovechamiento de la molida del ingenio.
- Incremento de las materias extrañas.
- Alto tiempo de retención de los materiales en proceso.
- Violaciones de la disciplina tecnológica en las diferentes etapas del proceso.

Aunque uno de los factores fundamentales del incremento de la viscosidad en los productos azucareros lo constituye la magnitud del grado de deterioro de los mismos, hay otros aspectos

como los enumerados anteriormente que pueden contribuir de igual forma a agravar este problemática.

Dada la alta incidencia que está provocando la viscosidad en el agotamiento de la miel final de manera muy marcada en los últimos años, es que se hace necesario determinar este parámetro diariamente para conocer su incidencia en el agotamiento de este producto pero al mismo tiempo poder actuar sobre los aspecto que están incidiendo en este comportamiento. Sin embargo la carencia de viscosímetros en nuestros ingenios azucareros no permite poder llevar este control de manera sistemática.

Por las razones explicadas anteriormente nos dimos a la tarea de buscar un método alternativo que permitiera hallar la viscosidad de una manera sencilla y con un grado de confiabilidad aceptable y que fuera aplicable a todos los ingenios. Para ello decidimos basarnos en el principio de la Ley de Stokes y establecimos la condiciones necesarias para medir el tiempo de caída de un cuerpo cilíndrico metálico que es dejado caer sobre la superficie del líquido, en este caso miel final, ya que este tiempo será proporcional a la viscosidad del mismo

### **MATERIALES Y MÉTODOS.**

Para la ejecución de nuestro trabajo se analizan 47 muestras de mieles finales producidas por los diferentes ingenios . Se caracterizan primeramente estas mieles hallándole su viscosidad con el viscosímetro Brookfiel a temperatura de 50°C ( PEREZ,2006 ).

Seguidamente se procede a hallar el comportamiento de estas mieles en cuanto al tiempo que demora en caer una bola metálica de 9 mm de diámetro y un peso de 4.5 g sobre la muestra de miel final contenida en un vaso de precipitado o beaker de 50 ml con dimensiones de 5 cm de diámetro por 7 cm de altura y a una temperatura de 32 °C. ( posteriormente analizaremos el comportamiento del tiempo de caída de la bola con la temperatura)

Se comparan los tiempos de caída obtenidos con este método que de ahora en adelante llamaremos “método propuesto” con los valores hallados de viscosidad con el viscosímetro Brookfiel a 50°C y se determina la ecuación de correlación entre ambas variables.

Seguidamente se estudian las condiciones de trabajo del método propuesto en el cual se incluyen:

- Relación entre la viscosidad de las mieles y el tiempo de caída de la bola para las condiciones establecidas en la técnica de análisis.
- Influencia de la temperatura en el tiempo de caída de la bola.

Posteriormente se valida (NORMAS,2010; RIOS,2003) este método de determinación operativa de la viscosidad estudiándose los siguientes indicadores:

a) **Especificidad**

b) **Precisión**

- Cálculo de la repetibilidad y precisión intermedia

Para la determinación de la precisión del método ( repetibilidad y reproducibilidad interna ) se analiza la viscosidad a una muestra de miel final durante 6 días diferentes a las cual se le realizan 3 réplicas por cada día seleccionado. Los resultados son evaluados a través de las siguientes determinaciones:

La repetibilidad es expresada como: Desviación estándar de la repetibilidad ( $s_r$ ), Varianza de la repetibilidad ( $s_r^2$ ), Coeficiente de variación de la repetibilidad ( $CV_r$ )

La reproducibilidad interna es expresado como: Desviación estándar de la reproducibilidad interna ( $s_R$ ), Varianza de la reproducibilidad interna ( $s_R^2$ ), Coeficiente de variación de la reproducibilidad interna ( $CV_R$ )

- Cálculo de la repetibilidad para diferentes niveles de viscosidad

Para determinar la repetibilidad a diferentes niveles de viscosidad se analizan 3 muestras de miel final de diferentes niveles de viscosidad ( 8000, 20 000 y 40 000 cps ) las

cuales definimos como nivel bajo , nivel medio y nivel alto respectivamente. Se realizan 3 réplicas por cada muestra.

A partir de los resultados obtenidos para cada muestra se calculan: el valor medio, la desviación estándar y el Coeficiente de Variación y se aplica el test de Cochran para determinar la homogeneidad de varianzas para los 3 niveles de viscosidad.

#### **c) Exactitud**

Para evaluar la exactitud del método propuesto se analizan 30 muestras diferentes de miel final aplicando dicha técnica y desarrollando a su vez a las mismas muestras el método de referencia utilizando el viscosímetro Brookfield . A partir de los resultados obtenidos la prueba estadística de observaciones pareadas a fin de determinar si existen o no diferencias significativas entre los resultados obtenidos por ambos métodos y por lo tanto por esta vía mostrar la exactitud del método objeto de validación.

#### **d) Evaluación económica**

Se comparan los costos de los métodos Brookfield y operativo teniendo en cuenta los consumos de materiales, energía eléctrica, la depreciación de equipos de medición y los gastos de salario .

Además se analiza la influencia económica provocada por un incremento de viscosidad en el ingenio de Ifraín Alfonso durante un período de 6 días de trabajo para mostrar la incidencia negativa por este concepto.

### **DISCUSIÓN DE LOS RESULTADOS.**

#### **Evaluación del del método de ensayo.**

a) Selección de las condiciones de trabajo.

- Relación entre la viscosidad de las mieles y el tiempo de caída de la bola para las condiciones establecidas en la técnica de análisis.

Se evalúa si existe relación entre el tiempo de caída de la bola y la viscosidad. Los resultados de comparar ambos parámetros mediante el análisis de 47 muestras de miel final se muestran en el Anexo 1

Como se puede observar, hay una relación positiva entre el tiempo de caída de la bola y la viscosidad, por lo que puede ser factible calcular la viscosidad a partir de esta determinación propuesta.

La ecuación encontrada que relaciona ambas variables y su coeficiente de determinación fueron los siguientes:

$$y = 1449 X + 6992$$

$$R^2 = 0.872$$

Es decir, que hay una correlación significativa entre ambas variables y de acuerdo al coeficiente de determinación hallado podemos de manera operativa calcular la viscosidad a partir del tiempo de caída de la bola .

Para ejemplificar la validez del método operativo como vía de alertar sobre el comportamiento de la viscosidad, presentamos en el Anexo 2 el comportamiento de la viscosidad mediante los análisis hechos a diferentes muestras de miel final con el viscosímetro Brookfield y a través del método operativo y aplicando la ecuación de correlación.

Como se puede ver, el comportamiento obtenido es prácticamente el mismo por ambos métodos de determinación, lo que nos indica que podemos utilizar como método preventivo de control la técnica operativa propuesta por su fácil aplicación y su bajo costo

b) Influencia de la temperatura en el tiempo de caída de la bola.

Se tomó una muestra de miel final y se midió el tiempo que demora en caer la bola o sea el tiempo que demora desde que se deja caer la misma hasta que sea cubierta por la propia miel

final a diferentes temperaturas ( 40°, 36°, 32° y , 28° ). Los resultados se muestran en el Anexo 3.

Como se puede observar hay una dependencia del tiempo de caída de la bola respecto a la temperatura caracterizada por una disminución de este tiempo a medida que aumenta la temperatura, por esta razón hay que establecer una temperatura de trabajo, la cual establecimos como 32°C , ya que a este temperatura los tiempos de caídas pueden ser medibles dentro de los rangos de bajos grados de viscosidad..

b) Validación del método de ensayo

#### **- Especificidad**

La naturaleza del método y la observación de la técnica operatoria conducen a afirmar que el método es totalmente específico para determinar la viscosidad en las mieles.

#### **- Precisión**

En la tabla 1 se presentan los resultados obtenidos de los análisis realizados durante 6 días diferentes a una muestra de miel final.

A partir de estos datos y mediante el programa Statgraphics Centurion XV.II se hallan los diferentes parámetros estadísticos.

Se calculan la desviación estándar dentro y entre los días , así como los coeficientes de variación correspondientes siendo los resultados de los mismos los siguientes:

$$S_{dentro} = 1632.99$$

$$C.V_{dentro} = 7.55 \text{ (repetibilidad)}$$

$$S_{entre} = 1520.23$$

$$C.V_{entre} = 7.03 \text{ (reproducibilidad interna)}$$

Los coeficientes de variación obtenidos confirman una buena precisión del método para las condiciones estudiadas.

#### **Cálculo de la repetibilidad para diferentes niveles de viscosidad**

En la tabla 2 se presentan los resultados de los análisis realizados a 3 muestras de miel final de diferentes viscosidades , así como los valores medios de viscosidad , la desviación estándar y el coeficiente de variación.

Al realizar el test de Cochran se obtiene lo siguiente:

$$C_{\text{calculado}} = 0.362 \qquad C_{\text{tabla}} = 0.871$$

$$C_{\text{calculado}} < C_{\text{tabla}}$$

Al ser  $C_{\text{calculado}}$  menor que  $C_{\text{tabla}}$  (  $\alpha = 0.05$  ) significa que las varianzas entre las 3 concentraciones son equivalentes , es decir que el factor concentración no influye en la variabilidad de los resultados.

### **Exactitud**

Antes de proceder a realizar el análisis de exactitud se determina si existe homogeneidad de varianzas entre los resultados de los análisis efectuados a 30 muestras de miel final por ambos métodos ( el Brookfield y el propuesto ) , para ello planteamos la hipótesis.

$$H_0 : s_1^2 = s_2^2 \text{ ( Hipótesis nula )}$$

$$H_1 : s_1^2 \neq s_2^2 \text{ ( Hipótesis alternativa )}$$

$$F_{\text{calculado}} = 1.16 \qquad F_{\text{crítico}} = 1.86$$

Como se puede observar, el valor  $F_{\text{calculado}}$  es inferior a su valor crítico para un nivel de significación de 0,05 por lo que se acepta la hipótesis nula y podemos decir que existe homogeneidad de varianza en los resultados evaluados por ambos métodos, por lo tanto podemos entonces proceder al cálculo de observaciones pareadas. A continuación mostramos los resultados obtenidos de este análisis según el programa Statgraphics Centurion XV.II

Diferencia hipotética de las medias = 0	
$t_{\text{calculada}}$	0,552

$t_{\text{crítica}}$	2,04
Observaciones	30

$$t_{\text{calculada}} < t_{\text{crítica}}$$

Por lo tanto , podemos decir que el método propuesto para la determinación de viscosidad presenta una buena exactitud.

### **Evaluación económica**

En la tabla No 3 se presentan los resultados derivados de la evaluación económica del método.

Como se puede observar en la tabla , el costo por análisis del método propuesto es inferior que el Método Brookfield representando un 86 % menos en valores. Esto significa que solamente por concepto de aplicación de la técnica analítica propuesta el país se ahorraría \$ 58 400.

Si a esto agregamos lo que significa poder alertar a los implicados sobre la presencia de sustancias no azúcares , causante de un aumento de la viscosidad , para que se tomen las medidas pertinentes y lograr su reducción y con ello elevar la eficiencia industrial en lo que respecta a las disminución de las pérdidas en miel final , las ganancias económicas serán mucho mayores. A modo de ejemplo ponemos el caso específico del ingenio Ifraín Alfonso quien presentaba un valor de viscosidad en miel final de 60000 cps durante 3 días de trabajo lo que se tradujo en una pureza en miel de 46.73 . Ante esta situación se tomaron las medidas pertinentes y se reduce posteriormente esta viscosidad a valores promedio de 25000 cps reduciéndose de igual manera la pureza de la miel a valores de 42.69. Esta situación de la alta viscosidad provocó una pérdida de azúcar equivalente a \$ 3356.80 en 3 días de trabajo al comparar un período con otro. A continuación resumimos este comportamiento.

Indicadores	Viscosidad 60000 cps	Viscosidad 25000 cps	Diferencia
Viscosidad	60000	25000	35000
Pureza Miel	46.73	42.69	4.04
Pérdidas económicas por la alta viscosidad			\$ 3356.80

Si extrapolamos esta situación a los demás ingenios del país las pérdidas serían cuantiosas.

### **CONCLUSIONES:**

- 1.- El método operativo propuesto de la caída de la bola resultó ser un método rápido, sencillo, barato y confiable para el control del comportamiento de la viscosidad de las mieles finales .
- 2.- La validación realizada demuestra su capacidad para ser utilizado como un método de control operativo al mostrar valores de repetibilidad y exactitud aceptables.
- 3.- El método propuesto es 7 veces más barato que el método Brookfield por lo que puede ser implantado sin necesidad de grandes recursos.
- 4.- Su aplicación en la provincia de Villa Clara durante la Zafra 2013 permitió disponer de una herramienta más para la evaluación del comportamiento del agotamiento de la miel final y lo que es más importante poder tomar medidas preventivas para evitar el incremento de las pérdidas en miel final.

### **BIBLIOGRAFIA**

- CHEN, J. (1991) **Manual del azúcar de caña.**
- LODOS, J ; RODRIGUEZ, M. (1998) **Causas industriales de las altas pérdidas en las mieles finales.** Revista Cubazúcar, Vol.XXVII, p.5-8.
- NC TS-368:2010. **Guía para la validación de métodos de ensayo químicos para alimentos.** 1ra Edición, Abril, 2010.

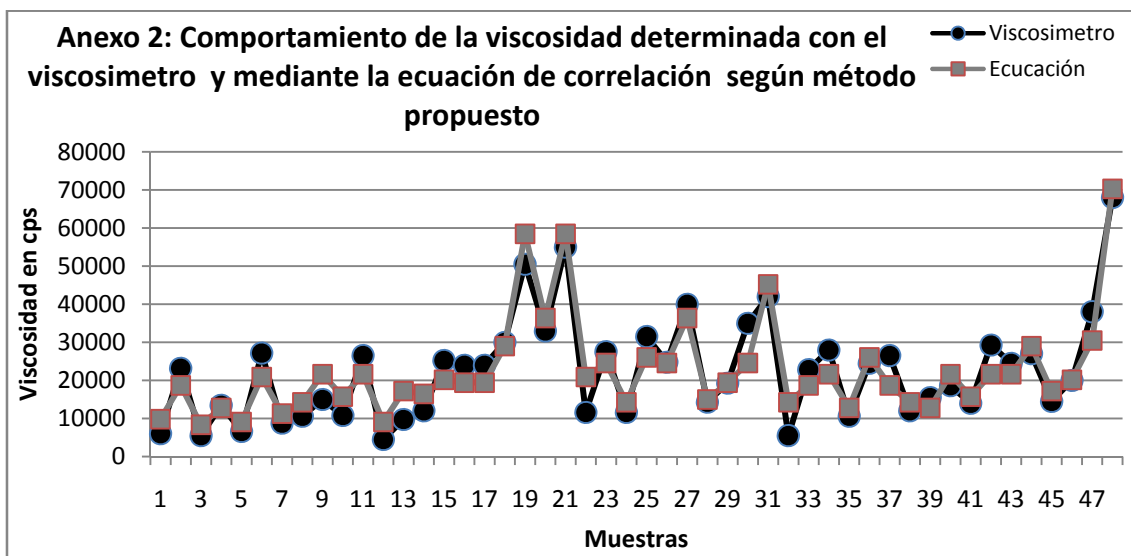
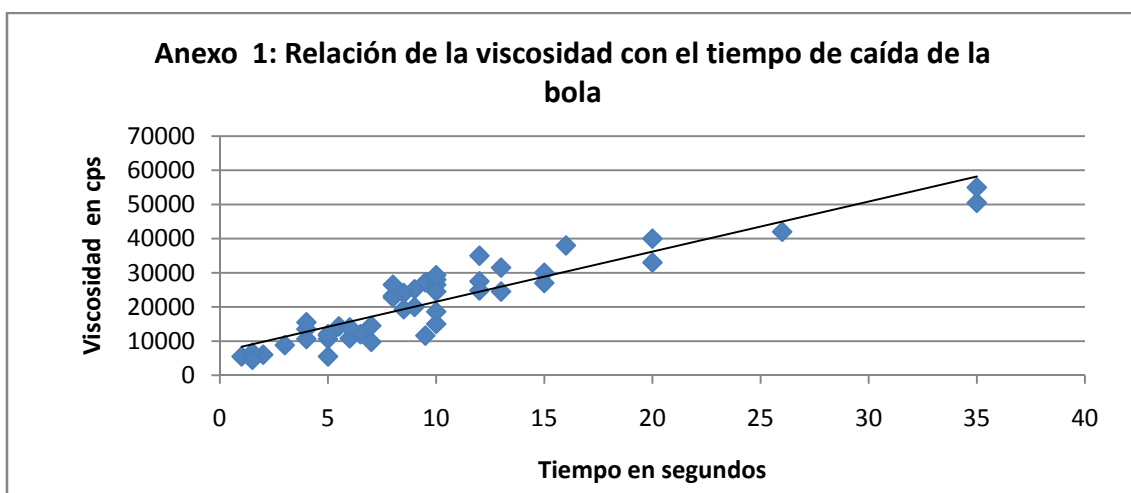
PÉREZ, F; FERNÁNDEZ,F. (2006) **Métodos Analíticos para azúcar crudo**. Instituto Cubano de Investigaciones Azucareras, Cuba. Publicaciones Azucareras

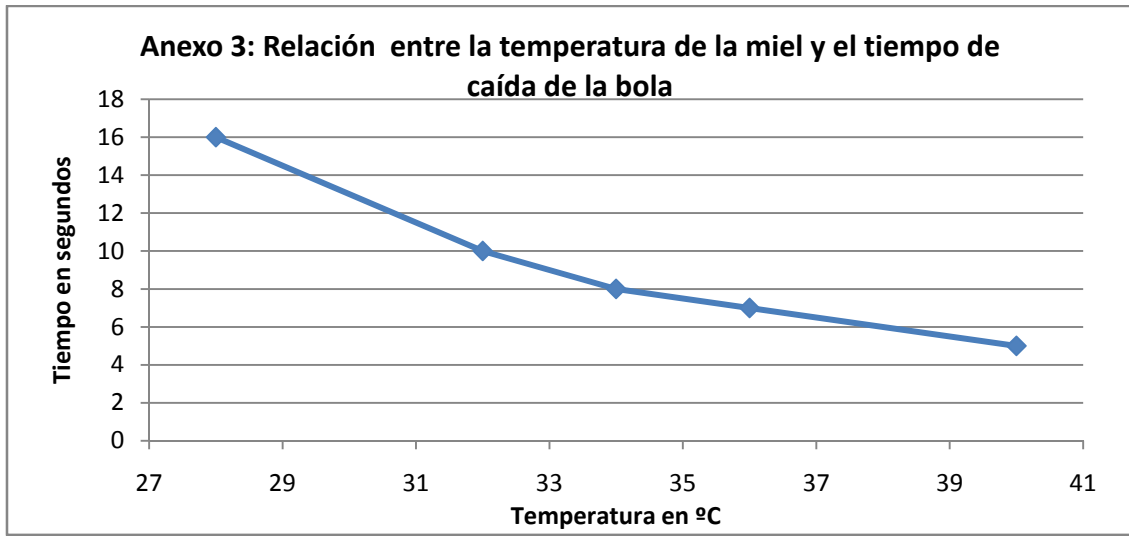
REIN, P. (2002) **Cane Sugar Engineering**. Berlin. Verlag.

RIOS, G; FERNÁNDEZ,S. (2003) **Validación de los métodos analíticos empleados en el estudio de inyectable de fosfato de disopiramida**. Revista Cubana de Farmacia, 37 (2)

VAN DER POEL et al. (1998) **Sugar Technology . Beet and Cane Sugar Manufacture** Berlin, Verlag

### ANEXOS Y TABLAS





**Tabla 1:** Resultados de la viscosidad obtenidos para el análisis de la repetibilidad y reproducibilidad interna durante 6 días diferentes

	Día 1	Día 2	Día 3	Día 4	Día 5	Día 6
Réplica 1	20300	22300	20300	22300	24300	20300
Réplica 2	22300	18300	22300	20300	22300	22300
Réplica 3	22300	24300	22300	20300	22300	20300

**Tabla 2:** Resultados de las muestras analizadas a 3 niveles diferentes de viscosidad

	Nivel bajo	Nivel medio	Nivel alto
Réplica 1	9890	22931	35972
Réplica 2	8441	24380	37421
Réplica 3	8441	21482	38870
Media	8924	22931	37421
Desv. Est.	836.6	1449.0	1449.0
C.V	9.37	6.32	3.87
Varianza	28.92	38.06	38.06

**Tabla 3.** Balance económico

( Para una frecuencia de 4 análisis diario en 120 días de zafra )

Indicador	Método Brookfield	Método propuesto
Consumo materiales y cristalería	19.99	19.15
Amortización de equipos	1131.00	30.03
Consumo de electricidad	33.26	5.94
Gasto en salarios	144.00	128.00
Costo total	1328.25	183.15
Costo /análisis	2.52	0.35