



TABLA DE CONTENIDO

1	OBJETIVO	2
2	ALCANCE	2
3	RESPONSABLES	2
4	DEFINICIONES.....	3
5	DESARROLLO.....	4
5.1	ARRANQUE DE LA PLANTA	5
5.1.1	Revisión de equipos.....	5
5.1.2	Definir posibles cambios en las variables de operación.....	5
5.1.3	Revisión de Materia Prima e Insumos	5
5.2	ENTRADA DE MATERIA PRIMA AL ÁREA DE PROCESO	5
5.3	REACCIÓN.....	6
5.3.1	Recomendaciones para la etapa de reacción	8
5.4	CENTRIFUGACIÓN	8
5.5	SECADO	9
5.6	CLASIFICACIÓN DEL PRODUCTO TERMINADO	10
5.7	EMPAQUE.....	11
5.8	BOMBEO	11
5.9	RECOMENDACIONES GENERALES PARA EL PROCESO	12
6	DOCUMENTOS RELACIONADOS	13
7	REGISTROS	13
8	CONTROL DE CAMBIOS.....	13

Elaborado por:	Revisado por:	Aprobado por:
Fecha:	Fecha:	Fecha:

1 OBJETIVO

Este manual tiene como objetivo informar de una forma clara como se deben manejar todas las actividades involucradas en el proceso de producción de Bicarbonato de Sodio; para garantizar una correcta operación de los equipos, con el fin de mantener las variables del proceso en los parámetros establecidos en este manual.

2 ALCANCE

Este Manual aplica en todo el proceso de producción de Bicarbonato de Sodio y está dirigido a todo el personal operativo vinculado con el proceso.

3 RESPONSABLES

El Director de Producción, será el encargado de verificar las acciones realizadas por los funcionarios de la planta, el Supervisor de cada turno será el encargado de verificar en su turno que cada funcionario cumpla con las tareas que se le asignan.

Los operarios de producción deben cumplir estrictamente todos los lineamientos expresados en este manual.

4 DEFINICIONES

Concentración en los reactores: relación de la concentración de carbonato con respecto al volumen de ácido sulfúrico.

Chequeo cualitativo: consiste en verificar visualmente si el producto tiene un buen comportamiento durante las diferentes etapas del proceso, este se puede realizar en las centrifugas, mezcladores y por último en el producto final seco.

5 DESARROLLO

La producción de Bicarbonato de Sodio consta básicamente de las siguientes etapas:

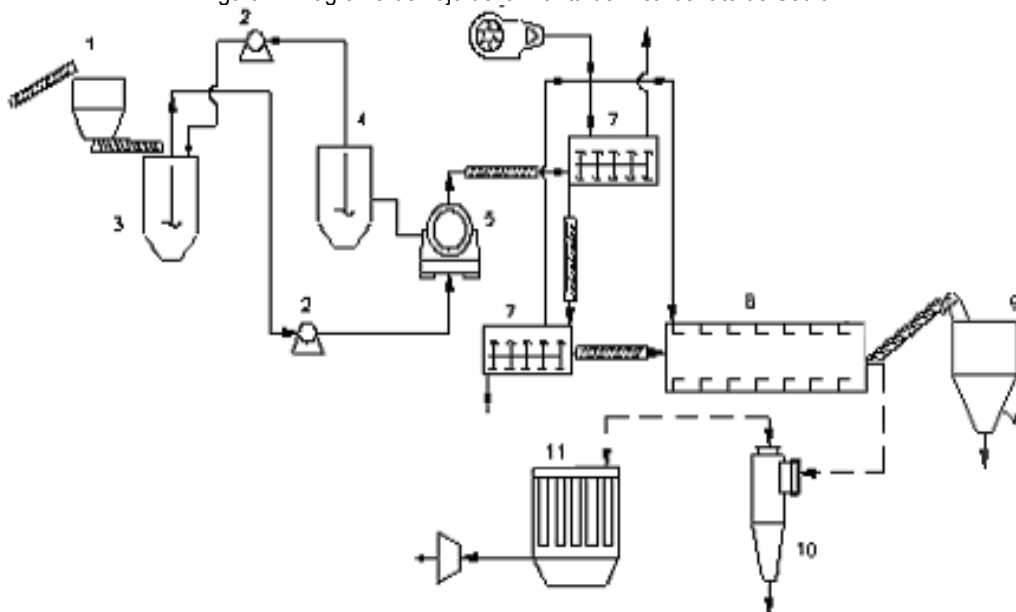
- /Entrada de Materia Prima al área de proceso
- /Reacción
- /Centrifugación
- /Secado
- /Clasificación (Separación) y Empaque

Hay etapas que no hacen parte del proceso en sí, pero que son fundamentales para el buen funcionamiento de este, por lo que también se tendrán en cuenta en este manual, estas etapas las denominaremos etapas de soporte y son:

- 1) Bombeo
- 1) Calentamiento del secador.

El siguiente es el diagrama de flujo de la Planta de Bicarbonato de Sodio

Figura 1: Diagrama de flujo de la Planta de Bicarbonato de Sodio



1. Tolva de Recepción de Carbonato
2. Bomba llenado Centrífuga y evacuación Tanque Receptor
3. Reactor
4. Tanque Receptor
5. Centrífuga
6. Quemador
7. Secador Flash
8. Tamiz
9. Ciclón
10. Casa Talegas
11. Casa Talegas

5.1 ARRANQUE DE LA PLANTA

Estas operaciones se harán cuando la planta haya estado parada por mantenimiento, aseo o daños en algún equipo del proceso, estas acciones se harán antes de iniciar la operación de la planta

5.1.1 Revisión de equipos

El siguiente es el listado de equipos a revisar para garantizar su inocuidad y funcionamiento:

- ☑ *Compresor*: Se revisa el nivel de aceite, estado del filtro de aire y sistema eléctrico.
- ☑ *Polipastos*: Revisar los motores, rodamientos, estado de los rieles y sistema eléctrico
- ☑ *Reactores*: Revisar los niveles (las aguas madres deben estar limpias), motores, motoredutores, rodamientos, tuberías de succión y descarga, válvulas, bombas y sistema eléctrico (control y potencia). Si se detectan incrustaciones en las paredes de los reactores se debe hacer mantenimiento con la caldera.
- ☑ *Centrífugas*: Revisar variadores, encendido, estado de las bandas, estado de la tela de filtración, sistemas automáticos (llenar, escurrir, raspar), y selenoides para el paso de aire.
- ☑ *Equipos de secado*: Revisar el tornillo de alimentación al secador, estado del venturi, el ducto del secador flash, válvula de sólidos, sistema eléctrico, chumaceras y reductores.
- ☑ *Tornillos transportadores*: Revisar la limpieza de los tornillos que alimentan carbonato a los reactores, tornillo 1 y 2, el giro, los rodamientos, los motores y el sistema eléctrico.
- ☑ *Elevador de cangilones*: Revisar el estado de los cangilones, los tornillos que los sujetan a la cadena, el estado de la cadena, el motor y su funcionamiento.
- ☑ *Tamiz y tornillo de llenado de big bags*: Revisar limpieza malla, resortes, montaje de los módulos, que cada salida de producto tamizado tenga su respectiva talega. Probar sistema eléctrico. Revisar funcionamiento de las cosedoras. Revisar el motor del tornillo y el sistema eléctrico.
- ☑ *Sistema Ventilador, Casa Talegas y Ciclones*: Revisar las talegas, los ductos del ciclón, los cuales, deben estar limpios. Probar sistema eléctrico del motor del ventilador.
- ☑ *Quemador*: Revisar estado de las bandas y el funcionamiento del motor principal, los medidores de temperatura y la alimentación de propano desde el tanque (revisión línea de propano).
- ☑ *Tanque Receptor*: Revisar el nivel de agua madre, tubo de succión, el motor y su funcionamiento y las válvulas. Igualmente revisar que no hayan incrustaciones al interior del tanque

5.1.2 Definir posibles cambios en las variables de operación.

Antes de arrancar o iniciar operaciones en la planta se debe consultar con el Director de Producción, de las posibles modificaciones a las variables de operación.

5.1.3 Revisión de Materia Prima e Insumos

Se debe contar con todos los recursos disponibles para la operación. Revisar si se dispone de Carbonato de Sodio, Gas Carbónico, Agua, Cal hidratada, Sacos y bolsas para empacar, hilo y fibra.

5.2 ENTRADA DE MATERIA PRIMA AL ÁREA DE PROCESO

Esta es la primera etapa del proceso, la materia prima viene desde la zona de Almacenamiento de Materia Prima, cuando se ingresa al área de proceso, esta se encuentra en sacos de 50 kilos ó en big-bags por 1000 kilos. Cuando se está trabajando con bultos, estos son desamarrados y su contenido es vertido en la tolva de alimentación de; cuando se esta trabajando con big-bags, este es llevado hasta el tornillo alimentador por

medio de un polipasto, luego se baja hasta la base metálica y se abre por la parte inferior, después de abierto, se eleva de nuevo para que este comience a vaciarse por gravedad.

Con el fin de evitar problemas en dicho tornillo (atascamiento) al llenarlo con la materia prima se debe tener presente lo siguiente:

- ☑ No dejar caer elementos extraños tales como: Bolsas plásticas, costales, tornillos y otros.
- ☑ Cuidar que a la entrada de la tolva el material no se aglomere.

Cuando no esté en uso debe taparse la tolva para prevenir la caída de elementos extraños al interior de esta.

Los empaques de la materia prima deben ser amarrados, marcados con la fecha de uso, el nombre del encargado de vaciarlos y dispuestos en el lugar apropiado, para luego ser verificado su consumo.

5.3 REACCIÓN

Una vez se tenga el carbonato de sodio en la tolva, listo para la alimentación a los reactores, se procede a la reacción del Carbonato de Sodio, Dióxido de Carbono y agua. Esta operación debe estar bien controlada para que no se presenten problemas como derrames, quemaduras, contaminación o una mala reacción afectando tanto la eficiencia del proceso como la calidad del producto terminado. La zona de reacción incluye reactores, tornillos alimentadores, elevador de cangilones, mesa de titulación, plataformas, escalas de acceso y alrededores. Se debe proceder de la siguiente forma:

- 1) Antes de alimentar carbonato y CO_2 a los reactores, se debe medir la concentración de cada uno de los reactores que se va a trabajar, esta debe reportarse en el **F-PD-03**: "Carta de operación planta de Bicarbonato de Sodio". Para medir la concentración del reactor se procede de la siguiente manera:
 - ✓ Poner a funcionar los reactores si estos están parados.
 - ✓ Después de agitar por un tiempo prudente, tomar una muestra de cada uno de los reactores con el recipiente asignado para esto.
 - ✓ De la muestra anterior, extraer con la pipeta graduada una muestra de 1 mililitro y adicionarla en el frasco de plástico con 2 gotas de fenoltaleína y 20 mililitros de agua aproximadamente.
 - ✓ Enrase a cero la bureta con ácido sulfúrico.
 - ✓ Proceda a titular con ácido sulfúrico 0.1N la solución anterior hasta que ésta tome un color transparente. (El ácido sulfúrico 0.1N lo deben pedir al Laboratorio de Control de Calidad)
 - ✓ Anote la cantidad de mililitros de ácido gastado en **F-PD-03**: "Carta de operación reactores planta de Bicarbonato de Sodio". Este valor, es la medida de la concentración inicial en los reactores.
- 2) Si la concentración esta entre 6 y 8 y hay una buena presencia de sólidos se procede a centrifugar, de lo contrario se aumenta la concentración adicionando Carbonato de Sodio y CO_2 simultáneamente hasta obtener una concentración máxima de 10, para evitar que el producto sufra daños
- 3) Si la concentración esta entre 6 y 8, y no hay presencia de sólido se debe adicionar Carbonato de Sodio y CO_2 simultáneamente hasta una concentración máxima de 10 para evitar que el producto sufra daños y luego dejar que baje hasta 6 para centrifugar.
- 4) Si la concentración es mayor o igual a 9 y hay buena presencia de sólido, se disminuye la concentración hasta 6, esta disminuye con la adición de CO_2 .
- 5) Si la concentración es menor o igual a 6, se adiciona Carbonato de Sodio y CO_2 simultáneamente hasta alcanzar una concentración de 8.
- 6) La alimentación de Carbonato de Sodio a cada uno de los reactores se hace por medio de 2 tornillos y un elevador de cangilones que están programados para trabajar en secuencia que salen de la tolva de alimentación y van a los reactores. Al activar la mulletilla para alimentar un reactor se abre la compuerta que alimenta dicho reactor, después el tornillo que alimenta los reactores, luego el elevador de cangilones

y por último se enciende el tornillo que lleva el carbonato de la tolva de alimentación al elevador. Cuando se apaga la alimentación los equipos se apagan en orden inverso para garantizar que están desocupados al momento de apagarse.

- 7) La alimentación de CO₂ se hace por medio de la tubería proveniente del Ingenio Risaralda, el ingreso a los reactores se hace por medio de válvulas ubicadas en cada uno de los reactores. Cada reactor tiene un sistema automático de destaqueo que inyecta agua y luego aire comprimido para mantener libre de sólido los orificios en los burbujeadores por los cuales se inyecta el CO₂ a los reactores. Es de vital importancia tener este sistema prendido mientras se esté operando y verificar constantemente que los burbujeadores estén alimentando CO₂ a los reactores.
- 8) Una vez iniciado el proceso de reacción se adiciona a los reactores entre 40 y 45 gramos de cal hidratada cada hora o con la periodicidad indicada por el Director de Producción para aumentar el tamaño de partícula requerido.
- 9) Cada hora se debe medir la concentración en los reactores, se procede de la siguiente forma:
 - :Tomar una muestra de cada uno de los reactores con el recipiente asignado para esto.
 - :De la muestra anterior, tomar 1 mililitro de muestra (agua madre sin sólido) con la pipeta volumétrica y adicionarla en el frasco de plástico con 2 gotas de fenolftaleína y 20 mililitros de agua aproximadamente.
 - :Enrasar a cero la bureta con ácido sulfúrico 0.1N.
 - :Titular la solución anterior con el ácido sulfúrico 0.1N. La titulación termina cuando cambie la coloración pase de un violeta a un leve rosado casi transparente.
 - :Medir el volúmen de ácido gastado y la hora en que se hizo la medición, estos datos se deben anotar en **F-PD-03**: "Carta de operación reactores planta Bicarbonato de Sodio" y dependiendo del valor de concentración obtenido proceder según los numerales 2 a 5, esto se hace para conservar la concentración entre los límites ya estipulados; y además poder tomar decisiones de la alimentación de Carbonato o de Dióxido de Carbono y de esta manera evitar posibles aumentos de nivel por espuma o entrada de aire.
- 10) Revisar cada media hora el porcentaje de sólidos en la solución de cada reactor. Este procedimiento se realiza de la siguiente manera:
 - /Tomar 100 mililitros de solución en un cilindro graduado.
 - /Dejar reposar por 1 minuto aproximadamente.
 - /Después de este tiempo, mirar el nivel de sólidos en el fondo del cilindro, si este se encuentra entre 20 y 50, y la concentración está entre 7 y 9 se debe proceder a centrifugar. Estos datos se deben reportar en **F-PD-03**: "Carta de operación reactores Bicarbonato de Sodio"
 - /Cuando la concentración en el reactor sea igual o mayor que 10 se deja de centrifugar y se continua alimentando CO₂ hasta bajar la concentración al límite adecuado.
 - /Si el porcentaje de sólido es mayor de 50 y la concentración esta entre 6 y 8 se debe proceder a centrifugar sin alimentar carbonato y CO₂ hasta obtener un porcentaje de sólidos menor de 30, esto para evitar daños en el producto.
- 11) Una vez el reactor tenga un buen porcentaje de sólidos y la concentración adecuada se procede a bombear la suspensión al espesador para concentrar los sólidos. Para ello, cuando se trabaja con un solo reactor, se prenden las bombas de succión y de retorno con la válvula de retorno abierta en el reactor con que se trabaja y si se trabaja con los dos reactores se prende adicionalmente la bomba de recirculación y la bomba de retorno con la muletilla en la posición para retornar al reactor 2. Esto debe hacerse por lo menos media hora antes de la etapa de centrifugación para garantizar una buena operación en dicha etapa.
- 12) Si los niveles de los reactores están muy bajos y no dispone de agua madre, se complementa con agua potable, esto puede provocar la caída del tamaño de partícula debido a la disminución de la temperatura de la solución. Igualmente se puede optar por aumentar el ciclo de lavado en las centrifugas.
- 13) Seguir los pasos mencionados anteriormente para tratar de mantener la concentración de la solución de los reactores en los niveles establecidos.
- 14) Una hora antes de terminar el turno, el funcionario debe seguir lo estipulado en el **P-CC-02**: "Programa para el control de aseo y Orden".

15) Para evitar derrames de producto cuando la concentración de los reactores es muy baja o cuando el CO₂ esta muy malo se adiciona antiespumante, silicona 1520 grado alimenticio. La silicona se prepara adicionando 100ml de silicona y disolverla en un galón de agua, se empaqueta en recipientes plásticos de 3000 mL y se adicionan de a 40 mL aproximadamente cada hora a cada reactor durante el turno mientras se mantenga la espuma en el reactor. Se recomienda en lo posible mantener los niveles de los reactores bajos cuando se presente espuma y manejar en lo posible la concentración cercana a 8.

5.3.1 Recomendaciones para la etapa de reacción

- : Los reactores deben permanecer limpios exteriormente en todo momento y cuando se presentan incrustaciones en su interior se debe informar al supervisor o al Director de Producción para programar mantenimiento con caldera al reactor para disolver dichas incrustaciones.
- : Se deben revisar constantemente los tornillos de alimentación a los reactores y el elevador de cangilones para verificar su correcto funcionamiento.
- : La zona de reacción debe permanecer limpia, organizada y sin elementos extraños y que no pertenezcan al proceso productivo.
- : Cualquier problema mecánico que se detecte en esta etapa, se le debe comunicar inmediatamente al supervisor de turno para que este avise a los mecánicos para que ellos corrijan el defecto.

5.4 CENTRIFUGACIÓN

Esta operación tiene como objeto separar la mayor cantidad de sólido precipitado (Bicarbonato de Sodio) de la solución de los reactores. Esta etapa se hace sólo cuando la concentración en los reactores sea de 6 a 8 y cuando haya buena presencia de sólidos, esto para evitar que el producto salga carbonatado y para hacer el llenado más eficiente. La separación se efectúa en una centrífuga a la que se le suministra la solución y el sólido por medio de bombas. La centrífuga se trabaja por ciclos automáticos de la siguiente forma:

- 1 Cada reactor posee una manguera por la que se extrae la solución de Bicarbonato de Sodio a las centrífugas, cuando la solución de los reactores este lista para centrifugar, éstas deben colocarse correctamente en los acoples correspondientes.
- 2 Antes de iniciar el ciclo se debe verificar que la palanca de llenado este en la posición inicial.
- 3 Verificar que las centrífugas se encuentran tapadas correctamente.
- 4 Prender la centrífuga
- 5 Encender el ciclo automático de llenado (Los swiches se encuentran en el gabinete de control)
- 6 Durante el raspado del bicarbonato de sodio se debe verificar constantemente que el ducto de descarga de sólidos no se llene de producto para evitar que la centrífuga se frene. En caso de verse acumulación de material debe ayudársele a salir con una barra de acero inoxidable con un disco en la punta y en caso de que la centrífuga se frene siempre debe limpiarse dicho ducto antes de reinicarla.
- 7 Prender el tanque receptor de agua madre, el swiche se encuentra en la caja de control de reacción.
- 8 Cada hora a la salida de la centrífuga se hará un chequeo cualitativo del producto, este se hará de la siguiente manera:
 - :Se toma una pequeña porción de agua y una muestra de sólido de aproximadamente un gramo, se agita para disolver y se adicionan 2 gotas de fenolftaleína; si se presenta una coloración rosa, el producto puede tener problemas, pues este es un indicador de que el producto esta carbonatado por lo que se debe consultar con el Director de producción o quien haga sus veces el procedimiento a seguir.
 - :El resultado de esta prueba se debe reportar en **F-PD-05**: "Chequeos cualitativos y actividades de limpieza".

5.4.1 Recomendaciones para la etapa de centrifugación

- ✓ Si, una de las centrifugas no está operando, se debe pasar la manguera de carga de los reactores a la centrifuga que está funcionando.
- ✓ La válvula de paso que lleva el agua de acueducto a las centrifugas debe permanecer abierta, para así, retirar el poco carbonato que queda en el sólido, en el momento del lavado automático.
- ✓ Las centrifugas deben ser lavadas con el agua de recirculación, por cada turno siguiendo lo estipulado en **P-CC-02: "Programa para el control del aseo y orden"**.
- ✓ Las Centrifugas deben permanecer limpias en su exterior en todo momento, por lo tanto el operario de centrifugación será el responsable de su limpieza.
- ✓ En el momento del mantenimiento general de una de las centrifugas, el ciclo de ésta se debe apagar para evitar accidentes

5.5 SECADO

Esta etapa es una de las más importantes y más delicadas debido a que es un punto crítico para determinar la calidad del producto, ya que en dicha etapa el producto puede carbonatarse (quemarse) obteniendo un Bicarbonato de mala calidad.

Se deben tener cuidados especiales en la operación de los equipos para mantener estable las condiciones de secado. Los equipos principales utilizados en este proceso son: quemador, secador flash y un sistema de ventilación. La etapa de secado se realiza de la siguiente manera:

- 1 Verificar que las válvulas de suministro de propano se encuentre abiertas. Estas se encuentran en el tanque ubicado en la zona exterior y al lado del quemador.
- 2 Prender el ventilador del secador.
- 3 Prender el quemador y verificar haya llama y buen flujo de aire al interior del secador y esperar a que la temperatura alcance un valor mínimo de 65°C.
- 4 Verificar que el tamiz de producción esté encendido, que los operarios del tamiz tengan todo listo para iniciar producción y que la válvula de sólidos esté encendida. Si se va a sacar producto en big bag se debe verificar igualmente que el tornillo de llenado de estos esté encendido y el big bag vacío esté ubicado en el sitio de llenado.
- 5 Llenar la tolva de la centrifuga con bicarbonato de sodio húmedo hasta la mitad para evitar la entrada de aire caliente del secador a la tolva y encender el tornillo de alimentación al secador. En caso de atascamiento del tornillo se da contramarcha a este para retirar el taco y si el problema persiste se debe apagar el quemador y dejar al ventilador enfriando el secador unos 10 minutos para luego apagar el ventilador y revisar que no haya atascamientos en el vénturi.
- 6 Se debe revisar constantemente la temperatura de secado para evitar que el producto se queme por exceso de temperatura. La temperatura se puede visualizar en los display ubicados en la caja de control de la centrifuga. Este valor se reportará cada hora en el **F-PD-05: "Chequeos cualitativos y actividades de control"**.
- 7 A la salida del tamiz de producción se hará un chequeo cualitativo, este se hará cada hora y se procede de igual forma que en el chequeo cualitativo en centrifugación, los datos obtenidos se reportan en **F-PD-05: "Chequeos cualitativos y actividades de control"**.

En caso de que en la temperatura sobrepase el límite superior en el secador flash se deberá apagar el quemador para evitar así que el producto se carbonate; es de notar, que esta temperatura aumenta por encima, cuando el producto está muy seco, se daña el controlador del quemador o hay muy poco material en el equipo.

Se debe revisar en cada turno el vénturi para evitar que inscrustaciones o atascamientos impidan el normal desarrollo del proceso de secado.

En caso de salir producto ahumado por el tamiz este debe marcarse como producto quemado y si son pocos los bultos deben adicionarse al reactor. Debe revisarse el vénturí cada vez que se produzca esta eventualidad para remover cualquier posible atascamiento.

El turno O de 14:00 a 22:00 debe realizarle mantenimiento general a la casa de talegas diariamente al inicio del turno, para así, mantener un flujo de aire constante y lograr un mejor secado.

5.6 CLASIFICACIÓN DEL PRODUCTO TERMINADO

Esta etapa del proceso de elaboración del Bicarbonato de Sodio es importante, porque aquí es donde se debe garantizar una correcta clasificación del producto elaborado, de acuerdo con los diferentes grados, manejándose diferentes tipos de empaques y cantidad de bolsas internas. También debe arrumarse por separado y tener una rotulación en la que se indique dicho grado. Esta etapa contiene los siguientes equipos básicos: Tamiz, Casa de Talegas, básculas.

El producto en esta parte del proceso debe cuidarse de contaminaciones, ser evaluado visualmente (sucio o partículas extrañas y si es necesario, rechazarlo). Cada hora se debe sacar de cada grado una muestra de aproximadamente 300 gramos para que el analista pueda efectuar evaluaciones posteriores, estas muestras, tendrá la misma rotulación de los sacos.

Para la clasificación, empaque y rotulado del producto terminado se procede de la siguiente manera:

- 1 Preparar con anterioridad todos los materiales para el empaque teniendo en cuenta la Tabla 1.

Tabla 1: Identificación de sacos

Tipo de producto	Letra que identifica el tipo	Cantidad de bolsas		observaciones
		X 25	X 50	
Grueso	GR	0	1	Retenido en malla 60
Grueso semigrueso	GRSGR	0	1	Retenido en malla 100
Semigrueso fino	SGRF	1	1	Total pasante malla 60
Semigrueso	SGR	1	1	Pasante malla 60 y retenido en malla 100
Fino	F	1	1	Pasa malla 100
Grado Industrial	GT	0	0	Piedrilla molida

- 2 Calibrar la báscula con el cero y pesa patrón de 20 kg antes de iniciar las labores. Acondicionar el lugar de trabajo, cosedora, fibra para amarre y preparar bolsas para contramuestras.
- 3 El lote de los sacos se marca con el primer día de la semana y esta rotulación consiste en identificar a cada saco con la fecha de producción conservando el siguiente orden: día-mes-año- cada uno seguido de guión esta información debe colocarse en la parte del saco marcada con lote. Para control interno, adicionalmente se marcarán los turnos y grado del producto así:
 - Turno 1: C
 - Turno 2: O
 - Turno 3: Q

Esta letra se ubicará en el centro de la parte inferior del saco en el lado frontal. El tipo de producto se marcará según lo especificado en la tabla 1 y se ubicará al lado del turno antes de un guion

- 4 Los paquetes marcados y sin marcar deben ser colocados en las varillas dispuestas en la casa de talegas y jamás en el piso y se deben separar por tipo de producto.

5.7 EMPAQUE

Para esta etapa se debe tener en cuenta:

- ✓ Los bultos deben contener un peso exacto de 50 ó 25 kilos, ver instructivo "I-CC-01- Instructivo para pesaje de productos"
- ✓ Coser el saco con todo y bolsa y en caso de requerirlo el cliente amarrar la bolsa con fibra y coser solamente el saco, lo cual será definido por el Director de Producción.
- ✓ El material empacado se arrumará en planchas de 6 bultos x 10 de altura para empaque en 50 kilos y en planchas de 6 bultos x 20 de altura para empaque en 25 kilos y debe ser separado según el tipo de producto (Grueso, Grueso semigrueso, Semigrueso, Semigrueso fino, Finos, Grado técnico). Se debe verificar el estado de las estibas antes de ser utilizadas. Estos deben estar en las zonas permitidas para almacenamiento conservando una separación con las paredes mínimo de 50 cm.
- ✓ Cubrir cada arrume con bolsas plásticas para evitar que les caiga polvo y la humedad.
- ✓ Cualquier anomalía que pueda presentar el producto deben ser reportadas al supervisor o Director de turno encargado, estas pueden ser: producto sucio, partículas u objetos extraños, color distinto al blanco, olor extraño o producto con aspecto húmedo.
- ✓ La zona de empaque siempre debe permanecer limpia y sin elementos extraños que puedan contaminar el producto.

5.7.1 Recomendaciones para la etapa de empaque

/A la casa de talegas se le debe realizar el mantenimiento diario.

/Es primordial mantener limpia la malla del tamiz, para evitar que en el rechazo salga material bueno. El rechazo solo puede estar compuesto por grumos y material extraño; dicho material debe disponerse en sacos de segunda y ser trasladados al sitio previamente establecido, para posteriormente molerse.

/A la máquina cosedora de sacos se le hará una limpieza general y será lubricada por cada operario al final de cada turno. Además en el momento de cerrar un saco está se colocará en el gancho dispuesto y no en el piso.

/Esta zona debe entregarse en completo orden por parte del operario encargado.

5.8 BOMBEO

Como se dijo anteriormente, el bombeo es una etapa primordial para el buen funcionamiento del proceso. Las bombas centrífugas se deben revisar constantemente para detectar taqueos y obstrucciones en estas o en las tuberías que conducen las suspensiones. Se deben seguir las siguientes recomendaciones:

- Al final de cada turno se debe realizar un lavado de las bombas para así evitar la cristalización en estas y las líneas de conducción.
- Se deben revisar constantemente las bombas para detectar fugas o cualquier desperfecto que se presente.
- Por ningún motivo se debe operar una bomba en vacío pues se pueden dañar los sellos de la bomba y ocasionar mal funcionamiento de esta.
- Cualquier anomalía que se presente con las bombas debe ser comunicada de manera inmediata al supervisor y al personal de mantenimiento presente en la planta en el momento.

5.9 RECOMENDACIONES GENERALES PARA EL PROCESO

- En lo posible el proceso debe ser continuo, es decir, todos los equipos deben permanecer trabajando en todo momento. Por dicha razón, el operario no puede abandonar su puesto de labores, hasta no ser relevado por el trabajador del siguiente turno.
- Es de suma importancia concientizarse de lo que representa la pérdida de agua madre por derrames y fugas en equipos; es por ello, que a continuación se detalla la cantidad de material perdido como Bicarbonato por litro de solución.

Porcentaje Sólido en Reactor	Cantidad de Bicarbonato Perdida en Gramos
20	450
30	580
40	730
50	850

- Es de notar que en cualquier derrame pequeño del reactor se llegan a perder mínimo 10 litros de solución, por lo tanto, en el caso de que el porcentaje de sólido sea del 20% se perderán 4 kg y medio de producto, lo que ocasiona una pérdida económica considerable.
- Al finalizar el turno, el supervisor debe llenar los informes de producción: **F-PD-01**: “Control de Inventarios Bicarbonato de Sodio” y el **F-PD-02**: “Trazabilidad producción Bicarbonato de Sodio”.

6 DOCUMENTOS RELACIONADOS

P-CC-02 Programa de aseo y orden.
M-MT-01 Manual de Mantenimiento

7 REGISTROS

F-PD-01 Inventario diario producción Bicarbonato de Sodio
F-PD-02 Trazabilidad Producción Bicarbonato de Sodio
F-PD-03 Carta de operación de reactores Bicarbonato de Sodio
F-PD-04 Lista de Chequeo
F-PD-05 Chequeos cualitativos.
F-PD-06 Eventualidades

8 CONTROL DE CAMBIOS

Versión	Fecha	Motivo del cambio (¿Qué cambio y porque?)
00	18/09/2003	Se modifica el objetivo, alcance pues no especificaban de forma clara la finalidad y cobertura del documento y responsabilidades ya que est
	8/02/2006	Se modifiko el Diagrama de flujo de la Planta de Bicarbonato de Sodio Se referencia el documento P-CC-02 como " Programa para el control de aseo y orden" el cual no existe con ese nombre, el documento P-CC-02 es " control de producto no conforme".
	05/03/2008	Se verifica información y se adiciona la etapa de antiespumante y cristalizante en reacción.



TABLA DE CONTENIDO

1	OBJETIVO	2
2	ALCANCE	2
3	RESPONSABILIDADES	2
4	DESARROLLO	3
4.1	MARCO TEÓRICO	3
4.2	EQUIPOS.....	3
4.3	REACTIVOS	4
5	ANÁLISIS	4
5.1	PREPARACIÓN Y ESTANDARIZACIÓN DE SOLUCIONES	4
5.1.1	<i>Procedimiento para preparación de ácido sulfúrico:</i>	4
5.1.2	<i>Preparación de Fenolftaleína al 1.0%</i>	4
5.1.3	<i>Preparación de Anaranjado de metilo 0.1%</i>	5
5.1.4	<i>Preparación de Carbonato de sodio patrón primario</i>	5
5.1.5	<i>Estandarización del ácido sulfúrico</i>	5
5.2	ANÁLISIS DE PRODUCTOS.....	6
5.2.1	<i>Reconocimiento del producto mediante análisis cualitativo</i>	6
5.2.2	<i>Homogenización de la muestra</i>	8
5.2.3	<i>Medida de Pureza como Bicarbonato de Sodio (NaHCO₃)</i>	8
5.2.4	<i>Pérdidas por secado</i>	9
5.2.5	<i>Procedimiento para el Análisis de Sustancias Insolubles en el Bicarbonato de Sodio</i>	9
5.2.6	<i>Análisis cualitativo de Carbonato Normal</i>	9
5.2.7	<i>Determinación del Contenido de Bicarbonato y Carbonato de Sodio</i>	9
5.2.8	<i>Granulometría para el Bicarbonato de sodio</i>	10
5.2.9	<i>Análisis del Bicarbonato de amonio</i>	10
5.2.10	<i>Análisis de Carbonato de Sodio</i>	11
5.2.11	<i>Análisis de humedad para el Carbonato de sodio</i>	11
6	MEDIDAS DE SEGURIDAD EN EL LABORATORIO	12
6.1	RECOMENDACIONES PARA EL MANEJO DE ALGUNAS SUSTANCIAS ESPECÍFICAS.....	12
6.2	¿QUÉ HACER EN CASO DE ACCIDENTE?.....	13
6.2.1	<i>Salpicaduras por ácidos y álcalis</i>	13
6.2.2	<i>Quemaduras por objetos, líquidos o vapores calientes</i>	13
7	DOCUMENTOS RELACIONADOS	14
8	REGISTROS	14
9	CONTROL DE CAMBIOS	14
10	ANEXOS	14

Elaborado por: Marta Alzate	Revisado por: Jaime González	Aprobado por: Gloria Gómez
Fecha: noviembre 19 de 2004	Fecha: Noviembre 26 de 2004	Fecha: Diciembre 3 de 2004

1 OBJETIVO

Establecer los métodos de análisis para el Bicarbonato de Sodio, el Bicarbonato de Amonio, Carbonato de Sodio, Biocarb y Biocarb-S , de modo que los resultados que se arrojen después de las pruebas sean confiables.

2 ALCANCE

Este documento recopila los análisis que se deben hacer al Bicarbonato de sodio, Bicarbonato de amonio, Carbonato de sodio, Biocarb y Biocarb-S desde la recepción de la muestra en el laboratorio hasta el reporte de resultados. También sirve de guía de laboratorio para consultas o para realizar inducciones a los auxiliares del laboratorio.

3 RESPONSABILIDADES

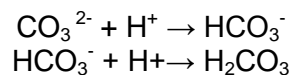
La Jefe de Calidad será la responsable de verificar que los análisis a los diferentes productos se hagan bajo los parámetros establecidos en este procedimiento. El Analista de laboratorio será el responsable de realizar los análisis a cada lote de producción y de solicitar las muestras a producción.

4 DESARROLLO

4.1 MARCO TEÓRICO

El Bicarbonato de sodio es un sólido cristalino de color blanco, altamente utilizado en la industria por sus aplicaciones como leudante, agente buffer, como fuente de sodio en alimentación, en extintores, en soda-blasting, entre otras.

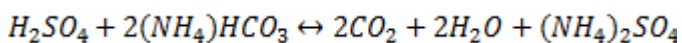
El análisis de Bicarbonato de sodio se hace mediante una titulación ácido-base que presenta dos puntos de equivalencia. El primero corresponde a la valoración del CO_3^{2-} a HCO_3^- , a un pH de 8.32; el segundo, corresponde a la valoración de HCO_3^- a H_2CO_3 , a un pH de 3.87, estas son las ecuaciones que representan la reacción:



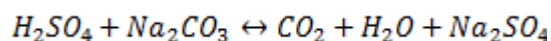
La primera titulación se hace usando fenolftaleína como indicador y corresponde al primer punto de equivalencia el cual se detecta por cambio de la solución de rosado a incoloro. La segunda titulación se hace con anaranjado de metilo como indicador y el punto de equivalencia se detecta por el cambio de color de la solución de amarillo a rojo.

El bicarbonato de amonio o hidrogeno carbonato de amonio es un polvo cristalino blanco, soluble en agua e insoluble en alcohol y acetona. Es reconocido en la industria alimentaria por ser un efectivo agente leudante. También es empleado en la producción de sales de amonio, como ingrediente en los extinguidores de fuego, en aplicaciones farmacéuticas, en la industria de los tintes y pigmentos, como desengrasante de textiles, como inflador de goma o caucho, en baños refrigerantes, como acelerador de la descomposición en abonos, en la manufactura de cerámicos, en el curtido de cueros al cromo, en la manufactura de catalizadores, entre otras.

El análisis de pureza del bicarbonato de amonio se desarrolla mediante una reacción de neutralización entre el ácido sulfúrico empleado y el ion amonio proveniente de la muestra. En la reacción también se hace desprendimiento de CO_2 proveniente del ion carbonato. El punto de equivalencia aproximado obtenido mediante valoración en el laboratorio se encuentra entre unos valores de pH de 3.25 a 3.73. El indicador empleado es naranja de metilo R, el cual pasa de un color amarillo a naranja. La ecuación global que describe lo que ocurre en la reacción de neutralización se muestra a continuación:



El carbonato de sodio, igual que en el caso del bicarbonato de sodio y de amonio, se realiza su análisis de pureza con ayuda de una reacción de neutralización que tiene un punto de equivalencia a un pH de 3.87. La reacción global se presenta a continuación:



4.2 EQUIPOS

- ✓ Balanza analítica con precisión de 0.1 mg
- ✓ Balanza electrónica con precisión de 0.1 g
- ✓ Beakers de 100 ml y 250 ml

- ✓ Erlenmeyer de 250 y 500 ml
- ✓ Agitador magnético
- ✓ 2 Buretas de 25 ml con precisión mínima de 0.05 ml.
- ✓ Estufa
- ✓ Desecador con silica gel.
- ✓ Pipetas
- ✓ Pipeteador
- ✓ Balones volumétricos
- ✓ pH-metro

4.3 REACTIVOS

- ✓ Ácido sulfúrico grado analítico al 98% de pureza
- ✓ Carbonato de sodio patrón primario.
- ✓ Agua destilada
- ✓ Anaranjado de metilo
- ✓ Fenolftaleína
- ✓ Etanol grado reactivo

5 ANÁLISIS

Los métodos de análisis que se describen a continuación, están fundamentados principalmente en las normas USP XXVI, BP 3ª edición y NTC 1616. Algunos de los valores de concentración para los ácidos descritos en estas normas han sido modificados con el fin de obtener valores más precisos.

5.1 PREPARACIÓN Y ESTANDARIZACIÓN DE SOLUCIONES

5.1.1 Procedimiento para preparación de ácido sulfúrico:

El ácido que se vaya a usar en los análisis de producto se debe preparar a partir de ácido grado analítico, para obtener mayor precisión en los resultados.

Preparación de H₂SO₄ 0.1 N: por cada litro de solución a preparar, tomar 2.7 ml de H₂SO₄ grado analítico al 98 % de pureza.

Preparación de H₂SO₄ 0.5 N: por cada litro de solución a preparar, tomar 13.6 ml de H₂SO₄ grado analítico al 98% de pureza.

Preparación de H₂SO₄ 1.0N: Por cada litro de solución a preparar, tomar 27,2 ml H₂SO₄ grado analítico al 98 % de pureza.

Precauciones: El ácido sulfúrico concentrado NO debe pipetarse utilizando la boca, para ello UTILIZAR un pipeteador.

5.1.2 Preparación de Fenolftaleína al 1.0%

- ✓ Pesar 1.0 g de fenolftaleína.
- ✓ Tomar un recipiente (puede ser el frasco donde se guardará la solución), colocarlo sobre la balanza electrónica y tararla.
- ✓ Adicionar la fenolftaleína en el recipiente y adicionar alcohol etílico industrial hasta completar 100

gramos de solución.

- ✓ Disolver completamente la fenolftaleína en el alcohol, hasta que la solución quede completamente incolora.

5.1.3 Preparación de Anaranjado de metilo 0.1%

- ✓ Pesar 0,1 g de naranjado de metilo sólido.
- ✓ Tomar un recipiente (puede ser el frasco donde se guardará la solución), colocarlo sobre la balanza electrónica y tararla.
- ✓ Adicionar el naranjado de metilo en el recipiente y adicionar agua destilada hasta completar 100 gramos de solución.
- ✓ Disolver completamente el naranjado en el agua.

5.1.4 Preparación de Carbonato de sodio patrón primario

Pesar aproximadamente 4.0 g de Carbonato de sodio patrón primario, llevar a la estufa a 105 °C durante 30 minutos, después de esto llevarlo al desecador con gel de sílice y dejarlo enfriar por 30 minutos.

5.1.5 Estandarización del ácido sulfúrico

Adicionar en una bureta de precisión ± 0.05 la solución de ácido cuya concentración se desea determinar.

- ✓ *Para H_2SO_4 con concentración entre 0.50 N y 1.00 N:* tomar 0.50 g de patrón primario y disolverlo en 50 ml de agua destilada, añadir 2 gotas de anaranjado de metilo.
- ✓ Valorar la disolución de Carbonato de sodio con el ácido hasta hallar el punto de equivalencia que se detecta por un cambio de coloración del indicador que va de amarillo a un leve rojizo.
- ✓ Se mide la cantidad de ácido gastado.
- ✓ Se calcula el valor de la normalidad del ácido sulfúrico con la siguiente formula:

$$N_{H_2SO_4} = W / (0.053 V_{H_2SO_4}(\text{ml})) * \text{Factor de pureza patrón}$$

Donde:

$N_{H_2SO_4}$ = Normalidad del ácido sulfúrico

W = Peso de muestra de patrón primario

0.053 = Miliequivalentes de Na_2CO_3

$V_{H_2SO_4(\text{ml})}$ = Volumen de ácido sulfúrico gastado en la titulación.

Este procedimiento se repite mínimo 3 veces y se obtienen un promedio con estos valores de normalidad del ácido. Este dato debe reportarse en el formato **F-CC-05** "Estandarizaciones" como valor de la normalidad del ácido.

Para H_2SO_4 0.10 N: tomar entre 0.05 y 0.10 g de patrón primario, disolverlo en 50 ml de agua destilada, adicionar dos gotas de anaranjado de metilo, titular con el ácido sulfúrico hasta que el color cambie de amarillo a rojizo. Calcular la concentración del ácido de la misma manera que para el ácido sulfúrico 0.50 N y 1.00 N.

Este dato debe reportarse en el formato **F-CC-05** "Estandarizaciones"

5.2 ANÁLISIS DE PRODUCTOS

5.2.1 Reconocimiento del producto mediante análisis cualitativo

5.2.1.1 Puntos negros

La prueba de puntos negros se realiza principalmente para calificar la cantidad de cuerpos extraños perceptibles por el ojo humano presentes en la muestra. La cuenta de estos elementos se hace luego de la homogenización de las muestras provenientes de producción, empleando un vidrio de reloj de un diámetro aproximado de 15 cm y ubicándolo donde se encuentre la mayor concentración de puntos negros (PN). Si los $PN < 5$ la muestra pasa satisfactoriamente la prueba, si $5 < PN < 10$, el producto se encuentra en un término medio, y si la muestra contiene $PN > 10$, el producto se toma como no conforme para esta prueba. Esta prueba es aplicada para el carbonato de sodio, bicarbonato de sodio y bicarbonato de amonio húmedo y seco. Para el bicarbonato de amonio húmedo el reconocimiento se hace antes de la homogenización.



Imagen 1. Prueba de puntos negros

5.2.1.2 Partículas metálicas

La prueba de partículas metálicas, de manera similar a la de puntos negros, lo que busca es observar la cantidad de objetos metálicos perceptibles al ojo humano en la superficie de un imán recubierto con papel blanco con un área efectiva aproximada de 17 cm² encontrados en una muestra de producto de 500 g. La calificación tiene una escala que va de 1 a 5 de acuerdo al tamaño y forma de las partículas. En las Imágenes 2 a 6 se presenta los patrones de comparación para la asignación de la calificación.

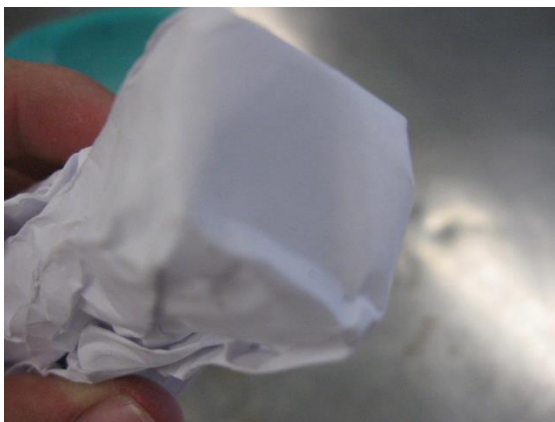


Imagen 2. PM calificación 1

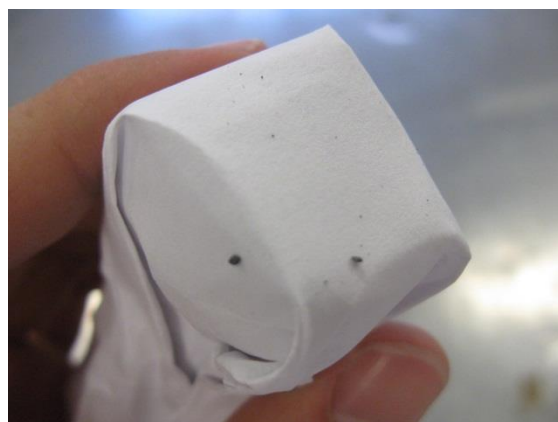


Imagen 3. PM calificación 2

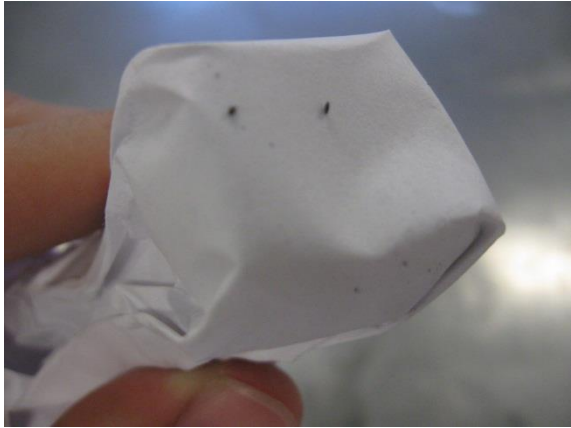


Imagen 4. PM calificación 3

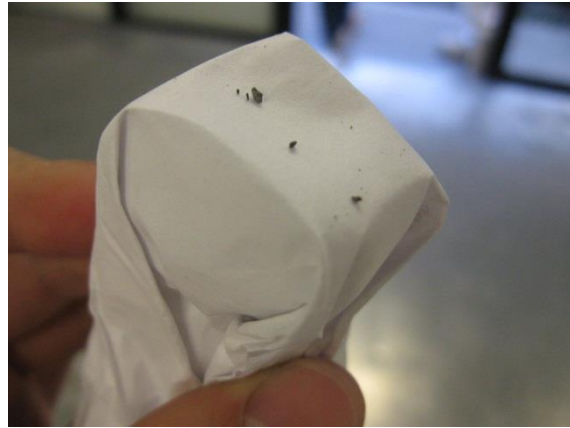


Imagen 5. PM calificación 4

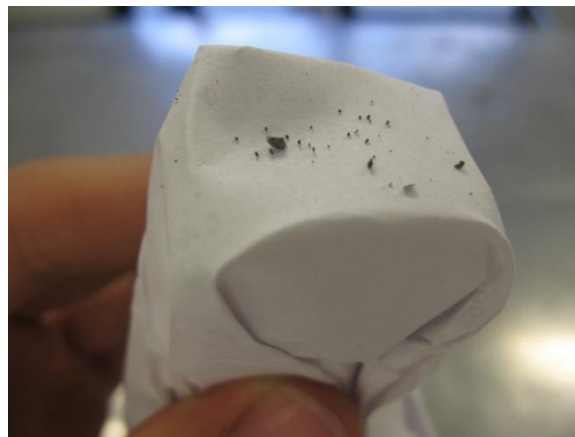


Imagen 6. PM calificación 5

5.2.1.3 Prueba de coloración

La prueba de coloración como su nombre lo dice, tiene como fin determinar de manera cualitativa mediante la percepción del analista la presencia de alguna coloración extraña dentro del producto.

Para realizar la comparación se puede emplear un patrón del producto junto con la muestra, y según sea la diferencia respecto al color original (generalmente blanco), se califica con enumeración que va de 0 a 3, donde 3 es el máximo o coloración intensa del contaminante en el material. En las imágenes 7 a la 10 se muestra la presencia de color en muestras de bicarbonato de amonio húmedo.



Imagen 7. Coloración 0

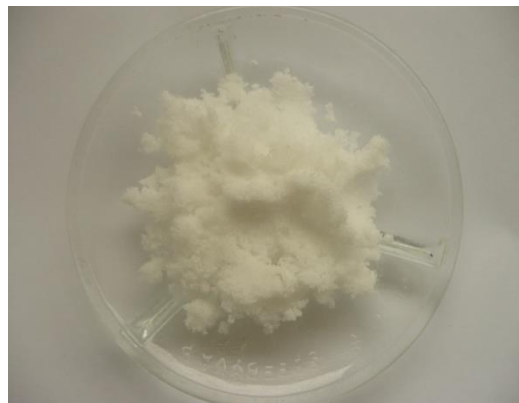


Imagen 8. Coloración 1



Imagen 9. Coloración 2



Imagen 10. Coloración 3

5.2.2 Homogenización de la muestra

Antes de comenzar a realizar los análisis del producto terminado en el laboratorio, se debe homogenizar la muestra para garantizar que la porción de esta a ser analizada posee características de todo el material recogido. Este proceso se hará así;

- ✓ Vacíe la muestra sobre una bolsa plástica limpia o en un recipiente con capacidad suficiente para ello y mézclela bien con una pala pequeña.
- ✓ Cuando este homogenizada, vacíe la mezcla en el homogenizador.
- ✓ La muestra inicial quedará dividida en 2, una de las mitades se descartará y la otra se volverá a vaciar en el homogenizador, este procedimiento se hará hasta que se obtengan dos muestras entre 150 y 200 gramos, una de las dos muestras se guardará en un recipiente plástico de 120cc por 24 meses como contra-muestra en caso de que se presenten reclamaciones por el producto.
- ✓ Con la otra mitad se realizarán los análisis al producto. Esta última se desechará después de efectuados los análisis.

Ver Anexo 1: “Procedimientos para la preparación de muestras de suelos por cuarteo”.

5.2.3 Medida de Pureza como Bicarbonato de Sodio (NaHCO₃)

- ✓ Pesar una muestra de 1.0 000g de Bicarbonato de Sodio.
- ✓ Disolver en 25 ml. de agua destilada, hasta que la solución esté completamente incolora.
- ✓ Adicionar 2 gotas de anaranjado de metilo.
- ✓ Titular la solución con ácido sulfúrico (H₂SO₄) de concentración 1.0 N o 0.50 N hasta que la solución pase de naranja a rosado.

La pureza como Bicarbonato de sodio se mide a partir de la siguiente ecuación.

$$\%NaHCO_3 = \left(\frac{V_{H_2SO_4} * N_{H_2SO_4} * 8.401}{w_{(g)}} \right)$$

Donde:

V_{H₂SO₄} = Volumen de ácido sulfúrico gastado en ml.

N_{H₂SO₄} = Normalidad del ácido sulfúrico utilizado

w_(g) = Peso de la muestra de Bicarbonato de Sodio en gramos

Los datos se deben reportar en el formato “Análisis de pureza Bicarbonato de Sodio”.

5.2.4 Pérdidas por secado

- ✓ Pesar un vidrio de reloj completamente seco. Anotar el peso.
- ✓ Pesar de 2.0000 a 4.0000 g de Bicarbonato de Sodio en el vidrio.
- ✓ Colocarlo en un desecador con Silica Gel tapado por 4 horas.
- ✓ Pesar nuevamente el vidrio con Bicarbonato de sodio.

$$\% \text{Humedad} = \left(\frac{m_2 - m_3}{m_2 - m_1} \right) \times 100$$

Donde:

m_1 : masa vidrio de reloj en gramos.

m_2 : masa vidrio de reloj + masa muestra húmeda en gramos.

m_3 : masa vidrio de reloj + masa muestra seca en gramos.

El producto no debe exceder del 0.25%. Este dato debe reportarse el formato: **F-CC-03** "Análisis de pureza Bicarbonato de Sodio".

5.2.5 Procedimiento para el Análisis de Sustancias Insolubles en el Bicarbonato de Sodio.

- ✓ Pesar 50 g de Bicarbonato de Sodio
- ✓ Disolver en 500 ml. de agua con agitador magnético.
- ✓ Chequear que la solución resultante sea completamente clara, limpia y sin puntos negros. La presencia de materia insoluble se indica por la aparición de un precipitado y/o color opaco de la solución.
- ✓ Verificar que en el magneto no quedan partículas metálicas adheridas.

5.2.6 Análisis cualitativo de Carbonato Normal

- ✓ Pesar 1.0 g de Bicarbonato de Sodio.
- ✓ Disolver en 20.0 ml. de agua, cuya temperatura no exceda los 5 °C.
- ✓ Adicionar 0.5 ml. de H₂SO₄ 0.10 N.
- ✓ Adicionar 2 gotas de fenolftaleína.
- ✓ La mezcla no debe mostrar más que un leve rosado inmediatamente.

5.2.7 Determinación del Contenido de Bicarbonato y Carbonato de Sodio

- ✓ Pesar 1.0 g de Bicarbonato de Sodio.
- ✓ Disolver en 30 ml. de agua destilada.
- ✓ Agregar 2 gotas de fenolftaleína.
- ✓ Titular con H₂SO₄ 0.10N (N₁) hasta que cambie de rosa a incoloro o hasta que alcance un pH igual a 8.32 y anotar el volumen gastado (V₁).
- ✓ Agregar 2 gotas de anaranjado de metilo.
- ✓ Continuar titulación con H₂SO₄ con concentración entre 0.50 y 1,0 N (N₂) hasta viraje de amarillo a naranja o hasta que el pH sea igual a 3.87 y anotar el volumen gastado (V₂)
- ✓ Los diferentes porcentajes se determinan mediante las siguientes formulas:

$$\% Na_2CO_3 = \left(\frac{2V_{1(mL)} * N_1}{w(g)} \right)$$

$$\%NaHCO_3 = \left(\frac{V_2(mL) * N_2 - V_1(mL) * N_1}{W(g)} \right)$$

$$\%Pureza\ total = \left(\frac{V_2(mL) * N_2 + V_1(mL) * N_1}{W(g)} \right) * 8.401$$

Donde:

%Na ₂ CO ₃ =	% de Carbonato de Sodio residual.
%NaHCO ₃ =	% de Bicarbonato de Sodio.
%Pureza total=	Porcentaje total de Bicarbonatos
V ₁ =	Volumen de H ₂ SO ₄ consumido en la primera titulación, con fenolftaleína.
V ₂ =	Volumen de H ₂ SO ₄ consumido en la segunda titulación, con naranja de metilo
N ₁ =	Normalidad de la solución de H ₂ SO ₄ usada en la primera titulación
N ₂ =	Normalidad de la solución de H ₂ SO ₄ usada en la segunda titulación
W _(g) =	Masa en gramos de muestra.

Este valor se reporta en el formato **F-CC-03** "Análisis de pureza Bicarbonato de sodio"

5.2.8 Granulometría para el Bicarbonato de sodio

La serie de tamices utilizada para el análisis granulométrico es la serie TAYLER conformada por las siguientes mallas: #60, #80, #100, #140, #200, #325.

- ✓ Tomar el peso de las mallas que se vayan a usar incluyendo el colector.
- ✓ Pesar entre 50.0 de Bicarbonato de Sodio en balanza electrónica (+ 0.1 g).
- ✓ Armar el juego de tamices con las respectivas mallas en orden descendente colocando por ultimo el colector.
- ✓ Adicionar la muestra de Bicarbonato de sodio sobre la primera malla del tamiz previamente armado y tapar.
- ✓ Colocar el juego de tamices en el RO-TAP y tamizar durante 10 minutos.
- ✓ Pesar las mallas, ahora con Bicarbonato en ellas, y reportar los datos en el formato **F-CC-06** "Análisis granulométrico".

5.2.9 Análisis del Bicarbonato de amonio

5.2.9.1 Muestreo

El muestreo del bicarbonato de amonio se realiza en dos partes principalmente: Luego de la etapa de centrifugado en la cual el material es calificado como húmedo y en la etapa de secado.

En la etapa de centrifugado se hará el muestreo según el número de veces que se repite la operación por lote de reactor, sacando una cantidad pequeña de material cada dos centrifugadas. Ejemplo: Reactor 1, Centrifuga 1-2. A la muestra solo se le realizara una prueba cualitativa que contiene una inspección física, conteo de puntos y percepción de coloración.

En la etapa de secado el muestreo se debe hacer cada hora durante la duración del turno. A las muestras obtenidas se les realiza una inspección física para detectar anomalías en el producto. Si no se observa ninguna anomalía se procede con la homogenización de las muestras, conteo de puntos negros, partículas metálicas y posterior prueba de pureza.

Todo lo anterior se debe realizar en el menor tiempo posible debido a las pérdidas por descomposición del producto. Las muestras son recolectadas en recipientes de 125 cm³ para su almacenamiento.

5.2.9.2 Análisis de pureza

Luego del proceso de muestreo, la determinación de la pureza se realiza de la manera descrita a continuación:

- ✓ Pesar 1.0000 g de Bicarbonato de Amonio.
- ✓ Disolver esta muestra de forma rápida en un erlenmeyer con 50 ml de agua destilada.
- ✓ Adicionar 2 o 3 gotas de naranja de metilo.
- ✓ Titular la solución con ácido sulfúrico 0.50 ó 1.0 N hasta que la solución pase de naranja a rosado. (La titulación debe hacerse en el menor tiempo posible para evitar la descomposición del Bicarbonato de Amonio)
- ✓ El porcentaje de pureza del Bicarbonato de Amonio se determina mediante la siguiente formula:

$$\%NH_4CO_3 = \frac{V_{H_2SO_4(mL)} * N_{H_2SO_4} * 7.901}{W(g)}$$

$V_{H_2SO_4}$ = Volumen de ácido sulfúrico gastado

$N_{H_2SO_4}$ = Normalidad del ácido sulfúrico utilizado

Este valor se reporta en el formato **F-CC-02** y **F-CC-17** "Análisis de pureza Bicarbonato de Amonio"

5.2.10 Análisis de Carbonato de Sodio

El proceso de análisis del Carbonato de Sodio se describe a continuación:

- ✓ Homogenice la muestra igual que en el numeral 5.2.2.

Los pasos a seguir para el análisis de la muestra son:

- ✓ Se pesa 0.50 gramos de muestra de Carbonato de Sodio.
- ✓ Disolver la muestra en 25 ml de agua.
- ✓ Adicionar 2 gotas de Anaranjado de metilo al 0.1%.
- ✓ Titular con Ácido Sulfúrico entre 0.50 y 1.0N hasta que la solución cambie de amarillo a rosado.
- ✓ Calcular el porcentaje de Carbonato de Sodio con la siguiente fórmula:

$$\%Na_2CO_3 = \left(\frac{V_{H_2SO_4(ml)} \times N_{H_2SO_4}}{W(g)} \right) \times 5.301$$

Se realiza análisis de recepción de Carbonato de sodio a tres muestras diferentes y se reporta en el formato **F-CC-01** "Análisis físico químico de Carbonato de sodio". Cuando se analiza Carbonato de sodio para despacho, el valor se reporta en el formato **F-CC-07** "Análisis físico químico Carbonato de Sodio para despachos".

5.2.11 Análisis de humedad para el Carbonato de sodio

- ✓ Pesar un vidrio de reloj seco

- ✓ Pesar en el vidrio entre 4.0000 y 5.0000 g de Carbonato de sodio.
- ✓ Colocarlos en la estufa a 150° por 2 horas.
- ✓ Después de transcurridas las dos horas, sacar el vidrio y colocarlo en un desecador con sílica gel por media hora.
- ✓ Pesar nuevamente el vidrio con la muestra.
- ✓ Calcular el porcentaje de humedad con la siguiente fórmula:

$$\% \text{Humedad} = \left(\frac{m_2 - m_3}{m_2 - m_1} \right) \times 100$$

Donde:

m_1 : Masa del vidrio de reloj

m_2 : masa del vidrio de reloj + la muestra

m_3 : masa del vidrio de reloj + la muestra después de secado.

El valor se reporta en el formato: “Análisis físico químico Carbonato de sodio” o “Análisis físico químico Carbonato de Sodio para despachos” según sea el caso.

Nota: “Si los resultados de los análisis al carbonato no son compatibles con los reportados en el certificado de calidad del proveedor, se deberá redactar la respectiva No conformidad e informarla al responsable de compras para que ésta se lo comunique al proveedor. Dependiendo de la no conformidad el lote se rechazará o no, en caso de ser rechazado, se identificara con el cuadro de color correspondiente (Ver **P-CC-02**: Control de Producto No conforme”).

6 MEDIDAS DE SEGURIDAD EN EL LABORATORIO

Para trabajar en el laboratorio se debe:

- ✓ Uso indispensable de bata como medida de protección.
- ✓ No pipetar los ácidos con la boca, puede llegar a ingerirlos.
- ✓ La dilución de ácidos concentrados debe hacerse de la siguiente manera:
 - * Utilizar recipientes de pared delgada.
 - * Añadir lentamente el ácido al agua resbalándolo por las paredes del recipiente, al mismo tiempo que se agita suavemente. **NUNCA AÑADIR AGUA AL ÁCIDO**, ya que puede formarse vapor con violencia explosiva.
 - * Si el recipiente en el que se hace la dilución se calentara demasiado, interrumpir de inmediato y continuar la operación en baño de agua o hielo.
- ✓ No se debe oler directamente una sustancia, sino que sus vapores deben abanicarse con la mano hacia la nariz.
- ✓ Cuando en una reacción se desprendan gases tóxicos o se evaporen ácido, la operación deberá hacerse bajo una campana de extracción.
- ✓ Los frascos que contengan los reactivos deben mantenerse tapados mientras no se usen.
- ✓ **No ingerir ningún tipo de alimentos ni fumar dentro del laboratorio.**
- ✓ Cualquier accidente debe ser notificado de inmediato al responsable de Seguridad industrial

6.1 RECOMENDACIONES PARA EL MANEJO DE ALGUNAS SUSTANCIAS ESPECÍFICAS.

Ácido Nítrico (HNO_3): Este ácido daña permanentemente los ojos en unos cuantos segundos y es sumamente corrosivo en contacto con la piel, produciendo quemaduras, mancha las manos de amarillo por acción sobre las proteínas. No pipetear con la boca, usar bata de laboratorio, gafas de seguridad, guantes de vinilo, para su manipulación.

Ácido Sulfúrico (H_2SO_4), Fosfórico (H_3PO_4) y Clorhídrico (HCl): Las soluciones concentradas de

estos ácidos lesionan rápidamente la piel y los tejidos internos. Sus quemaduras tardan en sanar y pueden dejar cicatrices. Los accidentes más frecuentes se producen por salpicaduras y quemaduras al pipetearlos directamente con la boca. No pipetear con la boca, usar bata de laboratorio, gafas de seguridad, guantes de vinilo para su manipulación.

6.2 ¿QUÉ HACER EN CASO DE ACCIDENTE?

En caso de accidente en el laboratorio, hay que comunicarlo inmediatamente al responsable de Seguridad industrial para realizar los primeros auxilios.

6.2.1 Salpicaduras por ácidos y álcalis

Lavarse inmediatamente y con abundante agua la parte afectada por lo menos por 15 minutos. Si la quemadura fuera en lo ojos, después de lavado, acudir al servicio medico. Si la salpicadura fuera extensa, llevar al lesionado al chorro de la regadera inmediatamente y acudir después al servicio medico.

6.2.2 Quemaduras por objetos, líquidos o vapores calientes

Aplicar pomada para quemaduras o pasta dental en la parte afectada. Es caso necesario, proteger la piel con gasa y acudir al servicio medico.

7 DOCUMENTOS RELACIONADOS

- FT-PD-04: Hojas de seguridad del Bicarbonato de sodio
- FT-PD-05: Hojas de seguridad del Bicarbonato de amonio
- FT-PD-06: Hojas de seguridad del Carbonato de sodio
- NTC 1616: Productos Químicos – Bicarbonato de Sodio 1985
- P-CC-02: Control de producto no conforme
- USP 26-NF-21: The United States Pharmacopeias Convention, Inc. 2002
- BP-2000: BritishPharmacopeias. 2002
- Hojas de seguridad de reactivos

8 REGISTROS

- F-CC-01: Análisis físico químico Carbonato de sodio
- F-CC-02: Análisis de pureza Bicarbonato de amonio
- F-CC-03: Análisis de pureza Bicarbonato de sodio
- F-CC-03: Pérdidas por secado del bicarbonato de sodio
- F-CC-05: Estandarizaciones
- F-CC-06: Análisis granulométrico
- F-CC-07: Análisis físico químico Carbonato de sodio para despachos

9 CONTROL DE CAMBIOS

Versión	Fecha	Motivo del cambio (¿Qué cambió y por que?)
00	01/10/2004	Cambia el nombre del documento ya que solo se usará el nombre de manual para el manual de calidad. Se eliminan los análisis que no se hacen al producto y sólo se deja el procedimiento de los análisis que se harán en el laboratorio de la compañía. Cambia el objetivo del proceso ya que el anterior estaba mal formulado. Cambia el alcance según las modificaciones realizadas al documento, se deja la responsabilidad de la verificación a la Jefe de calidad y no al analista. Se incluyen marco teórico con el fin de dar una guía para el entendimiento de los análisis a realizar. Se incluye el procedimiento de homogenización de muestra ya que actualmente no se hace adecuadamente y se incluyen medidas de seguridad en el laboratorio ya que actualmente no se cuenta con ellas.
01	24/11/2007	Se revisa redacción por lo que se hacen algunos cambios, se especifican los códigos de los formatos donde se deben reportar los resultados de los análisis a realizar en el laboratorio, se corrige ecuación de cálculo de pureza del Bicarbonato de sodio y alguna cifras decimales de las medidas de las muestras a analizar.
02	28/03/2008	Se actualiza 5.2.7 en donde se especifica el juego de tamices que se utilizan en el análisis y su serie.

10 ANEXOS

Anexo 1: Procedimientos para la preparación de muestras de suelos por cuarteo.