

	PROCIMART	ENVASADO DE ACEITE EN TAMBORES CERRADOS	CÓDIGO P-AS-01			
			PÁGINA 1 de 4			
FECHA DE ELABORACIÓN		FECHA DE ACTUALIZACIÓN	NO. REV.			
DÍA	MES	AÑO	DÍA	MES	AÑO	ÁREAS AFECTADAS
16	11	2011	23	03	2022	O3 LLENADO

1.0 OBJETIVO:

Establecer las actividades a realizar por personal de llenado para el envasado del producto Aceites Coldpressed, Esencias, Aromas, Destilados y Terpenos garantizando la calidad e inocuidad en el producto terminado.

2.0 ALCANCE:

Aceites Coldpressed, Esencias, Aromas, Destilados y Terpenos

3.0 RESPONSABILIDAD:

Analista: Coordina y supervisa las maniobras ó actividades para que se realicen de acuerdo a los procedimientos establecidos y cumpliendo con las normas de calidad para garantizar la seguridad del producto; además que dichas actividades se realicen en tiempo y forma y realiza la toma de muestras durante el envasado (cada 10 tambores).

Operador de Aceites: Realizar las actividades de envasado, de acuerdo a los procedimientos establecidos y cumpliendo con las normas de calidad para garantizar la seguridad del producto; además que dichas actividades se realicen en tiempo y forma, almacena el producto en el área correspondiente.

Supervisor de Aceites: Verifica que las actividades se realicen de acuerdo a los procedimientos establecidos y cumpliendo con las normas de calidad para garantizar la seguridad del producto; además que dichas actividades se realicen en tiempo y forma.

Verifica el cumplimiento de las normas de calidad para garantizar la seguridad del producto.

4.0 PROCEDIMIENTO:

4.1 NORMAS PARA EL ENVASADO

PESO TARA:

El peso tara mínimo debe ser 17.20 kg AEN y 22 kg AEI

ALTURA DEL TAMBOR:

No debe exceder el rango de 32 a 36 pulgadas. Cada uno de los cuatro tambores colocados en la tarima deberá de ser de altura uniforme. La variación entre los tambores de una misma tarima no puede exceder ½ pulgada.

	
Oliver Meza	Marco Gutiérrez
REVISÓ Supervisor de Aceites	AUTORIZÓ Gerente de Planta

	PROCIMART	ENVASADO DE ACEITE EN TAMBORES CERRADOS			CÓDIGO P-AS-01
		PÁGINA 2 de 4			
FECHA DE ELABORACIÓN		FECHA DE ACTUALIZACIÓN		NO. REV.	ÁREAS AFECTADAS
DÍA	MES	AÑO	DÍA	MES	AÑO
16	11	2011	23	03	2022
				03	LLENADO

4.2 LLENADO DE TAMBORES Y ETIQUETADO:

Antes de iniciar el llenado de los tambores se deberá revisar que los tambores estén dentro de normas, verificar la limpieza externa e interna con la ayuda de una lámpara

PESO NETO DEL PRODUCTO:

El tambor deberá llenarse a 175 kg peso neto o 385 lbs de producto terminado. Aplicando nitrógeno gas como atmósfera inerte.

SELLADO:

Sello inviolable con el logotipo de PROCIMART, estos sellos una vez colocados por ningún motivo deberán de ser retirados.

4.4 DOCUMENTACIÓN DE IDENTIFICACION:

Identificación del tambor:

- a) Tarjetas impresas en cada tambor.
- b) La numeración de las tarjetas del lote deberá estar anotada en el visto bueno y certificado de Aseguramiento de Calidad.
- c) En las listas de almacén deberá señalarse el tipo de tambor empleado y condiciones del mismo.
- d) En el listado deberá registrarse el destino del producto.
- e) En el listado deberá registrarse la numeración correspondiente a los sellos de cada tambor.
- f) Deberá anotarse el peso tara, neto y bruto de cada tambor.

4.5 DESARROLLO:

1. Se realiza verificación de báscula en el área de llenado con la ayuda del formato F-AS-04.
2. Se acondiciona el Filtro de placas con papel filtro nuevo según P-AS-04.
3. Se envasa $\frac{1}{2}$ tambor de purga del cono del tanque pre loteo.
4. Se conecta la salida del tanque pre loteo con la bomba de aceites, que se conectara con el Filtro de placas y este a la línea de llenado donde se realizara la maniobra del envasado.
5. Se envasa $\frac{1}{2}$ tambor de línea de llenado como tambor "cero", el analista de cromatografía tomara una muestra para verificar la calidad del producto, si es necesario se envasará el tambor completo.
6. Se envasan tambores "ceros", hasta que el analista de cromatografía da el VoBo. para iniciar el tambor número 1 del lote.
7. Se checan sellos, tapones, exterior e interior de los tambores con lámpara para ver que se encuentren en buenas condiciones; esto se hace en línea de llenado antes de empezar con el

	
Oliver Meza	Marco Gutiérrez
REVISO Supervisor de Aceites	AUTORIZÓ Gerente de Planta

	PROCIMART	ENVASADO DE ACEITE EN TAMBORES CERRADOS	CÓDIGO
			P-AS-01
FECHA DE ELABORACIÓN	FECHA DE ACTUALIZACIÓN	NO. REV.	PÁGINA
DÍA MES AÑO	DÍA MES AÑO	O3	3 de 4
16 11 2011	23 03 2022		LLENADO

envasado, todos los tambores deben de llegar con el sello del proveedor intacto y son registrados en el formato de inspección de sellos y tambores. Nota: todos los tambores que se utilizaran para el envasado deben de entrar al área de aceites limpios.

8. Inicia el envasado registrando en el formato **Control de Almacén para Aceites, Aromas y Esencias** la fecha, # tambor, peso del tambor la nitrogenación etc. De acuerdo con especificaciones del cliente.

9. Se le aplica nitrógeno a cada tambor llenado con aceite y se registra en el formato **Control de Almacén para Aceites, Aromas, Esencias, Terpenos y Aceites destilados**.

10. Se colocan los tapones de Nylon, el tapón de 3/4" será el que inicialmente trae el tambor enviado por el proveedor, pero todos los tapones de 2 "sin excepción deberán cambiarse por tapones nuevos.

Nota: los tapones que se utilizan para estas maniobras son de Nylon con empaque de teflón.

11. Lo tapones deberán de ser cerrados con la ayuda de un torquímetro y un dado con las medidas correspondientes a cada tapón.

12. Se colocan sellos Rieke de 2" y 3/4" y se ajustan a presión con la mano, estos deben de colocarse de manera uniforme y debe de revisarse que estos no puedan ser retirados con facilidad del tambor. Nota: todos los tambores que salen del cuarto de llenado deberán salir con sello y este no debe ser retirado.

13. El encargado de aceites baja los tambores del riel y los coloca en una tarima para después almacenarlos, registrándolo en el mapa de la bodega de aceites.

14. Cada 10 tambores el analista de cromatografía tomara 250 ml de muestra para realizar una mezcla compuesta para la pre-aprobación del lote por parte del cliente y para realizar los análisis físico-químicos para la liberación completa del lote, esta muestra deberá ser dividida en 2 matraces de 1000 ml cada para que se vaya realizando una mezcla homogénea.

15. Al término del envasado se registra en la Bit.- **Llenado** el total de tambores envasados, procedencia y destino del producto.

16. Realiza limpieza en su área de trabajo.

17. Registra las actividades realizadas durante el turno en Bit.- **Llenado** mencionando Detalles, por menores y pendientes.

18. Entrega turno al operador del siguiente turno, mencionando detalles, por menores y pendientes.

Nota: Promueve en su área el cumplimiento de los programas de 5s, programas de Seguridad, programas de sanidad y cumple con las buenas prácticas de manufactura.

	
Oliver Meza REVISÓ Supervisor de Aceites	AUTORIZÓ Gerente de Planta



PROCIMART

ENVASADO DE ACEITE EN TAMBORES
CERRADOS

CÓDIGO
P-AS-01

PÁGINA
4 de 4

FECHA DE ELABORACIÓN			FECHA DE ACTUALIZACIÓN			NO. REV.	ÁREAS AFECTADAS
DÍA	MES	AÑO	DÍA	MES	AÑO	03	LLENADO
16	11	2011	23	03	2022		

5.0 DOCUMENTOS RELACIONADOS:

P-AS-04 Procedimiento de operación del filtro de placas

Reporte de análisis de producto terminado Aceites, Aromas y Esencias.

Verificación de báscula de producto terminado

Inspección de limpieza de tambores metálicos cerrados para aceites, esencias y aromas

Control de Almacén para Aceites, Aromas, Esencias, Terpenos y Aceites destilados

6.0 TABLA DE CAMBIOS Y REVISIONES:

FECHA	REVISIÓN	DESCRIPCIÓN DE LA MODIFICACIÓN
07/05/2015	O1	Se cambia título del procedimiento y se realiza revisión general del contenido
23/08/2019	O2	Se cambia código de producción para Aceites y subproductos (PD a AS) Responsable de la Gerencia de Planta.
23/03/2022	O3	Se cambia personal responsable de verificar las actividades del área (Jefe de Aceites a Supervisor de Aceites) Se cambia clave de formato (F-PD-31 a F-AS-04)

 Oliver Meza REVISÓ Supervisor de Aceites	 Marco Gutiérrez AUTORIZÓ Gerente de Planta
---	--



PROCIMART

OPERACIÓN DEL FILTRO ROTATIVO PARA DESCERACIÓN DE ACEITE

CÓDIGO
P-AS-02

PÁGINA
1 DE 4

FECHA DE ELABORACIÓN			FECHA DE ACTUALIZACIÓN			NO. REV.	ÁREAS AFECTADAS
DÍA	MES	AÑO	DÍA	MES	AÑO	03	CALIDAD Y PRODUCCIÓN
27	03	2012	23	03	2022		

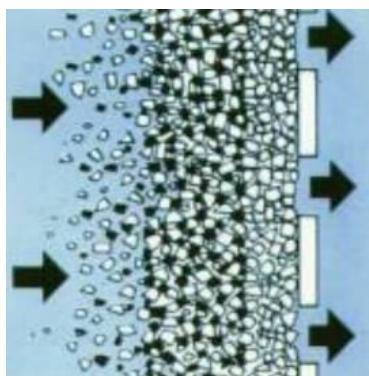
1.0 OBJETIVO:

Estandarizar la operación del filtro para el descerado apropiado para eliminar las ceras suspendidas y obtener un aceite que cumpla con las especificaciones de solubilidad y congelación.

1.1 FUNDAMENTO:

El enfriamiento y el proceso de cristalización se prolongan durante un tiempo para que ocurra la nucleación de los cristales de triglicéridos. Al final del proceso de cristalización la mezcla de aceite líquido y cristales se filtran de modo que se reduzcan al mínimo el daño a los cristales.

El filtrado a presión es una de las operaciones más comunes en los procesos industriales de clarificación de bebidas y otros líquidos.



En ella, las partículas en suspensión y/o coloidales son separadas del líquido por medio de una capa porosa, formada por los sólidos suspendidos atrapados por el filtro y el auxiliar filtrante, (diatomita, perlita, celulosa) los cuales van formando una torta sobre las telas del filtro. La filtración es un proceso por el cual partículas que están en suspensión en un fluido son separadas del mismo haciéndolo pasar a través de un material permeable.

La filtración con diatomeas es una operación de dos pasos.

Primero; Una delgada capa protectora de Filtro-ayuda (la precapa) debe ser acumulada sobre el soporte del filtro haciendo recircular una suspensión del material.

Después de formada la precapa, otras pequeñas cantidades de Filtroayuda deberán ser incorporadas regularmente al líquido que se está filtrando (dosificación).

Mientras la filtración progresó, las tierras diatomáceas agregadas, junto con los sólidos suspendidos en el líquido todavía no filtrado, se van depositando sobre la precapa. De este modo, una nueva superficie filtrante se forma continuamente y los diminutos esqueletos de las diatomeas siguen brindando infinitos canales microscópicos para retener las impurezas en suspensión, sin obstruir el paso del líquido limpio.

Así se logran dos objetivos: la precapa evita que los sólidos que enturbian el líquido a filtrar ensucien las telas del filtro. Y la dosificación evita que esos sólidos impermeabilicen la "torta" que se forma al acumularse los sólidos retenidos y el auxiliar filtrante sobre las telas del filtro.

De esta manera se retienen los sólidos sin obstruir la capa porosa, porque el auxiliar filtrante mantiene canales abiertos que permiten que el flujo de líquido continúe.

Oliver Meza	Marco Gutiérrez
REVISO Supervisor de Aceites	AUTORIZÓ Gerente de Planta

 PROCIMART			OPERACIÓN DEL FILTRO ROTATIVO PARA DESCERACIÓN DE ACEITE			CÓDIGO P-AS-02
FECHA DE ELABORACIÓN			FECHA DE ACTUALIZACIÓN			PÁGINA 2 DE 4
DÍA	MES	AÑO	DÍA	MES	AÑO	ÁREAS AFECTADAS
27	03	2012	23	03	2022	O3 CALIDAD Y PRODUCCIÓN

2.0 ALCANCE:

Aceite de limón italiano

3.0 RESPONSABILIDAD:

Operador de Aceites: Realizar la maniobra siguiendo el procedimiento descrito, verificando que el aceite salga sin turbiedad.

Analista de Cromatografía: Verificar cuando al menos cada hora que los parámetros se están cumpliendo durante el proceso. Tomar muestras durante el proceso de filtrado cada hora y al final del filtrado. Analizar las muestras para verificar que el producto cumple con las especificaciones de solubilidad y congelación además analizar prueba de transmitancia ya que es una herramienta más para observar el nivel de descerado y filtrado del producto.

4.0 PROCEDIMIENTO:

4.1 REACTIVOS, EQUIPO Y MATERIAL

4.1.1 Equipo:
 Filtro rotativo.
 Tanque de balance
 Tanque pre-loteo

4.1.2 Equipo de Seguridad
 Gogles.
 Cubrebocas, o mascarilla para partículas finas
 Equipo para bajas temperaturas.

4.1.3 Material:
 Ayuda filtro Hyflow super cel
 Celulosa SW-10
 Ayuda filtro Celite 545

 Oliver Meza REVISO Supervisor de Aceites	 Marco Gutiérrez AUTORIZÓ Gerente de Planta
---	--



PROCIMART

**OPERACIÓN DEL FILTRO ROTATIVO PARA
DESCERACIÓN DE ACEITE**

CÓDIGO
P-AS-02

PÁGINA
3 DE 4

FECHA DE ELABORACIÓN			FECHA DE ACTUALIZACIÓN			NO. REV.	ÁREAS AFECTADAS
DÍA	MES	AÑO	DÍA	MES	AÑO	03	CALIDAD Y PRODUCCIÓN
27	03	2012	23	03	2022		

- 1- Verificar conexiones de bombas, líneas, cuchilla y válvulas de descarga cerradas y ajustadas.
- 2- Soplar con aire comprimido para eliminar restos de agua del lavado de la malla del filtro, líneas y bombas.
- 3- Con aproximadamente diez kg de aceite limpio enjuagar la malla del tambor para asegurar que no queden restos de agua en la misma.
- 4- Cargar 600 ± 100 kg de aceite filtrado en batea.
- 5- Pasar por medio de bomba extractora aceite desde la batea al tanque tanque de balance.
- 6- Con $\frac{3}{4}$ de nivel de aceite en dicho tanque encender agitador y agregar:
 - a) $\frac{1}{4}$ bolsa (5.67 kg.) de Celite 545
 - b) $\frac{1}{4}$ bolsa (1.70 kg.) de Celulosa SW 10
 - c) $\frac{1}{4}$ bolsa (5.67 kg.) de Celite 545
 - d) Humectar bien y homogeneizar por 30 minutos
- 7- Poner en marcha las bombas de vacío, **tambor** del filtro, agitador de la batea y retirando al máximo la cuchilla del tambor, abrir válvula de retorno y comenzar a dosificar la tierra del tanque de balance por medio de la bomba de retorno
- 8- Una que vez que se formó la pre-capa se procede a formar la capa filtrante.
- 9- Extraer aceite desde la batea hacia el tanque de balance aproximadamente $\frac{3}{4}$ de nivel donde se preparará 1 (una) bolsa de 22.700 kg. de diatomita Hyflow super cell, una vez humectada dosificar a la batea para su posterior armado de capa filtrante; repetir este paso hasta completar la cantidad de bolsas requeridas. El tiempo entre bolsa será determinado por la clarificación del aceite de batea.
- 10- Apagar agitador de tanque de balance, continuar con el retorno y aproximar la cuchilla para su nivelado.
- 11- Abrir válvula del cono de tanque descerrador, y abrir válvula de caída de aceite ala batea para empezar a enfriar poco a poco el aceite con el cual se formó la precapa.
- 12- Una vez frio el aceite que sale del filtro hacia el tanque de balance cerrar válvula de retorno que cae al tanque de balance y abrir válvula de tanque pre-loteo
- 13- Entonces se desconecta una bomba de vacío manteniendo un régimen de 15 -5 mm/Hg. Tener especial cuidado cuando se está filtrando el final de cada tanque, el estado del aceite influirá directamente en la velocidad del filtrado, rotación del tambor y nivel de la batea (es aconsejable mantener un nivel medio)
- 14- Verificar que el aceite que sale del filtro se encuentre completamente frio a temperatura bajo 0, y cambiar válvula de retorno por la de envío de aceite al tanque pre-loteo
- 15- Durante el filtrado se debe regular la cuchilla de acuerdo con el contenido de cera que queda retenida en la tierra filtrante.
- 16- Encender simultáneamente las bombas de extracción del tambor del filtro y la del tanque receptor de aceite filtrado para enviar el mismo a los tanques de loteo a temperatura ambiente, apagando dichas bombas cuando se vacíen el tambor del filtro y el tanque receptor.
- 17- La cera removida se transporta por un tornillo sinfín hasta ser almacenada en un tambor, etiquetado y clasificado:
 - a) Fecha

 Oliver Meza	 Marco Gutiérrez
REVISÓ Supervisor de Aceites	AUTORIZÓ Gerente de Planta

	PROCIMART	OPERACIÓN DEL FILTRO ROTATIVO PARA DESCERACIÓN DE ACEITE						CÓDIGO P-AS-02
								PÁGINA 4 DE 4
FECHA DE ELABORACIÓN			FECHA DE ACTUALIZACIÓN			NO. REV.	ÁREAS AFECTADAS	
DÍA	MES	AÑO	DÍA	MES	AÑO	O3	CALIDAD Y PRODUCCIÓN	
27	03	2012	23	03	2022			

- b) Origen
- c) Kg. netos

18- Al finalizar la carga del filtro (torta de tierra filtrante o diatomeas) se debe dejar el mínimo posible de aceite en la batea del filtro, este aceite no filtrado será extraído con bomba portátil a un tambor receptor, **pesado** e identificado como aceite turbio o batea.

19- Los restos de pre-capa que no alcanzo la cuchilla, se extraen para comenzar la limpieza con vapor y aire a presión.

20- Una vez vacío el tanque de cámara y completado el tanque de loteo poner en marcha el agitador de éste durante 1 hora para homogenizar la partida.

21- Realizar reporte de filtro rotativo.

5.0 DOCUMENTOS RELACIONADOS:

Reporte del filtro rotativo

6.0 TABLA DE CAMBIOS Y REVISIONES:

FECHA	REVISIÓN	DESCRIPCIÓN DE LA MODIFICACIÓN
10/05/2015	O1	Se realiza revisión general en el procedimiento
23/08/2019	O2	Se cambia código de producción para Aceites y subproductos (PD a AS) Responsable de la Gerencia de Planta.
23/03/2022	O3	Se cambia personal responsable de verificar las actividades del área (Jefe de Aceites a Supervisor de Aceites)

	
Oliver Meza	Marco Gutiérrez
REVISÓ Supervisor de Aceites	AUTORIZÓ Gerente de Planta

 PROCIMART			VACIADO DE PRODUCTO A TANQUE DESCERADOR			CÓDIGO P-AS-03
						PÁGINA 1 DE 3
FECHA DE ELABORACIÓN			FECHA DE ACTUALIZACIÓN			ÁREAS AFECTADAS
DÍA	MES	AÑO	DÍA	MES	AÑO	04
02	11	2011	23	03	2022	CALIDAD Y PRODUCCIÓN

1.0 OBJETIVO:

Lograr el vaciado correcto a tanque descerador evitando la contaminación por malas maniobras, así como llevar un control apropiado para la rastreabilidad del producto.

2.0 ALCANCE:

Aceite Esencial de Limón.

3.0 RESPONSABILIDAD:

Operador de Aceites: Tiene la responsabilidad de llevar al pie de la letra todas las indicaciones del procedimiento para evitar una contaminación o desperdicio del producto.

Analista de Cromatografía: Tiene la responsabilidad de entregar en tiempo la orden y la lista del producto para vaciar a silos, y de revisar que se cumpla con las indicaciones de este procedimiento.

Supervisor de Aceites: Verifica que las actividades se realicen de acuerdo con los procedimientos establecidos, las normas de calidad para garantizar la seguridad del producto y que dichas actividades se realicen en tiempo y forma.

4.0 PROCEDIMIENTO:

1.- El jefe de Aceites y subproductos se encarga de determinar el producto y cantidad que se vaciará en el tanque descerador.

2. Dependiendo de las características Fisicoquímicas del producto se entregará una lista anexada al formato de elaboración de mezcla al operador de aceites con las descripciones del producto que se vaciará al tanque descerador. Ya sea que este se encuentre en cubos o tambores, con sus pesos correspondientes, numero de contenedor y fecha.

3. El operador de aceites realizará la maniobra de traslado de los contenedores de aceites, desde su área de almacenaje hasta el tanque descerador que es donde se lleva a cabo la maniobra de vaciado, todo los tambores o contenedores deberán de estar libres de suciedad antes de realizar el vaciado.

4. Simultáneamente el operador de aceites realizará las maniobras necesarias para el vaciado:

4.1 Se conecta bomba de aceites eléctricamente y se enciende para observar el giro de la turbina, para cerciorarse que esté funcionando adecuadamente.

4.2 Se conecta una línea de manguera anillada a la salida de la bomba y el otro extremo a la entrada de la línea del tanque descerador, asegurando las uniones con abrazaderas sin fin y abrazaderas tipo clam.

 Oliver Meza	 Marco Gutiérrez
REVISÓ Supervisor de Aceites	AUTORIZÓ Gerente de Planta

 PROCIMART	VACIADO DE PRODUCTO A TANQUE DESCERADOR						CÓDIGO P-AS-03
							PÁGINA 2 DE 3
FECHA DE ELABORACIÓN			FECHA DE ACTUALIZACIÓN			NO. REV.	ÁREAS AFECTADAS
DÍA	MES	AÑO	DÍA	MES	AÑO	04	CALIDAD Y PRODUCCIÓN
02	11	2011	23	03	2022		

4.3 La succión de la bomba se llena con aceite, para evitar el vacío que puede generar el aire, después se conecta la manguera anillada con la que se succionara el aceite de los contenedores, la cual en el otro extremo cuenta con un vástago de acero inoxidable con válvula para evitar el paso del aire.

5. Dentro del área de aceites se abren y se cierran válvulas en dirección a la caída del tanque descerador donde se pretenda vaciar el producto, asegurándose que todas las válvulas que no se ocupara en la maniobra se encuentren bien cerradas y selladas.

6. Después de haber terminado las maniobras de unión de líneas y dirección del flujo de aceite dentro del área de aceites, se realiza una inspección detallada de las mangueras, uniones, válvulas que estén bien abiertas o bien cerradas según su función, para evitar posibles fugas y contratiempos.

7. Una vez que se realizó la inspección y los contenedores de aceite están en posición, se dispone a realizar la maniobra de vaciado, introduciendo el vástago de acero inoxidable dentro del producto con la válvula abierta para que por gravedad se llene con aceite, posterior a esto se enciende bomba y se da comienzo al vaciado a tanque descerador.

8. Durante la maniobra se hacen inspecciones constantes de las líneas y las uniones para evitar posibles fugas de aceite, solo se debe utilizar material de acero inoxidable o aquel permitido por laboratorio (**No cubetas o mangueras**) para no adicionar plastificante al producto.

9. Conforme se van vaciando contenedores el encargado de aceites con ayuda del formato Control de Almacén para aceites, aromas y esencias irá dando de baja el producto ya vaciado a tanque descerador, el cual al finalizar la maniobra entregará el original a laboratorio de cromatografía para su archivo y rastreabilidad quedándose él una copia, todos los contenedores o tambores deberán de ser inspeccionados antes de salir de la bodega de aceites y no deberán de llevar residuos de aceite ni etiquetas en los tambores o contenedores, una vez completo el volumen del tanque descerador se enciende la agitación se prende la refrigeración hasta alcanzar -25°C. Alcanzada esta temperatura se deja reposar 48 hrs manteniendo una temperatura de -25°C o más.

 Oliver Meza REVISÓ Supervisor de Aceites	 Marco Gutiérrez AUTORIZÓ Gerente de Planta
---	--

 PROCIMART			VACIADO DE PRODUCTO A TANQUE DESCERADOR			CÓDIGO P-AS-03	
						PÁGINA 3 DE 3	
FECHA DE ELABORACIÓN			FECHA DE ACTUALIZACIÓN			ÁREAS AFECTADAS	
DÍA	MES	AÑO	DÍA	MES	AÑO	NO. REV.	
02	11	2011	23	03	2022	04	CALIDAD Y PRODUCCIÓN

5.0 DOCUMENTOS RELACIONADOS:

Control de Almacén para aceites, aromas y esencias

6.0 TABLA DE CAMBIOS Y REVISIONES:

FECHA	REVISIÓN	DESCRIPCIÓN DE LA MODIFICACIÓN
17/07/2015	01	Se cambia tipo de formato y se actualiza personal que firma el procedimiento.
11/04/2017	02	Se le cambia tipo de letra, nuevo logo, se cambian los nombres del personal que firma el procedimiento
23/08/2019	03	Se cambia código de producción para Aceites y subproductos (PD a AS) Responsable de la Gerencia de Planta.
23/03/2022	04	Se cambia personal responsable de verificar las actividades del área (Jefe de Aceites a Supervisor de Aceites) Se cambia destino de vaciado del producto (silos a tanque descerador)

 Oliver Meza REVISÓ Supervisor de Aceites	 Marco Gutiérrez AUTORIZÓ Gerente de Planta
---	--

	PROCIMART	OPERACIÓN DEL FILTRO DE PLACAS						CÓDIGO P-AS-04
								PÁGINA 1 DE 2
FECHA DE ELABORACIÓN			FECHA DE ACTUALIZACIÓN			NO. REV.	ÁREAS AFECTADAS	
DÍA	MES	AÑO	DÍA	MES	AÑO	O3	CALIDAD Y PRODUCCIÓN	
02	11	2011	23	03	2022			

1.0 OBJETIVO:

Estandarizar la operación correcta del filtrado de aceite antes de ser envasado para eliminar de forma adecuada cualquier impureza que el producto pudiese tener y obtener un aceite que cumpla con las especificaciones requeridas por el cliente.

2.0 ALCANCE:

Aceites Coldpressed, Esencias, Aromas, Destilados y Terpenos

3.0 RESPONSABILIDAD:

Operador de Aceites: Realizar la maniobra siguiendo el procedimiento descrito, verificando que el producto salga libre de impurezas.

Analista de Cromatografía: Tiene la responsabilidad de verificar el correcto armado del filtro y revisar que se esté cumpliendo con los estándares requeridos por el cliente.

Supervisor de Aceites: Verifica que las actividades se realicen de acuerdo al procedimiento establecido y que se cumplan con las normas de calidad garantizando la calidad del producto y que dichas actividades se realicen en tiempo y forma.

4.0 PROCEDIMIENTO:

Se lava el filtro según procedimiento establecido y una vez limpio se procede con los siguientes pasos:

1. Se coloca la base junto con las 6 varillas que guían los platos del filtro y el papel FYE 330 a una medida de 45.5 con de diámetro externo y 4 cm de diámetro interno correspondiente al primer plato.
2. Se coloca primer plato con su papel filtro y así como el primero se colocan los doce platos con sus trece filtros.
3. Al terminar de colocar los 13 platos con sus respectivos papeles. Se coloca la base en la parte superior para atornillar las 6 varillas para ajustar los platos y evitar que estos tengan movimiento.
4. Se coloca la tapa al filtro de modo que quede bien presentada al filtro.
5. Se conectan la línea de salida del tanque vertical o tanque inclinado a la entrada del filtro, también se conecta la línea de salida del filtro a bomba y líneas de envasado.
6. Este filtro se utilizará para hacer pasar el producto final y se utilizará para eliminar cualquier contaminación física que pueda tener el aceite.
7. El operador de aceites al estar envasando deberá poner atención de la presión que marque el manómetro del filtro para evitar que este sobre pase la presión máxima de (57 PSI) para el equipo.

	
Oliver Meza REVISÓ Supervisor de Aceites	Marco Gutiérrez AUTORIZÓ Gerente de Planta

 PROCIMART			OPERACIÓN DEL FILTRO DE PLACAS				CÓDIGO P-AS-04
FECHA DE ELABORACIÓN			FECHA DE ACTUALIZACIÓN				PÁGINA 2 DE 2
DÍA	MES	AÑO	DÍA	MES	AÑO	NO. REV. 03	ÁREAS AFECTADAS
02	11	2011	23	03	2022		CALIDAD Y PRODUCCIÓN

5.0 DOCUMENTOS RELACIONADOS:

6.0 TABLA DE CAMBIOS Y REVISIONES:

FECHA	REVISIÓN	DESCRIPCIÓN DE LA MODIFICACIÓN
17/07/2015	O1	Se cambia el tipo de formato y se actualiza personal que firma documento.
23/08/2019	O2	Se cambia código de producción para Aceites y subproductos (PD a AS) Responsable de la Gerencia de Planta.
23/03/2022	O3	Se cambia personal responsable de verificar las actividades del área (Jefe de Aceites a Supervisor de Aceites) Se agrega medida del papel filtro y presión a la que trabaja el filtro de placas

 Oliver Meza Supervisor de Aceites	 Marco Gutiérrez Gerente de Planta
REVISÓ Supervisor de Aceites	AUTORIZÓ Gerente de Planta

	PROCIMART	PREPARACIÓN DE TAMBORES DE ACEITE PARA EMBARQUE			CÓDIGO P-AS-05
		PÁGINA 1 DE 5			
FECHA DE ELABORACIÓN		FECHA DE ACTUALIZACIÓN		NO. REV.	ÁREAS AFECTADAS
DÍA	MES	AÑO	DÍA	MES	AÑO
14	05	2015	23	03	2022
				04	ACEITES Y CROMATOGRAFÍA

1.0 OBJETIVO:

Establecer las actividades a realizar previo y durante los embarques de aceite por el personal encargado de aceites y los analistas de cromatografía, garantizando la calidad e inocuidad en el producto terminado.

2.0 ALCANCE:

Aceites Coldpressed, Esencias, Aromas, Destilados y Terpenos

3.0 RESPONSABILIDAD:

Analistas de Cromatografía: Coordina y supervisa las maniobras ó actividades para que se realicen de acuerdo con los procedimientos establecidos y cumpliendo con las normas de calidad para garantizar la seguridad del producto; además que dichas actividades se realicen en tiempo y forma llenando los formatos correspondientes a cada actividad.

Operador de Aceites: Realizar las actividades de embarques, de acuerdo con los procedimientos establecidos y cumpliendo con las normas de calidad para garantizar la seguridad del producto; además que dichas actividades se realicen en tiempo y forma. Traslada el producto a los destinos correspondientes para realizar las actividades necesarias.

Supervisor de Aceites: Verifica que las actividades se realicen de acuerdo con los procedimientos establecidos y cumpliendo con las normas de calidad para garantizar la seguridad del producto; además que dichas actividades se realicen en tiempo y forma.

Verifica el cumplimiento de las normas de calidad para garantizar la seguridad del producto.

4.0 PROCEDIMIENTO:

1.- Verificar bascula de cuarto de llenado de aceites con la ayuda de las pesas estandarizadas y llenar formato de la verificación de báscula de producto terminado, esta maniobra se debe de realizar 3 veces durante el envasado o estandarizado del producto, inicio, medio y final de la maniobra.

2.- Localizar lote a embarcar y colocarlo dentro de la bodega de aceites para su estandarizado

3.- El operador de aceites deberá solicitar a Laboratorio de cromatografía el listado de tambores que se estandarizarán con el peso correcto que debe contener cada tambor

4.- Se colocan los tambores en el riel de llenado y uno a uno son colocados en el centro de la báscula para verificar el peso, este debe coincidir con el peso bruto registrado en el listado de tambores entregado por laboratorio.

NOTA: A los tambores que no coincidan los pesos se tendrán que abrir y sacar o poner el aceite que sea necesario para alcanzar el peso correcto, y se tendrá que colocar nuevamente nitrógeno y

	
Oliver Meza REVISÓ Supervisor de Aceites	Marco Gutiérrez AUTORIZÓ Gerente de Planta

 PROCIMART	PREPARACIÓN DE TAMBORES DE ACEITE PARA EMBARQUE						CÓDIGO P-AS-05
							PÁGINA 2 DE 5
FECHA DE ELABORACIÓN			FECHA DE ACTUALIZACIÓN			NO. REV.	ÁREAS AFECTADAS
DÍA	MES	AÑO	DÍA	MES	AÑO	04	ACEITES Y CROMATOGRAFÍA
14	05	2015	23	03	2022		

colocar nuevos sellos, todos los tambores al salir del cuarto de llenado deben salir sellados y este sello no debe ser removido sin autorización.

5.- Los tambores ya estandarizados son sacados del cuarto de envasado y se extienden para realizar detalles de pintura y etiquetado.

6.- Los tambores son bajados de sus tarimas de origen y colocados de 2 en 2 en otras, para tener espacio suficiente para limpiar los tambores y se cubren sellos con cinta masking tape para evitar que se manchen de pintura.

7.- Se conecta manguera de presión a la toma de aire y se prepara pintura en la pistola de aire.

8.- Se realizan detalles de pintura a los tambores que los requieran, en el caso de tambores con aceite de naranja, lima, aceite destilado, aceite de toronja, terpenos, aromas y esencias los tambores no son pintados solo se limpian a conciencia para evitar que se vayan sucios.

9.- Una vez secos o limpios los tambores se procede al pegado de las etiquetas tal y como se indica en la tabla de etiquetado del producto.

10.- Con la ayuda de los cartones de recubrimiento de los tambores se pasan estos tambores ya pintados a las tarimas nuevas tratadas, esto para evitar que las tarimas se ensucien y se marquen por las rodadas de los tambores, ya que esta maniobra se realiza manualmente.

11.- Una vez teniendo los 4 tambores sobre la tarima nueva se proceden a flejar, colocando 2 flejes para sujetar los 4 tambores a la tarima y 2 flejes para sujetar entre si los 4 tambores.

12.- Con la ayuda del formato Lista de verificación para liberación de embarque de lotes de aceite El analista del laboratorio de cromatografía y/o jefe de aceites y subproductos verifica la integridad del tambor, los sellos bien colocados, flejes bien colocados, colocación y datos correctos de las etiquetas que deben llevar estos tambores.

13.- Antes de cargar el producto el contenedor es verificado por el personal del laboratorio de Cromatografía con la ayuda del formato para Inspección de Limpieza en Thermoking/Contenedores los tambores de aceites aromas y esencias deben de transportarse en contenedores de caja seca y a temperatura ambiente.

14.- Con la ayuda del montacargas son llevados los tambores hacia el área de embarques para subirlos a los contendores, mientras se realiza esta maniobra el encargado del laboratorio debe de tomar fotografías durante toda la maniobra en el siguiente orden.

- Etiqueta de datos legible
- Etiquetas adicionales que debe llevar el tambor dependiendo su destino
 - * Para embarques a Europa debe llevar, etiqueta de datos, pescado, flama, especial y etiqueta de UN.
 - * Para embarques en América por Barco debe llevar, etiqueta de datos, pescado, flama, especial y etiqueta UN
 - * Para embarques en América por Tierra debe llevar, etiqueta de datos, flama, especial y etiqueta UN
- Sellos del tambor
- Limpieza y flejado de tambores
- Licencia del chofer del contenedor
- Contenedor vacío

 Oliver Meza REVISÓ Supervisor de Aceites	 Marco Gutiérrez AUTORIZÓ Gerente de Planta
---	--

	PROCIMART	PREPARACIÓN DE TAMBORES DE ACEITE PARA EMBARQUE			CÓDIGO P-AS-05		
		PÁGINA 3 DE 5					
FECHA DE ELABORACIÓN		FECHA DE ACTUALIZACIÓN		NO. REV.	ÁREAS AFECTADAS		
DÍA	MES	AÑO	DÍA	MES	AÑO		
14	05	2015	23	03	2022	04	ACEITES Y CROMATOGRAFÍA

- Inicio, medio y final del embarque
 - Bolsas absorbentes de humedad inicio, medio y final del embarque (únicamente para embarques de limón)
 - Sellar respiraderos del contenedor
 - Sello del contendor ya colocado correctamente
 - Etiquetas del contenedor dependiendo su destino
 - * Para embarques a Europa, Flama, Pescado y etiqueta UN
 - * Para América por barco, Flama, Pescado y etiqueta UN
 - * Para América por tierra, Flama y etiqueta UN
- Nota: al chofer del contenedor siempre se deben de proporcionar 2 etiquetas adicionales a las ya pegadas en el contenedor, esto para evitar que llegue a destino sin alguna etiqueta, solo se llevaran las etiquetas que se utilizaran.

Para los embarques que no son de limón dependerá del cliente si necesita que los tambores se vayan en tarimas de lo contrario deberán de llevar triplay tratado entre cada piso de tambores cuando el contenedor sea de 20 pies, si el contenedor es de 40 pies y el cliente solicita mas de 80 tambores lo equivalente a 1 lote deberá llevar triplay donde lo necesite entre cada piso de tambores, si el cliente lo pide llevara barrotes tratados para evitar el movimiento de los tambores en caso de no solicitarlo se le pondrá las barras de acero con las que cuenta los Thermoking/Contenedor para evitar el movimiento.

EMBARQUE DE LIMÓN



Este embarque se realiza de manera en zigzag como se muestra en las imágenes y así hasta meter las ultimas tarimas equivalentes del lote (se pueden realizar embarques con los demás aceites como los de limón si algún cliente lo solicita).

	
Oliver Meza	Marco Gutiérrez
REVISÓ Supervisor de Aceites	AUTORIZÓ Gerente de Planta

	PROCIMART	PREPARACIÓN DE TAMBORES DE ACEITE PARA EMBARQUE	CÓDIGO P-AS-05			
			PÁGINA 4 DE 5			
FECHA DE ELABORACIÓN		FECHA DE ACTUALIZACIÓN	NO. REV.			
DÍA	MES	AÑO	DÍA	MES	AÑO	ÁREAS AFECTADAS
14	05	2015	23	03	2022	O4 ACEITES Y CROMATOGRAFÍA

EMBARQUE DE ACEITES ESENCIALES (EXCEPTO LIMÓN) AROMAS, ESENCIAS Y D-LIMONENOS



Estos embarques se realizan de manera en que lo solicite el cliente ya sea en tarimas como se mostro en el embarque de limón, en piso, con triplay entre cada piso de tambores o con los barrotes y triplay en el caso de ser mayor el pedido del cliente a lo equivalente de 1 lote.

15.- El supervisor de aceites deberá verificar la maniobra dentro del contenedor para evitar que los tambores sean golpeados en esta última maniobra del embarque

16.- Al terminar de cargar los tambores se cierra el contenedor y se coloca el sello correspondiente, se limpia el contenedor para colocar las etiquetas correspondientes.

17.- La papelería es proporcionada por laboratorio de cromatografía y entregada junto con la salida del contendor en báscula.

18.- Al momento de realizar los embarques de aceite se debe verificar antes de cerrar el contenedor que este no lleve artículos que no son propios del producto embarcado, etiquetas, franelas, insectos, madera, etc. en dado caso que el contenedor ya este sellado y se olvidó material dentro de este, el sello del contenedor se rompe para sacar el material olvidado y se avisa a logística para realizar el cambio en la numeración de los sellos.

Los transportes que crucen aduanas americanas por tierra deberán de llevar 3 muestras representativas de la carga para evitar que el contenedor sea abierto.

 Oliver Meza REVISÓ Supervisor de Aceites	 Marco Gutiérrez AUTORIZÓ Gerente de Planta
---	--

 PROCIMART			PREPARACIÓN DE TAMBORES DE ACEITE PARA EMBARQUE			CÓDIGO P-AS-05
FECHA DE ELABORACIÓN			FECHA DE ACTUALIZACIÓN			PÁGINA 5 DE 5
DÍA	MES	AÑO	DÍA	MES	AÑO	ÁREAS AFECTADAS
14	05	2015	23	03	2022	04
						ACEITES Y CROMATOGRAFÍA

5.0 DOCUMENTOS RELACIONADOS:

Verificación de báscula de producto terminado
 Lista de verificación para liberación de embarque de lotes de aceite
 Tabla de etiquetado del producto
 Certificado de Inspección de Limpieza en Thermoking/Contenedores

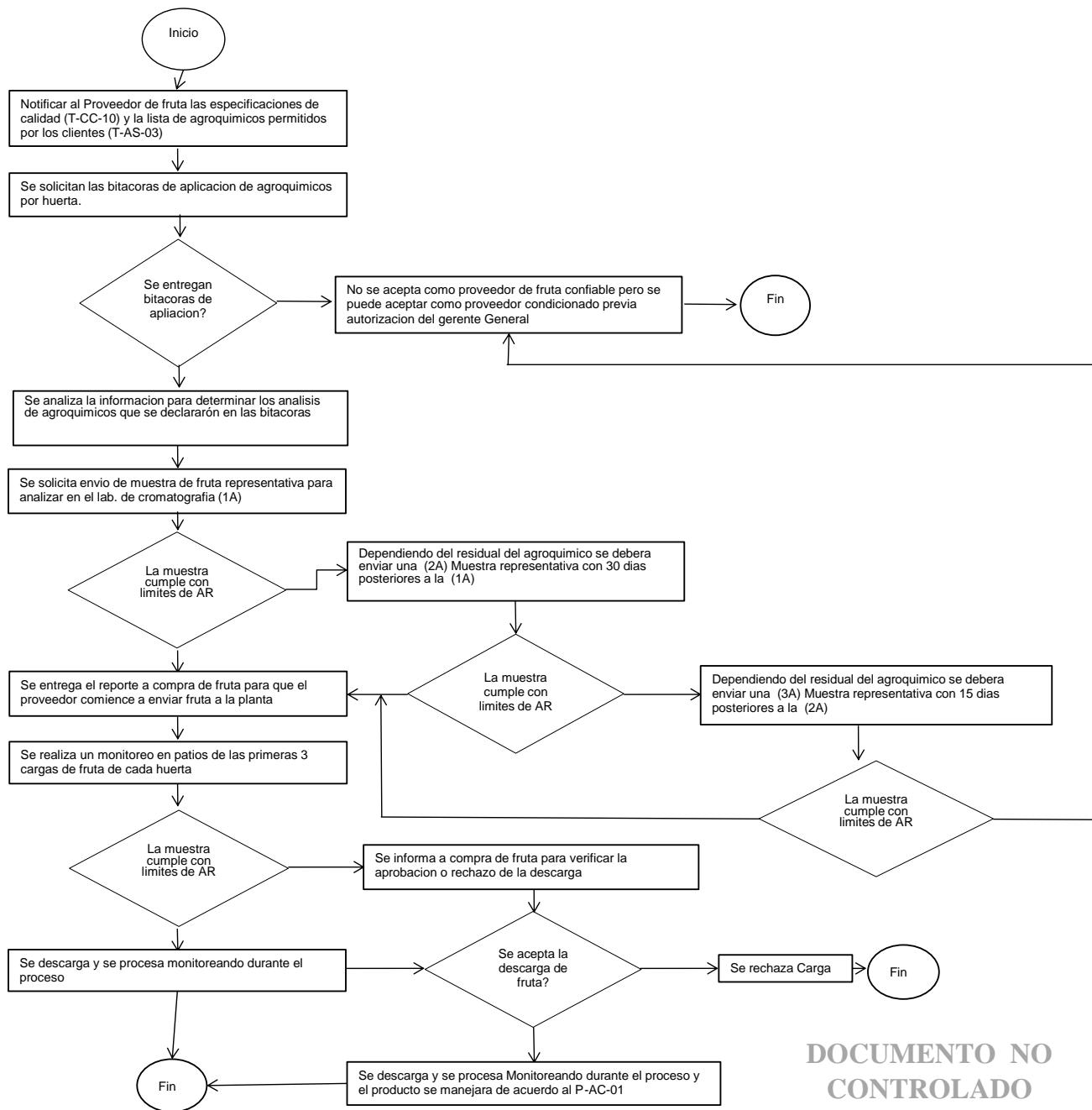
5.0 TABLA DE CAMBIOS Y REVISIONES:

FECHA	REVISIÓN	DESCRIPCIÓN DE LA MODIFICACIÓN
30/03/2016	01	Se realizan modificaciones en la parte final del Embarque para asegurar que el producto salga de la planta en las mejores condiciones.
10/04/2017	02	Se cambia tipo de letra, se actualiza logo, se cambia nombre del personal que firma el documento
23/08/2019	03	Se cambia código de producción para Aceites y subproductos (PD a AS) Responsable de la Gerencia de Planta.
23/03/2022	04	Se cambia personal responsable de verificar las actividades del área (Jefe de Aceites a Supervisor de Aceites) Se actualiza el procedimiento con fotografías de los tipos de embarques Se añaden etiquetas UN y ESPECIAL que se utilizan para el etiquetado de los tambores Se añade al procedimiento de embarque las bolsas absorbentes de humedad y el sellado de los respiraderos de los contenedores

 Oliver Meza REVISÓ Supervisor de Aceites	 Marco Gutiérrez AUTORIZÓ Gerente de Planta
---	--

PROGRAMA DE ACEITE LIMPIO						CÓDIGO T-AS-02	
FECHA DE ELABORACION			FECHA DE ACTUALIZACION			NO. REV.	ÁREAS AFECTADAS
DIA	MES	AÑO	DIA	MES	AÑO	03	CALIDAD / COMPRA DE FRUTA
25	05	2014	23	3	2022		

OBJETIVO: Estandarizar los pasos para la recuperación de fruta libre de agroquímicos para cumplir con los parametros establecidos por nuestros clientes y así asegurar la inocuidad de nuestro producto final en material de residuos de agroquímicos



DOCUMENTO NO
CONTROLADO

Oliver Meza
REVISÓ
Supervisor de Aceites

Marco Gutiérrez
AUTORIZÓ
Gerente de Planta



LIMITES DE TOLERANCIA DE AGROQUÍMICOS						CÓDIGO T-AS-O3	
FECHA DE ELABORACIÓN			FECHA DE ELABORACIÓN			NO. REV.	AREAS AFECTADAS
DÍA	MES	AÑO	DÍA	MES	AÑO	06	CALIDAD / COMpra DE FRUTA
25	O3	2012	23	O3	2022		

OBJETIVO: Conocer los límites de tolerancia establecidos por nuestros clientes y tomar las medidas necesarias a tiempo para corregir cualquier desviación que pueda ocurrir referente a los agroquímicos antes de llegar el producto final al cliente.

AGROQUÍMICO	Límites permitidos en Europa (ppm)	Límites permitidos en USA (ppm)
2,4 D	1.0	3.0
Abamectin	0.05	0.02
Acequinacyl	0.2	0.35
Acetamiprid	0.9	1.0
Aldicarb	0.02	NO REPORTADO
Amitraz	0.05	NO REPORTADO
Arsanilic Acid	NO REPORTADO	NO REPORTADO
Atrazine	0.05	NO REPORTADO
Avermectin B1	0.01	0.02
Azinphos-Methyl	0.01	NO REPORTADO
Azoxystrobin	10.0	15
Benomyl	0.2	NO REPORTADO
Bifenthrin	0.05	0.05
Boscalid	2.0	2.0
Bromacil	NO REPORTADO	NO REPORTADO
Buprofezina	0.01	4
Carbendazim	0.02	NO REPORTADO
Carbon Disulfide	NO REPORTADO	NO REPORTADO
Carfentrazone-ethyl	0.02	0.1
Chlorantraniliprole	0.7	1.4
Chlorpyrifos	PROHIBIDO	PROHIBIDO
Ciantraniliprol	0.9	0.7
Cryolite	NO REPORTADO	NO REPORTADO
Cyfluthrin	0.02	0.2
Cyhexatin	0.01	NO REPORTADO
Cypermethrin	2.0	NO REPORTADO
Cyprodinil	0.02	NO REPORTADO
Diazinon	0.01	NO REPORTADO
Dichlobenil	0.01	NO REPORTADO
Dicofol	0.02	6.0
Difenoconazole	0.6	0.6
Diflubenzuron	0.01	NO REPORTADO
Dimethoate	0.01	2.0
Diquat	0.02	0.05
Diuron	0.01	0.05
Endothall	NO REPORTADO	NO REPORTADO
EPTC	0.01	NO REPORTADO
Etion	0.01	0.01
Fenamiphos	0.02	NO REPORTADO
Fenazaquin	0.3	0.4
Fenbuconazole	0.5	1
Fenbutatin Oxide	PROHIBIDO	PROHIBIDO
Fenpropathrin	2.0	2.0
Fenpyroximate	0.5	1.0
Fenthion	0.01	NO REPORTADO
Ferbam	NO REPORTADO	4.0
Fipronil	0.005	NO REPORTADO
Fludioxonil	10.0	10.0
Flupyradifurone	0.01	3.0
Fluridone	NO REPORTADO	0.1
Formetanate-HCL	0.01	NO REPORTADO
Fosetyl-Al	75.0	NO REPORTADO
Gibberelic Acid	NO REPORTADO	NO REPORTADO
Glyphosate	0.1	0.5
Glufosinato de amonio	0.05	0.15
Hydrogen Cyanide	NO REPORTADO	NO REPORTADO
Hexythiazox	1.0	NO REPORTADO
Bio xactive (soya)	PROHIBIDO	PROHIBIDO

AGROQUÍMICO	Límites permitidos en Europa (ppm)	Límites permitidos en USA (ppm)
Imazalil	4.0	NO REPORTADO
Imidacloprid	1.0	0.7
Indaciflam	NO REPORTADO	NO REPORTADO
Methyl Bromide	NO REPORTADO	NO REPORTADO
Lindano	0.01	NO REPORTADO
MAA	NO REPORTADO	NO REPORTADO
Magnesium Phosphide	NO REPORTADO	NO REPORTADO
Malathion	2	8.0
Metalaxyl	NO REPORTADO	NO REPORTADO
Metaldehyde	0.05	NO REPORTADO
Methidathion	0.02	4.0
Methomyl	0.02	NO REPORTADO
Methoxyfenozide	2.0	3.0
Methyl Nonyl Ketone	NO REPORTADO	NO REPORTADO
Naled	NO REPORTADO	NO REPORTADO
Napropamide	0.01	NO REPORTADO
Norfuralazon	NO REPORTADO	NO REPORTADO
o-Naphthaleneacetic Acid	NO REPORTADO	NO REPORTADO
o-Phenylphenol	10.0	10.0
Oryzalin	0.01	0.05
Oxamyl	0.01	3.0
Oxydemeton Methyl	0.01	NO REPORTADO
Oxythioquinox	PROHIBIDO	PROHIBIDO
Paraquat	0.02	0.05
Parathion Methyl	0.01	NO REPORTADO
Pendimethalin	0.05	0.1
Permethrin	0.05	NO REPORTADO
Phosmet	0.5	5.0
Phosphine	NO REPORTADO	NO REPORTADO
Piperonyl Butoxide	NO REPORTADO	NO REPORTADO
Propargite	0.01	NO REPORTADO
PT807-HCL	NO REPORTADO	NO REPORTADO
Pyraclostrobin	2.0	2.0
Pyrethrins	1.0	NO REPORTADO
Pyridaben	0.3	0.9
Pyrimethanil	8.0	10.0
Pyriproxyfen	0.6	0.5
Rimsulfuron	0.01	0.01
Saflufenacil	0.03	0.03
Sethoxydím	0.1	0.5
Simazine	0.01	NO REPORTADO
Spinetoram	0.02	0.3
Spinosad	0.3	0.3
Spirodiclofen	0.4	0.5
Spirotetramat	0.5	0.6
Sulfosates (Formerly Touchdown)	NO REPORTADO	NO REPORTADO
Sulfoxaflor	0.4	0.7
Tarter Emetic	NO REPORTADO	NO REPORTADO
Tebuconazol	5.0	NO REPORTADO
Tebufenozide	2.0	2.0
Terbacil	NO REPORTADO	NO REPORTADO
Thiabendazole	5.0	10
Thiamethoxam	0.15	0.4
Thiazopy	NO REPORTADO	NO REPORTADO
Thiophanate Methyl	6.0	NO REPORTADO
Trifloxystrobin	0.5	0.6
Trifluralin	0.01	0.05
Zeta-Cypermethrin	NO REPORTADO	NO REPORTADO

Oliver Meza
REVISÓ Supervisor de Aceites

Marco Gutiérrez
AUTORIZÓ Gerente de Planta

DOCUMENTO NO
CONTROLADO

	PROCIMART	DETERMINACIÓN DE LA LIMONINA POR HPLC						CÓDIGO I.T.-AS-01
								PÁGINA 1 DE 5
FECHA DE ELABORACIÓN			FECHA DE ACTUALIZACIÓN			NO. REV.	ÁREAS AFECTADAS	
DÍA	MES	AÑO	DÍA	MES	AÑO	05	CALIDAD Y PRODUCCIÓN	
20	05	2011	23	03	2022			

1.0 OBJETIVO:

Determinar el contenido de limonina, el resultado de esta determinación puede ser usado para aprobar un producto.

2.0 ALCANCE:

Jugo concentrado y jugo simple de cítricos

3.0 RESPONSABILIDAD:

Analista de Cromatografía y Jefe de Aceites y Subproductos: Tienen la responsabilidad de analizar e informar los resultados obtenidos en tiempo para realizar los cambios necesarios para ajustar el proceso y así poder cumplir con las especificaciones de calidad requeridas.

Operador de Extractores y Supervisor de Producción: Es responsable de realizar los cambios necesarios a los equipos para mantener un control del proceso y así dejar dentro de parámetros de calidad el producto elaborado.

4.0 PROCEDIMIENTO

4.1 FUNDAMENTO:

La limonina es el componente amargo principal en la mayoría de los jugos de la fruta cítrica, incluyendo el jugo del pomelo, y es un producto de la serie de reacciones que tienen origen en el tronco de los árboles de la fruta cítrica. En la mayoría de las variedades de la fruta cítrica, el precursor de la limonina se concentra en las semillas dentro de los agrios maduros. Cuando ocurre la ruptura del citoplasma de la membrana o de la célula durante el proceso de jugo, el precursor amargo se encuentra en el ambiente ácido del jugo, el cual cataliza gradualmente para formar la limonina.

La proporción de esta reacción es dependiente sobre todo del calor, con un cierto efecto del pH del jugo. En las temperaturas frías, la viscosidad puede también afectar esta reacción en los concentrados altos de Brix.

El nivel de limonina generalmente disminuye mientras avanza la temporada. La magnitud del cambio y del nivel en cualquier tiempo del año o cualquier parte de la estación de cosecha es variable.

Puede hacerse mucho para reducir amargura con un manejo cuidadoso de los factores que influencian los niveles del limonina del jugo (selección del cultivar, del injerto, de la madurez, del metabolismo post cosecha, de los parámetros de la extracción del jugo, del tiempo del contacto de la pulpa, de mezclar del jugo, etc..) y factores que influencian la percepción del amargor (pH del jugo, acidez, dulzor, etc.).

	
Oliver Meza	Marco Gutiérrez
REVISÓ Supervisor de Aceites	AUTORIZÓ Gerente de Planta

	PROCIMART	DETERMINACIÓN DE LA LIMONINA POR HPLC						CÓDIGO I.T.-AS-01
								PÁGINA 2 DE 5
FECHA DE ELABORACIÓN			FECHA DE ACTUALIZACIÓN			NO. REV.	ÁREAS AFECTADAS	
DÍA	MES	AÑO	DÍA	MES	AÑO	05	CALIDAD Y PRODUCCIÓN	
20	05	2011	23	03	2022			

Varios métodos se han desarrollado para medir niveles de la limonina en jugos de la fruta cítrica, incluyendo la espectroscopia, la cromatografía de capa delgada, la cromatografía de gas, radio inmunoensayo, enzima-ligada inmunoensayo y HPLC.

El principio de las determinaciones de capa delgada de la cromatografía (TLC) es similar al del HPLC. Sin embargo, en la separación del componente de una muestra, en vez de usar una columna embalada, se realiza en una placa cubierta - plana de silicona. En vez de que el solvente de enjuague se bombee a través de una columna, viaja a través de la silicona por la acción capilar.

Una placa del TLC es una hoja del cristal, del metal, o del plástico que está cubierto con una capa delgada de un adsorbente sólido (generalmente silicona o alúmina). Una cantidad pequeña de la mezcla que se analizará se mancha cerca del fondo de esta placa. La placa del TLC entonces se coloca en una piscina baja de un solvente en un compartimiento que se convierte de modo que solamente el mismo fondo de la placa esté en el líquido. Este líquido, o el eluente, es la fase móvil, y se levanta lentamente encima de la placa del TLC por la acción capilar.

El solvente pasa el punto que fue aplicado, un equilibrio se establece para cada componente de la mezcla entre las moléculas de ese componente que se fijan por adsorción en el sólido y las moléculas que están en la solución. En principio, los componentes diferenciarán en solubilidad y en la fuerza de su adsorción al adsorbente y algunos componentes serán llevados más lejos encima de la placa que otras. Cuando el solvente ha alcanzado la tapa de la placa, la placa se quita del compartimiento se seca, y los componentes separados de la mezcla se visualizan. Si se colorean los compuestos, la visualización es directa.

La detección de la limonina, por ser un compuesto orgánico cuyas moléculas fluorescen, puede realizarse aplicando luz ultravioleta, o desarrollando químicamente color para permitir la comparación visual con estándares, para esto se emplea el ácido sulfúrico, el cual carboniza el compuesto dejando una mancha marrón. La mayor parte del material necesario para el análisis de la limonina del TLC están disponibles en la mayoría de los laboratorios de la fruta cítrica sin requerir inversión de capital importante, y el bajo costo constituye la ventaja del método. Las desventajas principales incluyen que la comparación visual es menos objetiva con estándares y la naturaleza algo aburrida de la determinación.

4.2 REACTIVOS, EQUIPO Y MATERIAL

4.2.1 Reactivos: Limonin from citrus seeds, 90% (HPLC) Sigma Aldrich

Acetonitrilo grado HPLC

Agua grado HPLC

Preparación de reactivos:

a) Solución fase móvil: en un frasco de un litro medir 350 ml de acetonitrilo HPLC y 650 ml de agua HPLC, tapar y mezclar.

	
Oliver Meza	Marco Gutiérrez
REVISÓ Supervisor de Aceites	AUTORIZÓ Gerente de Planta

 PROCIMART	DETERMINACIÓN DE LA LIMONINA POR HPLC						CÓDIGO I.T.-AS-01
							PÁGINA 3 DE 5
FECHA DE ELABORACIÓN			FECHA DE ACTUALIZACIÓN			NO. REV.	ÁREAS AFECTADAS
DÍA	MES	AÑO	DÍA	MES	AÑO	05	CALIDAD Y PRODUCCIÓN
20	05	2011	23	03	2022		

b) Solución estándar de limonina: Prepare una solución stock de 50 ppm, 5mg de limonina lo más exacto posible en un matraz volumétrico de 100 ml con la ayuda de un embudo y registrar el peso exacto para determinar la ppm exacta de la muestra y llévelo a 100 ml con acetonitrilo. Prepare soluciones de trabajo semanalmente al realizar diluciones de 1.562, 3.125, 6.25, 12.5 y 25 ppm con la fase móvil. Las soluciones de trabajo solo son estables por una semana cuando estas son conservadas en refrigeración.

c) 20% de acetonitrilo (vol/vol.): medir 100 ml de acetonitrilo HPLC en un matraz redondo de fondo plano y mezclar con 400 ml de agua HPLC. Puede hacer uso de una probeta graduada de 250 ml para realizar las mediciones, recuerde esperara a que la mezcla se atemperada antes de usar. La solución puede estar en el refrigerador siempre y cuando el matraz se encuentre tapado.

d) 60% de acetonitrilo (vol / vol): medir 300 ml de acetonitrilo HPLC en un matraz redondo de fondo plano y mezclar con 200 ml de agua HPLC. Puede hacer uso de una probeta graduada de 250 ml para realizar las mediciones, recuerde esperara a que la mezcla se atemperada antes de usar. La solución puede estar en el refrigerador siempre y cuando el matraz se encuentre tapado.

4.2.2 Equipo: Sistema de HPLC con una columna de fase reversa (columna Thermo Scientific Hypersil GOLD de 4.6 mm x 150 mm, 5 micrómetros (5 μ m) de tamaño de partícula). UV-visible detector @ 214 nm, HPLC 1260 series.
 Parrilla electrical
 Centrifuga capaz de alcanzar 2800 rpm, con adaptadores de tubos cónicos de 15 ml
 Inyector automático o manual de 25 μ l en jeringa
 Cámara de vacío con múltiples llaves

4.2.3 Seguridad: Lentes de seguridad
 Guantes de nitrilo

4.2.4 Material: Cartuchos Hypersep Spe 500mg/2.8mL C18
 Filtros de jeringa de 0.45 μ m de nylon marca Whatman
 Jeringas de 1ml
 Perilla de succión
 Tubos para centrifuga de 15 ml con tapón
 Pipeta volumétrica de 5 ml
 Pipeta volumétrica de 8 ml
 Pipeta volumétrica de 2 ml
 Pipeta volumétrica de 3 ml

 Oliver Meza REVISÓ Supervisor de Aceites	 Marco Gutiérrez AUTORIZÓ Gerente de Planta
---	---

	PROCIMART	DETERMINACIÓN DE LA LIMONINA POR HPLC						CÓDIGO I.T.-AS-01
								PÁGINA 4 DE 5
FECHA DE ELABORACIÓN			FECHA DE ACTUALIZACIÓN			NO. REV.	ÁREAS AFECTADAS	
DÍA	MES	AÑO	DÍA	MES	AÑO	05	CALIDAD Y PRODUCCIÓN	
20	05	2011	23	03	2022			

4.3 DETERMINACIÓN

- 1.0 Caliente las muestras de jugo proporcionada por el analista de Calidad en un baño de agua caliente por 3 a 5 minutos para desarrollar la limonina (para jugos frescos sin pasteurizar). El calentamiento no es necesario para jugos de concentrado o para jugos simples pasteurizados.
- 2.0 Tomar 8 ml de jugo y agregarle 2 ml de acetonitrilo, tapar el tubo y agitarlo por un minuto, centrifugar la muestra agitada a 2800 RPM por exactamente 15 minutos.
- 3.0 El pre-acondicionamiento de los cartuchos de extracción en fase sólida (Spe) C18, se pasará a través de ellos 3 ml de acetonitrilo grado HPLC seguido de 3 ml de agua grado HPLC, bajo vacío, hasta que toda el agua haya entrado en la columna de Spe C18.
- 4.0 Una vez terminada la centrifugación del jugo tomar 5 ml de cada muestra del sobrenadante y ponerlo dentro de los tubos SPE C18 previamente pre acondicionado.
- 5.0 Filtre lentamente el sobrenadante hasta que la alícuota haya atravesado todo el cartucho Spe C18.
- 6.0 Realizar un enjuague del cartucho SPE C18 con 3 ml de acetonitrilo grado HPLC al 20% y deje desalojar el cartucho, este acetonitrilo recuperado se desecha.
- 7.0 Lentamente adicione al cartucho SPE C18, 3 ml de acetonitrilo grado HPLC al 60% y recupere el líquido filtrado (en este filtrado se recupera la limonina presente en la muestra original de jugo).
- 8.0 Con la ayuda de una jeringa de 1 ml tomar el filtrado y filtrarlo a través de un filtro de jeringa de poro de 0.45µm y colecte el líquido en un vial para cromatografía de líquidos (HPLC).
- 9.0 Haga una corrida en el HPLC con el siguiente método:

Flujo Isocrático = 1.0 ml/min

A: Agua 65%

B: Acetonitrilo 35%

Longitud de onda del detector = 214 nm

Tiempo de corrida = 25 min

La temperatura de la columna: 40 ° C para la naranja y 35° C para el limón

10.0 Realice una inyección del estándar para determinar que el sistema cromatográfico esta acondicionado y proceder a realizar una inyección por muestra a analizar.

11.0 Despues de hacer la corrida, deje todo el sistema de HPLC con Acetonitrilo al 80%.

	
Oliver Meza	Marco Gutiérrez
REVISÓ Supervisor de Aceites	AUTORIZÓ Gerente de Planta

	PROCIMART	DETERMINACIÓN DE LA LIMONINA POR HPLC						CÓDIGO I.T.-AS-01
								PÁGINA 5 DE 5
FECHA DE ELABORACIÓN			FECHA DE ACTUALIZACIÓN			NO. REV.	ÁREAS AFECTADAS	
DÍA	MES	AÑO	DÍA	MES	AÑO	05	CALIDAD Y PRODUCCIÓN	
20	05	2011	23	03	2022			

4.4 CÁLCULOS, EXPRESIÓN DE RESULTADOS Y REGISTROS:

La Limonina es identificada por comparación del tiempo de retención del estándar de limonina. La concentración de limonina (ppm) es calculada en base al área del pico generado por la absorbancia de la muestra de limonina (curva de calibración).

Realizar una curva de calibración con los estándares de limonina por el método de regresión lineal.

- Calcular la concentración de muestras desconocidas usando la pendiente y la intercepción de los valores de calibración.
- Dividir a todos los valores de concentración entre el valor del peso de la concentración de 1.67
- Multiplicar todos los valores de concentración por los valores de dilución de 1.25

NOTA: Para todos los concentrados de naranja a 65 grados Brix, el factor de dilución es de 6,9.

Para los cítricos se concentra a 60 brix, el factor de dilución es de 6,3

Para todos los demás es de 1.0.

5.0 DOCUMENTOS RELACIONADOS.

Coca Cola North America Method for Limonin

Shaw, P.E. and Wilson, C.W. 1984. A rapid method for determination of limonin in citrus juices by high performance liquid chromatography. J Food Sci

Based on FMC Citrus Hand Book

6.0 TABLA DE CAMBIOS Y REVISIONES:

FECHA	REVISIÓN	DESCRIPCIÓN DE LA MODIFICACIÓN
01/07/2011	01	Modificación en la longitud de onda en el análisis de 201 a 214 nm
12/07/2013	02	Se Cambia formato y código del procedimiento para relacionar con los documentos de control de calidad
18/04/2017	03	Cambio del encargado del área y formato
23/08/2019	04	Se cambia código de producción para Aceites y subproductos (PD a AS) Responsable de la Gerencia de Planta.
23/03/2022	05	Se modifica preparación de las soluciones al 20% y 60% de acetonitrilo, así como la determinación.

	
Oliver Meza REVISÓ Supervisor de Aceites	Marco Gutiérrez AUTORIZÓ Gerente de Planta

 PROCIMART			DETERMINACIÓN DE LA EFICIENCIA DEL SISTEMA DE EXTRACCIÓN DE ACEITE BOEs			CÓDIGO I.T.-AS-02
FECHA DE ELABORACIÓN			FECHA DE ACTUALIZACIÓN			PÁGINA 1 DE 5
DÍA	MES	AÑO	DÍA	MES	AÑO	ÁREAS AFECTADAS
13	03	2009	23	03	2022	06 CALIDAD Y PRODUCCIÓN

1.0 OBJETIVO:

Verificar la eficiencia de extracción de aceite del sistema de BOEs (Brown Oil Extractor).

2.0 ALCANCE:

Extractor de Aceite Brown.

3.0 RESPONSABILIDADES:

Analista de Cromatografía: Tiene la responsabilidad de analizar e informar los resultados obtenidos en tiempo para realizar los cambios necesarios para ajustar el proceso.

Operador de Centrifugas, Supervisor de producción: Es responsable de realizar los cambios necesarios a los equipos para mantener un control del proceso.

4.0 PROCEDIMIENTO:

4.1 REACTIVOS, EQUIPO Y MATERIAL:

- 4.1.1 Reactivos: Solución de Bromuro de potasio- Bromato de potasio 0.0247 N.
 Solución de ácido clorhídrico 1:2 con indicador de anaranjado de metilo.
 Alcohol Isopropílico
 Agua purificada.
- 4.1.2 Equipo: Balanza analítica de 0 a 10 Kg.
 Licuadora tipo industrial.
 Calculadora de funciones básicas.
 Balanza analítica de alcance de 0.01 gramos.
 Parrillas eléctricas de calentamiento.
 Agitador eléctrico.
- 4.1.3 Material: Cubeta de plástico.
 Cuchillo.
 Tabla de apoyo.
 Tubos conectores de vidrio tipo Estado de Iowa.
 Pinzas de sujeción para el conector.
 Matraces redondos de fondo plano de 500 ml.
 Refrigerantes con mangueras, conectados a la llave de agua corriente.
 Soportes universales con anillo.
 Vasos de precipitados de plástico de 250 ml.
 Vaso de precipitados de plástico de 1000 ml.

 Oliver Meza	 Marco Gutiérrez
REVISO Supervisor de Aceites	AUTORIZÓ Gerente de Planta



PROCIMART

DETERMINACIÓN DE LA EFICIENCIA DEL
SISTEMA DE EXTRACCIÓN DE ACEITE BOEs

CÓDIGO
I.T.-AS-02

PÁGINA
2 DE 5

FECHA DE ELABORACIÓN			FECHA DE ACTUALIZACIÓN			NO. REV.	ÁREAS AFECTADAS
DÍA	MES	AÑO	DÍA	MES	AÑO	06	CALIDAD Y PRODUCCIÓN
13	03	2009	23	03	2022		

Vasos de precipitados de vidrio de 150 ml.

Probetas graduadas de 50 ml.

Piseta para alcohol Isopropílico.

Piseta para agua purificada.

Pipeta de 10 ml. con perilla de succión.

Pastillas de imán para agitación.

4.4 Determinación

Contenido de Aceite (Kg / tns).

A. Preparación de la muestra.

1. Es esencial que se tomen las muestras lo más representativas tanto de la entrada (antes de la lavadora) como de la salida de cada BOE.
2. Tomar una muestra al azar de entre 5 a 8 Kg. aproximadamente de fruta, de la entrada a la lavadora esta muestra se identifica como "Alimentación del BOE".
3. Después de aproximadamente 5 minutos, tomar una muestra al azar de aproximadamente 5 a 8 Kg. de fruta, de la salida de los rodillos secadores del BOE correspondiente, esta muestra se identifica con el número del BOE donde fue tomada la muestra.
4. Estas muestras son para determinar el contenido de aceite por kilogramo por tonelada como se describe a continuación.

B. Contenido de Aceite, método Scott.

1. Con la ayuda de un cuchillo y una tabla de apoyo, la fruta de la muestra se parte en cuartos de polo a polo, colocando un cuarto de cada fruta dentro de un recipiente, el resto de la fruta se desecha. Proceder primero con las muestras despues del BOE ya que dejarlas mucho tiempo origina que se deshidraten y existan pérdidas de aceite que afecten el resultado.
2. Se pesan los cuartos de fruta separados en el recipiente de plástico, se registra el peso, se vacían en la licuadora y se le agrega la misma cantidad en kilos de agua. Se licúa la mezcla de uno a dos minutos, verificando que la emulsión no quede grumosa o caliente.
3. En un matraz redondo de fondo plano, el cual ha sido previamente tarado, en una balanza analítica, se pesan alrededor de 25 gramos cuidando que la muestra este bien mezclada y sea homogénea, registrando el peso exacto de la muestra utilizada.

Oliver Meza	Marco Gutiérrez
REVISÓ Supervisor de Aceites	AUTORIZÓ Gerente de Planta



PROCIMART

DETERMINACIÓN DE LA EFICIENCIA DEL
SISTEMA DE EXTRACCIÓN DE ACEITE BOEs

CÓDIGO
I.T.-AS-02

PÁGINA
3 DE 5

FECHA DE ELABORACIÓN			FECHA DE ACTUALIZACIÓN			NO. REV.	ÁREAS AFECTADAS
DÍA	MES	AÑO	DÍA	MES	AÑO	06	CALIDAD Y PRODUCCIÓN
13	03	2009	23	03	2022		

4. Se le agregan al matraz 25 ml de alcohol isopropílico y 50 ml de agua purificada, medidos con una probeta de 50 ml.
5. Se procede a su colocación sobre la parrilla eléctrica, regulando la temperatura de ésta de manera que la espuma no llegue a la trampa (tubo conector), se coloca el tubo conector.
6. En la salida del refrigerante se coloca una probeta de 50 ml para recibir el líquido condensado un volumen entre 30 – 35 mL. Se enciende la parrilla de calentamiento y al cabo de unos minutos, el contenido del matraz iniciará su ebullición y posteriormente la destilación.
7. Cuando se obtenga la cantidad de 25 ml de destilado se apaga la parrilla de calentamiento y se espera a que se enfrié el sistema para su posterior lavado (Es muy importante que el refrigerante se enjuague con alcohol Isopropílico y agua purificada, después de cada análisis, ya que pueden quedar residuos que afecten a otras determinaciones posteriores).
8. A los ml. del líquido de condensados recuperados se les adiciona 10 ml. de la solución de ácido clorhídrico (1:2) con indicador de anaranjado de metilo.
9. Se coloca el destilado en un matraz Erlenmeyer con pastilla de imán sobre el agitador magnético a una velocidad moderada y se procede a la titulación con la solución de bromuro-bromato de potasio O.0247 N previamente preparada, se va añadiendo la solución gota a gota. La titulación termina cuando el líquido cambia de un color rosado a un color cristalino. Se registran los mililitros de solución gastados.
10. Según la tabla sustituir el valor de densidad para calcular el contenido Kg/Tns de aceite.

TIPO DE FRUTA	DENSIDAD (gr/ml).
Limón Italiano.	0.852
Toronja Blanca.	0.852
Limón Persa.	0.867
Limón Mexicano.	0.877
Mandarina.	0.840
Naranja	0.857

Nota:

El análisis de la muestra una vez que ha sido licuada debe realizarse lo más rápido posible después de que fue licuada la fruta. El tiempo máximo entre el licuado de la fruta y la adición del alcohol Isopropílico es de 15 minutos. Las muestras pueden ser mantenidas por periodos más largos de tiempo si se les adiciona el alcohol y se tapa la muestra. El alcohol detiene la oxidación de los dobles enlaces del d-limoneno que son los que son determinados por el análisis de Scott.

Oliver Meza	Marco Gutiérrez
REVISÓ Supervisor de Aceites	AUTORIZÓ Gerente de Planta



PROCIMART

DETERMINACIÓN DE LA EFICIENCIA DEL
SISTEMA DE EXTRACCIÓN DE ACEITE BOEs

CÓDIGO
I.T.-AS-02

PÁGINA
4 DE 5

FECHA DE ELABORACIÓN			FECHA DE ACTUALIZACIÓN			NO. REV.	ÁREAS AFECTADAS
DÍA	MES	AÑO	DÍA	MES	AÑO	06	CALIDAD Y PRODUCCIÓN
13	03	2009	23	03	2022		

Acciones a tomar:

EQUIPO	PROBLEMA	ACCIÓN POR TOMAR
BOE	Eficiencia menor de 82%	Realizar un reanálisis. Asegurándose que la muestra tomada antes y después del BOE es representativa de la fruta que está siendo procesada. Si el análisis confirma la eficiencia baja, avisar al supervisor y checar el BOE para ver las causas evidentes de la baja eficiencia: Nivel del agua, obstrucción de cáscaras en las cajas de alimento al finisher, falta de agua en las espreas. Si lo anterior está operando normalmente: Checar la concentración de aceite en el agua del BOE, debe ser del 1 al 2%. Checar la concentración del retorno de la deslodadora, debe ser menor del 0.5%. Checar el tiempo transcurrido entre el ultimo cambio de agua del BOE, si es mayor de 10 horas, debe cambiarse el agua del BOE. Si no han transcurrido más de 10 horas entre el ultimo cambio de agua, y el retorno de la deslodadora es mayor de 0.5%, puede necesitar limpieza la máquina.

4.5 CÁLCULOS, EXPRESIÓN DE RESULTADOS Y REGISTROS:

$$4.5.1 \text{ Cálculos: } \text{Kg aceite /Tns} = \frac{\text{ml de bromuro-bromato muestra} \times \text{factor de titulación}^*}{\text{Peso de la muestra}}$$

$$\text{Factor de titulación}^* = \frac{[(\text{Normalidad de la solución empleada} \times 0.01) / 0.25] \times \text{densidad}}{100} \times 2$$

$$\% \text{ Eficiencia} = \frac{\text{Kg aceite/tns antes del BOE} - \text{Kg aceite/tns después del BOE}}{\text{Kg aceite/tns antes del BOE}} \times 100$$

4.5.2 Expresión de resultados: Kg de aceite / tonelada: Se reportan hasta el segundo decimal (0.XX).
% eficiencia: Se reportan hasta el segundo decimal (0.XX)

4.5.3 Registros: Todos los resultados obtenidos deben ser registrados en los formatos correspondientes

Oliver Meza	Marco Gutiérrez
REVISÓ Supervisor de Aceites	AUTORIZÓ Gerente de Planta

 PROCIMART			DETERMINACIÓN DE LA EFICIENCIA DEL SISTEMA DE EXTRACCIÓN DE ACEITE BOEs			CÓDIGO I.T.-AS-02
FECHA DE ELABORACIÓN			FECHA DE ACTUALIZACIÓN			PÁGINA 5 DE 5
DÍA	MES	AÑO	DÍA	MES	AÑO	ÁREAS AFECTADAS
13	03	2009	23	03	2022	06 CALIDAD Y PRODUCCIÓN

5.0 DOCUMENTOS RELACIONADOS:

F-AS-01 Control de operaciones y análisis de proceso de recuperación de aceite esencial
 Bibliografía: Citrus Processing a complete Guide. Second edition Quality Control. Dan A. Kimball.

6.0 TABLA DE CAMBIOS Y REVISIONES:

FECHA	REVISIÓN	DESCRIPCIÓN DE LA MODIFICACIÓN.
13/03/2009	02	Se reemplaza documento anterior por cambio del encargado de Aseguramiento de Calidad
29/06/2011	03	Se reemplaza documento anterior por cambio al formato ISO 9000
27/07/2015	04	Se anexa la muestra del tercer BOE, Se modifican los documentos relacionados y Cambio del encargado del área y formato
23/08/2019	05	Se cambia código de producción para Aceites y subproductos (PD a AS) Responsable de la Gerencia de Planta.
23/03/2022	06	Se modifica texto por actualización del sistema.

 Oliver Meza REVISÓ Supervisor de Aceites	 Marco Gutiérrez AUTORIZÓ Gerente de Planta
---	--

 PROCIMART			EVALUACIÓN DEL SISTEMA DE EXTRACCIÓN DE ACEITE CENTRÍFUGAS (MÉTODO SCOTT)			CÓDIGO I.T.-AS-03	
						PÁGINA 1 DE 5	
FECHA DE ELABORACIÓN			FECHA DE ACTUALIZACIÓN			NO. REV.	ÁREAS AFECTADAS
DÍA	MES	AÑO	DÍA	MES	AÑO	05	CALIDAD Y PRODUCCIÓN
13	03	2009	23	03	2022		

1.0 OBJETIVO:

El objetivo de determinación es para verificar la eficiencia de extracción de aceite del Sistema de Centrifugas, empleando dos métodos: Centrifugación y destilación (método Scott-Veldhuis).

2.0 ALCANCE:

Centrifugas

3.0 RESPONSABLE:

Analista de Cromatografía: Tiene la responsabilidad de analizar e informar los resultados obtenidos en tiempo para realizar los cambios necesarios para ajustar el proceso y así poder cumplir con las especificaciones de calidad requeridas

Operador de Centrifugas: Es el responsable de tomar la muestra y hacerla llegar al laboratorio.

Supervisor de producción: Es responsable de realizar los cambios necesarios a los equipos para mantener un control del proceso.

4.0 PROCEDIMIENTO:

4.1 REACTIVOS, EQUIPO Y MATERIAL:

4.1.1 Reactivos: Solución de Bromuro de potasio- Bromato de potasio 0.0247 N.

Solución de ácido clorhídrico 1:2 con indicador de anaranjado de metilo.

Alcohol Isopropílico

Agua purificada.

4.1.2 Equipo: Calculadora de funciones básicas.

Balanza analítica de alcance de 0.01 gramos.

Parrillas de calentamiento.

Agitador eléctrico.

4.1.3 Material: Tubos conectores de vidrio tipo Estado de Iowa.

Pinzas de sujeción para el conector.

Matraces redondos de fondo plano de 500 mL.

Refrigerantes con mangueras, conectados a la llave de agua corriente.

Soportes universales con anillo.

Vasos de precipitados de plástico de 250 mL.

Vaso de precipitados de plástico de 1000 mL.

 Oliver Meza	 Marco Gutiérrez
REVISO Supervisor de Aceites	AUTORIZÓ Gerente de Planta

 PROCIMART			EVALUACIÓN DEL SISTEMA DE EXTRACCIÓN DE ACEITE CENTRÍFUGAS (MÉTODO SCOTT)			CÓDIGO I.T.-AS-03	
						PÁGINA 2 DE 5	
FECHA DE ELABORACIÓN		FECHA DE ACTUALIZACIÓN			NO. REV.	ÁREAS AFECTADAS	
DÍA	MES	AÑO	DÍA	MES	AÑO	05	CALIDAD Y PRODUCCIÓN
13	03	2009	23	03	2022		

Vasos de precipitados de vidrio de 150 mL.
 Probetas graduadas de 50 mL.
 Piseta para alcohol isopropílico.
 Piseta para agua destilada.
 Pipeta de 10 mL con perilla de succión.
 Pastillas de imán para agitación.

4.2 DETERMINACIÓN:

A. Método de Muestreo:

Toma de muestra en el proceso de extracción de aceite (centrifugas).

B. Contenido de Aceite, método Scott.

1. En un matraz redondo de fondo plano, el cual ha sido previamente tarado en una balanza analítica, se pesan los gramos indicados en la tabla 1.1 de diluciones, cuidando que la muestra este bien mezclada y sea homogénea, registrando el peso exacto de la muestra utilizada.
2. Se le agregan al matraz los mililitros de alcohol isopropílico y de agua destilada indicados en la tabla 1.1 de diluciones, medidos con una probeta de 50 ml.
3. Se procede a su colocación sobre la parrilla de calentamiento, regulando la temperatura de ésta de manera que la espuma no llegue a la trampa (tubo conector), se coloca el tubo conector.
4. Se coloca una probeta para recibir el líquido condensado y se enciende la manta de calentamiento con el regulador y al cabo de unos minutos, el contenido del matraz iniciará su ebullición y posteriormente la destilación.
5. Cuando el líquido de condensados sea de 30 ml, se apaga la parrilla y se deja enfriar el sistema para su posterior lavado (Es muy importante que el refrigerante se enjuague con alcohol isopropílico y agua destilada, después de cada análisis, ya que pueden quedar residuos que afecten a otras determinaciones posteriores).
6. A los ml. del líquido de condensados recuperados se vierten en un matraz Erlenmeyer y se adicionan 10 ml. de la solución de ácido clorhídrico (1:2) previamente preparada con el indicador de anaranjado de metilo.

 Oliver Meza	 Marco Gutiérrez
REVISO Supervisor de Aceites	AUTORIZÓ Gerente de Planta



PROCIMART

EVALUACIÓN DEL SISTEMA DE EXTRACCIÓN
DE ACEITE CENTRÍFUGAS (MÉTODO SCOTT)

CÓDIGO
I.T.-AS-03

PÁGINA
3 DE 5

FECHA DE ELABORACIÓN			FECHA DE ACTUALIZACIÓN			NO. REV.	ÁREAS AFECTADAS
DÍA	MES	AÑO	DÍA	MES	AÑO	05	CALIDAD Y PRODUCCIÓN
13	03	2009	23	03	2022		

7. Se coloca el matraz Erlenmeyer con pastilla de imán sobre el agitador magnético a una velocidad moderada y se precede a la titulación con la solución de bromuro-bromato de potasio O.0247N previamente preparada, se va añadiendo la solución gota a gota. La titulación termina cuando el líquido cambia de un color rosado a un color cristalino. Se registran los mililitros de solución gastados.

Acciones a Tomar

EQUIPO	PROBLEMA	ACCION A TOMAR
Deslodadora	% de aceite en la descarga mayor al 0.8%	Apertura del tazón corta. Acumulación de sólidos en el sistema: Contenido mayor del 0.5 %, indica falta de selección, fruta en mal estado, raspado enérgico de la fruta, hojas y ramas en el sistema. Tiempo mayor de 10 horas entre cambios de agua del BOE. Si no ocurre lo anterior y existe presencia de cremas mayor de 5 a 10% en la Alfa Laval o mayor del 1% en la Wesfalia posible sobre alimentación a las maquinas. Si no ocurre lo anterior y el % de aceite del agua de retorno es mayor del 0.5%, puede indicar que la deslodadora esta sucia.
Pulidora	Contenido de aceite menor al 80% en la mayonesa.	Sólidos en el sistema.

TABLA 1.1 DILUCIONES PARA LA DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE ACEITE

Muestra	Peso de la muestra (gr.)	Alcohol isopropílico. (ml)	Agua purificada. (ml)	Recuperación de destilado (ml)	Adición de HCl 1:2 (ml)	Fórmula para determinar el % de aceite de cada paso.
AD	1 a 2	25	50	30	10	$\% \text{ aceite} = \frac{(\text{Gto} \times F)}{\text{Peso muestra}}$
DD	1 a 2	25	50	30	10	$\% \text{ aceite} = \frac{(\text{Gto} \times F)}{\text{Peso muestra}}$
RBOE	1 a 2	25	50	30	10	$\% \text{ aceite} = \frac{(\text{Gto} \times F)}{\text{Peso muestra}}$
AP *	0.5	25	50	30	10	$\% \text{ aceite} = \frac{(\text{Gto} \times 10 \times F)}{\text{Peso muestra}}$
DP*	0.5	25	50	30	10	$\% \text{ aceite} = \frac{(\text{Gto} \times 10 \times F)}{\text{Peso muestra}}$

Oliver Meza	Marco Gutiérrez
REVISÓ Supervisor de Aceites	AUTORIZÓ Gerente de Planta

 PROCIMART			EVALUACIÓN DEL SISTEMA DE EXTRACCIÓN DE ACEITE CENTRÍFUGAS (MÉTODO SCOTT)			CÓDIGO I.T.-AS-03	
						PÁGINA 4 DE 5	
FECHA DE ELABORACIÓN			FECHA DE ACTUALIZACIÓN			NO. REV.	ÁREAS AFECTADAS
DÍA	MES	AÑO	DÍA	MES	AÑO	05	CALIDAD Y PRODUCCIÓN
13	03	2009	23	03	2022		

* En estas muestras se realiza una dilución:

1. Medir 10 mililitros de la muestra AP o DP y pesarlos. Utilizar un frasco cerrado.
2. El peso se multiplica por 9.
3. El valor del paso anterior se alcanza con adición de alcohol isopropílico.
4. Se pone en agitación moderada durante un minuto en un recipiente cerrado, con la pastilla magnética, en la parrilla.
5. Inmediatamente se toma la muestra para el análisis pesando la cantidad indicada en la tabla.

Nota: Si no se analiza inmediatamente (la mezcla para AP o DP), se tiene que volver a realizar la dilución, ya que el alcohol y el aceite se evaporan rápidamente.

Calculo de F:

$$F = (\% \text{ d-limoneno de la solución expresado en Kg.}) / (100) \times (\text{densidad del aceite de la fruta})$$

Densidades de aceites de diferentes tipos de fruta:

TIPO DE ACEITE	DENSIDAD (g/ml)
Toronja Blanca y Rosa	0.852
Limón Italiano	0.852
Limón Persa	0.867
Mandarina	0.840
Naranja	0.857

4.3 CALCULOS, EXPRESION DE RESULTADOS Y REGISTROS:

4.3.1 Cálculos: Según tabla de diluciones para la determinación del contenido de aceite en centrifugadas. (Método Scott)

4.3.2 Expresión de resultados: % Aceite: Se reportan hasta el segundo decimal (0.XX).

4.3.3 Registros: Todos los resultados obtenidos deben ser registrados en los formatos correspondientes

4.4 ABREVIATURAS

AD: Alimentación de la deslodadora.

DD: Descarga de la deslodadora.

RBOE: Retorno del BOE.

 Oliver Meza	 Marco Gutiérrez
REVISO Supervisor de Aceites	AUTORIZÓ Gerente de Planta

 PROCIMART			EVALUACIÓN DEL SISTEMA DE EXTRACCIÓN DE ACEITE CENTRÍFUGAS (MÉTODO SCOTT)			CÓDIGO I.T.-AS-03	
						PÁGINA 5 DE 5	
FECHA DE ELABORACIÓN			FECHA DE ACTUALIZACIÓN			NO. REV.	ÁREAS AFECTADAS
DÍA	MES	AÑO	DÍA	MES	AÑO	05	CALIDAD Y PRODUCCIÓN
13	03	2009	23	03	2022		

AP: Alimentación de la pulidora.

DP: Descarga de la pulidora.

5.0 DOCUMENTOS RELACIONADOS:

F-AS-01 Control de operaciones y análisis de proceso de recuperación de aceite esencial
 Bibliografía: Citrus Processing a complete Guide. Second Edition Quality Control. Dan A. Kimball.

6.0 TABLA DE CAMBIOS Y REVISIONES:

FECHA	REVISIÓN	DESCRIPCIÓN DE LA MODIFICACIÓN
15/06/2010	01	Se reemplaza documento por cambio del responsable de Aseguramiento de Calidad
29/06/2011	02	Se reemplaza documento anterior por cambio al formato ISO 9000
17/04/2017	03	Se anexa documento relacionado, Cambio del encargado del área y formato
23/08/2019	04	Se cambia código de producción para Aceites y subproductos (PD a AS) Responsable de la Gerencia de Planta.
23/03/2022	05	Revisión del Sistema

 Oliver Meza REVISÓ Supervisor de Aceites	 Marco Gutiérrez AUTORIZÓ Gerente de Planta
---	--

 PROCIMART	EVALUACIÓN DEL SISTEMA DE EXTRACCIÓN DE ACEITE CENTRÍFUGAS (MÉTODO CENTRIFUGACIÓN)						CÓDIGO I.T.-AS-04
							PÁGINA 1 DE 3
FECHA DE ELABORACIÓN			FECHA DE ACTUALIZACIÓN			NO. REV.	ÁREAS AFECTADAS
DÍA	MES	AÑO	DÍA	MES	AÑO	06	CALIDAD Y PRODUCCIÓN
13	03	2009	23	03	2022		

1.0 OBJETIVO:

Verificar la eficiencia de extracción de aceite del Sistema de Centrifugas, empleando dos métodos: Centrifugación y destilación (método Scott-veldhius).

2.0 ALCANCE:

Extracción de aceite del Sistema de Centrifugas.

3.0 RESPONSABILIDADES:

Analista de Cromatografía: Tiene la responsabilidad de solicitar y verificar la recepción de la muestra, así como analizar e informar los resultados obtenidos en tiempo para realizar los cambios necesarios para ajustar el proceso.

Operador de Centrifugas: Es el responsable de tomar la muestra y hacerla llegar al laboratorio.

Supervisor de producción: Es responsable de realizar los cambios necesarios a los equipos para mantener un control del proceso.

4.0 PROCEDIMIENTO:

4.1 REACTIVOS, EQUIPO Y MATERIAL:

4.1.1 Reactivos: N/A

4.1.2 Equipo: Centrifuga clínica.

4.1.3 Material: Tubos para centrifuga.

4.2 Contenido de Aceite, método Centrifugación.

1. Agitar las muestras antes de colocarlas en los tubos para centrifugar.
2. Verter 40 mililitros de cada muestra en cada uno de los tubos previamente identificados (AD1, AD2, AP, DD1, DD2, RBOE), según sea el caso. Asegurarse que la centrifuga este

	
Oliver Meza REVISÓ Supervisor de Aceites	Marco Gutiérrez AUTORIZÓ Gerente de Planta

 PROCIMART	EVALUACIÓN DEL SISTEMA DE EXTRACCIÓN DE ACEITE CENTRÍFUGAS (MÉTODO CENTRIFUGACIÓN)						CÓDIGO I.T.-AS-04
							PÁGINA 2 DE 3
FECHA DE ELABORACIÓN			FECHA DE ACTUALIZACIÓN			NO. REV.	ÁREAS AFECTADAS
DÍA	MES	AÑO	DÍA	MES	AÑO	06	CALIDAD Y PRODUCCIÓN
13	03	2009	23	03	2022		

balanceada colocando los tubos uno frente a otro, y en caso de que una muestra quede sin otro tubo enfrente, colocar un tubo con agua.

3. Centrifugar por 10 minutos a una velocidad de 1,500 rpm.
4. Se observan los tubos en forma individual, registrando los mililitros de cada uno de sus componentes generales.
AD, DD, AP, DP y RBOE.

NOTA: El tubo de RBOE si no sedimenta es posible que se encuentre el agua con pectina, es esencial avisar al supervisor de producción en turno que realice cambio de agua a los BOEs.

4.3 CÁLCULOS, EXPRESIÓN DE RESULTADOS Y REGISTROS:

4.3.1 Cálculos: % del componente = $\frac{\text{mililitros observados en el tubo}}{40 \text{ mililitros}} \times 100$

o % del componente= (mililitros observados en el tubo) x 2

4.3.2 Expresión de resultados: % Aceite: Se reportan hasta el segundo decimal (0.XX).

4.3.3 Registros: Todos los resultados obtenidos deben ser registrados en los formatos correspondientes.

5.0 DOCUMENTOS RELACIONADOS Y BIBLIOGRAFÍA

F-AS-01 Control de operaciones y análisis de proceso de recuperación de aceite esencial

	
Oliver Meza	Marco Gutiérrez
REVISÓ Supervisor de Aceites	AUTORIZÓ Gerente de Planta

 PROCIMART	EVALUACIÓN DEL SISTEMA DE EXTRACCIÓN DE ACEITE CENTRÍFUGAS (MÉTODO CENTRIFUGACIÓN)						CÓDIGO I.T.-AS-04
							PÁGINA 3 DE 3
FECHA DE ELABORACIÓN			FECHA DE ACTUALIZACIÓN			NO. REV.	ÁREAS AFECTADAS
DÍA	MES	AÑO	DÍA	MES	AÑO	06	CALIDAD Y PRODUCCIÓN
13	03	2009	23	03	2022		

6.0 TABLA DE CAMBIOS Y REVISIONES:

FECHA	REVISIÓN	DESCRIPCIÓN DE LA MODIFICACIÓN
13/03/2009	02	Se reemplaza documento anterior por cambio del encargado de Aseguramiento de Calidad
29/06/2011	03	Se reemplaza documento anterior por cambio al formato ISO 9000
17/04/2017	04	Se anexan documentos relacionados, Cambio del encargado del área y formato
23/08/2019	05	Se cambia código de producción para Aceites y subproductos (PD a AS) Responsable de la Gerencia de Planta.
23/03/2022	06	Revisión del Sistema

DOCUMENTO NO COMERCIAL

 Oliver Meza REVISÓ Supervisor de Aceites	 Marco Gutiérrez AUTORIZÓ Gerente de Planta
---	--

	PROCIMART	DETERMINACIÓN DEL ÍNDICE DE REFRACCIÓN EN EL ACEITE ESENCIAL			CÓDIGO I.T.-AS-05		
		PÁGINA 1 DE 3					
FECHA DE ELABORACIÓN		FECHA DE ACTUALIZACIÓN		NO. REV.	ÁREAS AFECTADAS		
DÍA	MES	AÑO	DÍA	MES	AÑO	06	CALIDAD/ PRODUCCIÓN/ INVENTARIOS
13	03	2009	23	03	2022		

1.0 OBJETIVO:

El índice de refracción mide el contenido estimado del d-limoneno del aceite. El d-limoneno puro tiene un índice de refracción de 1.4727 (20 °C). El índice de refracción de la fruta cítrica se encuentra dentro de un rango de 1.4720 a 1.4740 (20 °C).

2.0 ALCANCE:

Aceites Destilados y Coldpressed, Aromas y Esencias de Limón, Naranja, Lima, Toronja, Mandarina

3.0 RESPONSABILIDADES:

Analista de Cromatografía: Tienen la responsabilidad de analizar e informar los resultados obtenidos en tiempo para realizar los cambios necesarios para ajustar el proceso y así poder cumplir con las especificaciones de calidad requeridas, y es responsable de llevar al pie de la letra la técnica analítica

Jefe de Aceites y Subproductos: Tiene la responsabilidad de supervisar que los análisis se estén llevando de acuerdo a lo escrito en la técnica analítica y de realizar las tendencias necesarias para el control de los procesos

4.0 PROCEDIMIENTO:

4.1 MATERIAL, EQUIPO Y REACTIVOS:

3.1 Reactivos: Muestra de Aceite, Aroma, Esencia

3.2 Equipo: Refractómetro LEICA ABBE MARK II *
Baño termostático recirculador calibrado a 20 @ °C.

3.3 Material: Pipeta volumétrica de 1 mililitro
Termómetro de mercurio (-20 a 150 °C) o digital.

* La precisión del refractómetro debe ser verificada.

	
Oliver Meza REVISÓ Supervisor de Aceites	Marco Gutiérrez AUTORIZÓ Gerente de Planta

	PROCIMART	DETERMINACIÓN DEL ÍNDICE DE REFRACCIÓN EN EL ACEITE ESENCIAL						CÓDIGO I.T.-AS-05
								PÁGINA 2 DE 3
FECHA DE ELABORACIÓN			FECHA DE ACTUALIZACIÓN			NO. REV.	ÁREAS AFECTADAS	
DÍA	MES	AÑO	DÍA	MES	AÑO	06	CALIDAD/ PRODUCCIÓN/ INVENTARIOS	
13	03	2009	23	03	2022			

4.2 DESARROLLO:

1. Atemperar la muestra de retención a una temperatura inferior a 20 °C,
2. Hacer recircular agua a 20 +/- 0.2 °C del baño termostático a través del refractómetro con el propósito de estabilizar la temperatura del equipo.
3. Cuidadosamente limpiar y secar los prismas usando agua destilada y el papel suave. Asegúrese de su limpieza antes de colocar la muestra sobre el prisma.
4. Usando la pipeta colocar una gota de la muestra de aceite en la superficie del prisma del refractómetro.
5. Cerrar los prismas del refractómetro bajando el prisma superior sobre la muestra, verificando que este bien asegurado.
6. Posicionar la fuente de luz sobre el prisma superior para iluminar a través del prisma, ajustar la línea divisoria de la sombra en el centro de la cruz, leer el índice de refracción.
7. Verificar que la temperatura de los prismas sea de 20 °C. Registrar la lectura del índice de refracción.
8. Al terminar la determinación, limpiar los prismas con agua destilada y un papel suave.

NOTA:

Deber tenerse gran cuidado al determinar el índice de refracción durante los climas calientes y/o húmedos, porque la humedad en el aire puede condensarse en los prismas fríos. Esto dará lugar a una línea velada e indistinta de la separación entre la luz y los campos oscuros entre los prismas en el aceite cuando no disuelven la humedad condensada; si el aceite disuelve la humedad, la línea que se divide será aguda, pero el índice observado será bajo.

4.3 CÁLCULOS, EXPRESIÓN DE RESULTADOS Y REGISTROS:

4.3.1 Cálculos: N/A

4.3.2 Expresión de resultados

Se reporta hasta el cuarto decimal (0.XXXX).

4.3.3 Registros: Todos los resultados obtenidos deben ser registrados en los formatos correspondientes.

 Oliver Meza REVISÓ Supervisor de Aceites	 Marco Gutiérrez AUTORIZÓ Gerente de Planta
---	--

 PROCIMART			DETERMINACIÓN DEL ÍNDICE DE REFRACCIÓN EN EL ACEITE ESENCIAL			CÓDIGO I.T.-AS-05	
						PÁGINA 3 DE 3	
FECHA DE ELABORACIÓN			FECHA DE ACTUALIZACIÓN			NO. REV.	
DÍA	MES	AÑO	DÍA	MES	AÑO	06	ÁREAS AFECTADAS
13	03	2009	23	03	2022		CALIDAD/ PRODUCCIÓN/ INVENTARIOS

5.0 DOCUMENTOS RELACIONADOS:

Formato Reporte de análisis de producto terminado aceites, aromas y esencia F-AS-03
 Bibliografía: Citrus Processing Quality Control and Technology. Dan A. Kimball. (1991)

6.0 TABLA DE CAMBIOS Y REVISIONES:

FECHA	REVISIÓN	DESCRIPCIÓN DE LA MODIFICACIÓN
13/03/2009	02	Se reemplaza documento anterior por cambio del encargado de Aseguramiento de Calidad
29/06/2011	03	Se reemplaza documento anterior por cambio al formato ISO 9000
18/04/2017	04	Se cambia formato al formato ISO, se actualiza revisión a 2015 y se agregan responsabilidades y alcance de la técnica.
23/08/2019	05	Se cambia código de producción para Aceites y subproductos (PD a AS) Responsable de la Gerencia de Planta.
23/03/2022	06	Revisión del Sistema

 Oliver Meza REVISÓ Supervisor de Aceites	 Marco Gutiérrez AUTORIZÓ Gerente de Planta
---	---

	PROCIMART	DETERMINACIÓN DE LA DENSIDAD Y GRAVEDAD ESPECIFICA EN EL ACEITE ESENCIAL			CÓDIGO I.T.-AS-06
		PÁGINA 1 DE 3			
FECHA DE ELABORACIÓN		FECHA DE ACTUALIZACIÓN			NO. REV.
DÍA	MES	AÑO	DÍA	MES	AÑO
13	03	2009	23	03	2022
				06	CALIDAD/ PRODUCCIÓN

1.0 OBJETIVO:

Esta es una prueba redundante al del índice de refracción y a la rotación óptica, ya que consiste en estimar el d-limoneno que tiene una gravedad específica 0.8419 (21 °C), comparada con los aceites de la fruta cítrica, los que se encuentran dentro del rango de 0.842 a 0.881.

2.0 ALCANCE:

Aceites Destilados y Coldpressed, Aromas y Esencias de Limón, Naranja, Lima, Toronja, Mandarina

3.0 RESPONSABILIDADES:

Analista de Cromatografía: Tienen la responsabilidad de analizar e informar los resultados obtenidos en tiempo para realizar los cambios necesarios para ajustar el proceso y así poder cumplir con las especificaciones de calidad requeridas, y es responsable de llevar al pie de la letra la técnica analítica

Jefe de Aceites y Subproductos: Tiene la responsabilidad de supervisar que los análisis se estén llevando de acuerdo a lo escrito en la técnica analítica y de realizar las tendencias necesarias para el control de los procesos

4.0 PROCEDIMIENTO:

4.1 MATERIAL, EQUIPO Y REACTIVOS:

3.1 Reactivos: Muestra de Aceite, Aroma o Esencia.

3.2 Equipo: Balanza analítica
Baño termostático recirculador calibrado a 20 @ °C.

3.3 Material: Termómetro de mercurio (-20 a 150 °C) o digital.
Pipeta volumétrica de 50 mililitros
Matraz de aforado de 50 mililitros.

* La precisión de la balanza debe ser verificada.

 Oliver Meza REVISÓ Supervisor de Aceites	 Marco Gutiérrez AUTORIZÓ Gerente de Planta
---	--

	PROCIMART	DETERMINACIÓN DE LA DENSIDAD Y GRAVEDAD ESPECIFICA EN EL ACEITE ESENCIAL			CÓDIGO I.T.-AS-06
		PÁGINA 2 DE 3			
FECHA DE ELABORACIÓN		FECHA DE ACTUALIZACIÓN		NO. REV.	ÁREAS AFECTADAS
DÍA	MES	AÑO	DÍA	MES	AÑO
13	03	2009	23	03	2022
06	CALIDAD/ PRODUCCIÓN				

4.2 DESARROLLO:

- I. Preparación del material de vidrio empleado.
1. Lavar el material de vidrio empleado con agua y jabón, con ayuda del escobillón, hasta quitar cualquier residuo.
 2. En caso de que material presente residuos de aceite se puede enjuagar con alcohol etílico absoluto y posteriormente lavar con agua y jabón.
 3. Enjuagar el material con agua corriente hasta quitar los residuos de jabón.
 4. Enjuagar el material con agua destilada.
 5. Secar el material colocándolos boca arriba en la estufa a una temperatura de $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$, durante aproximadamente dos horas.
 6. Repetir procedimiento de limpieza si el material de vidrio no está libre de cualquier incrustación, limpios y secos.
- II. Determinación de la densidad.
1. Verificar la temperatura de la muestra con ayuda del termómetro, llevarla a $25\text{ }^{\circ}\text{C}$ sometiéndola a refrigeración o colocándola dentro del baño de recirculación, según se requiera.
 2. Lleva a $25\text{ }^{\circ}\text{C}$ el interior del matraz de aforado, pesarlo en la balanza analítica, registrar el peso.
 3. Con la ayuda de la pipeta volumétrica medir exactamente 50 mililitros, vaciarlos cuidadosamente, evitando tocar las paredes del cuello del matraz de aforado, dentro del matraz situado en la balanza analítica.
 4. Verificar que el menisco inferior del aceite en el matraz de aforado coincida con la línea del cuello del matraz y registrar el peso del aceite.
 5. Repita la operación usando agua destilada, para obtener su densidad. No se requiere realizar esta operación en cada análisis.

 Oliver Meza REVISÓ Supervisor de Aceites	 Marco Gutiérrez AUTORIZÓ Gerente de Planta
---	--

 PROCIMART			DETERMINACIÓN DE LA DENSIDAD Y GRAVEDAD ESPECIFICA EN EL ACEITE ESENCIAL			CÓDIGO I.T.-AS-06
FECHA DE ELABORACIÓN			FECHA DE ACTUALIZACIÓN			PÁGINA 3 DE 3
DÍA	MES	AÑO	DÍA	MES	AÑO	ÁREAS AFECTADAS
13	03	2009	23	03	2022	06 CALIDAD/ PRODUCCIÓN

4.3 CÁLCULOS, EXPRESIÓN DE RESULTADOS Y REGISTROS:

4.3.1 Cálculos: Densidad (ρ_w/v 25 °C) = $\frac{\text{peso en gramos de los 50 mililitros de la muestra}}{50 \text{ Mililitros de muestra}}$

$$\text{Gravedad específica @ 25 °C} = \frac{\rho_w/v 25^\circ\text{C del aceite}}{\rho_w/v 25^\circ\text{C del agua}}$$

4.3.2 Expresión de resultados:

Se reporta hasta el tercer decimal (0.XXX).

4.3.3 Registros: Todos los resultados obtenidos deben ser registrados en los formatos correspondientes

5.0 DOCUMENTOS RELACIONADOS:

Formato F-AS-03 Reporte de análisis de producto terminado aceites, aromas y esencias.

Bibliografía: Citrus Processing Quality Control and Technology. Dan A. Kimball. (1991)

6.0 TABLA DE CAMBIOS Y REVISIONES:

FECHA	REVISIÓN	DESCRIPCIÓN DE LA MODIFICACIÓN
13/03/2009	02	Se reemplaza documento anterior por cambio del encargado de Aseguramiento de Calidad
29/06/2011	03	Se reemplaza documento anterior por cambio al formato ISO 9000
18/04/2017	04	Se actualiza revisión a 2015 y se agregan responsabilidades y alcance de la técnica.
23/08/2019	05	Se cambia código de calidad para Aceites y subproductos (CC a AS)
23/03/2022	06	Revisión del sistema

 Oliver Meza REVISÓ Supervisor de Aceites	 Marco Gutiérrez AUTORIZÓ Gerente de Planta
---	--

 PROCIMART	DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE ALDEHÍDOS						CÓDIGO I.T.-AS-07
							PÁGINA 1 DE 3
FECHA DE ELABORACIÓN			FECHA DE ACTUALIZACIÓN			NO. REV.	ÁREAS AFECTADAS
DÍA	MES	AÑO	DÍA	MES	AÑO	06	CALIDAD Y PRODUCCIÓN
13	03	2009	23	03	2022		

1.0 OBJETIVO:

Al contrario que la rotación óptica, índice de refracción y la gravedad específica, la determinación del contenido de los aldehídos en aceites de fruta cítrica es una medida directa de la calidad del sabor de la fruta cítrica. Por esta razón, la determinación del contenido de aldehídos es probablemente el parámetro de la calidad mayormente usado en comercialización de estos aceites.

2.0 ALCANCE:

Aceites Destilados y Coldpressed, Aromas, Esencias y Terpenos.

3.0 RESPONSABILIDAD:

Analista de Cromatografía: Tienen la responsabilidad de analizar e informar los resultados obtenidos en tiempo para realizar los cambios necesarios para ajustar el proceso y así poder cumplir con las especificaciones de calidad requeridas, y es responsable de llevar al pie de la letra la técnica analítica

Jefe de Aceites y Subproductos: Tiene la responsabilidad de supervisar que los análisis se estén llevando de acuerdo a lo escrito en la técnica analítica y de realizar las tendencias necesarias para el control de los procesos

4.0 PROCEDIMIENTO:

4.1 MATERIAL, EQUIPO Y REACTIVOS:

- 3.1 Reactivos: Muestra de Aceite, Aroma, Esencias o Terpenos
 Solución de Hidrocloruro de Hidroxilamina 0.5 N ajustada a pH 3.5
 Solución 0.1562 N Hidróxido de Sodio. (Solución de Hidróxido de sodio 0.3125 N diluido con agua 1:1)
- 3.2 Equipo: Balanza analítica
 Potenciómetro calibrado escala pH 0 a 14
 Agitador magnético con regulador de velocidad.
- 3.3 Material: Pipeta graduada de 10 mililitros.
 Vidrio de reloj o papel aluminio para cubrir la muestra.
 Pastilla de imán.

 Oliver Meza REVISÓ Supervisor de Aceites	 Marco Gutiérrez AUTORIZÓ Gerente de Planta
---	--

 PROCIMART	DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE ALDEHÍDOS						CÓDIGO I.T.-AS-07
							PÁGINA 2 DE 3
FECHA DE ELABORACIÓN			FECHA DE ACTUALIZACIÓN			NO. REV.	ÁREAS AFECTADAS
DÍA	MES	AÑO	DÍA	MES	AÑO	06	CALIDAD Y PRODUCCIÓN
13	03	2009	23	03	2022		

Vaso de precipitados de 250 mililitros.

Bureta automática.

Reloj.

* La precisión de la balanza y el potenciómetro debe ser verificada

4.2 DESARROLLO:

I. Determinación del contenido de Aldehídos.

1. Pesar en el vaso de precipitados aproximadamente 5 gramos de la muestra de aceite por analizar. Registrar el peso exacto.
2. Medir en la probeta 35 mililitros de la solución de Hidrocloruro de Hidroxilamina y añadirlos al vaso con la muestra.
3. Colocar en el interior del vaso una pastilla de imán, tapar la muestra colocarla en el agitador magnético con agitación moderada por 30 minutos.
4. Una vez transcurridos los 30 minutos, colocar el electrodo en el interior de la muestra y con la ayuda de la pipeta graduada titular con el Hidróxido de Sodio 0.1562 N hasta un pH final de 3.5
5. Debe realizarse el mismo procedimiento con un blanco de reactivos, para tomar la diferencia de mililitros gastados.

4.3 CÁLCULOS, EXPRESIÓN DE RESULTADOS Y REGISTROS:

4.3.1 Cálculos:

$$\% \text{ Aldehídos} = \frac{(M) (\text{mililitros gastados}) (\text{Normalidad del NaOH}) (0.001) \times 100 \%}{\text{Gramos de la muestra}}$$

M= peso molecular del Citral para limón: 152.23 g/mol.

M= peso molecular del Decanal para los otros aceites cítricos: 156.27 g/mol.

4.3.2 Expresión de resultados:

Se reporta hasta el primer decimal (0.X).

4.3.3 Registros: Todos los resultados obtenidos deben ser registrados en los formatos correspondientes.

	
Oliver Meza	Marco Gutiérrez
REVISÓ Supervisor de Aceites	AUTORIZÓ Gerente de Planta

 PROCIMART			DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE ALDEHÍDOS			CÓDIGO I.T.-AS-07
FECHA DE ELABORACIÓN			FECHA DE ACTUALIZACIÓN			PÁGINA 3 DE 3
DÍA	MES	AÑO	DÍA	MES	AÑO	ÁREAS AFECTADAS
13	03	2009	23	03	2022	06 CALIDAD Y PRODUCCIÓN

5.0 DOCUMENTOS RELACIONADOS:

Bibliografía: Citrus Processing Quality Control and Technology. Dan A. Kimball. (1991)

6.0 TABLA DE CAMBIOS Y REVISIONES:

FECHA	REVISIÓN	DESCRIPCIÓN DE LA MODIFICACIÓN
13/03/2009	02	Se reemplaza documento anterior por cambio del encargado de Aseguramiento de Calidad
29/06/2011	03	Se reemplaza documento anterior por cambio al formato ISO 9000
13/04/2017	04	Se actualiza revisión a 2017 y se agregan responsabilidades y alcance de la técnica
23/08/2019	05	Se cambia código de calidad para Aceites y subproductos (CC a AS)
23/03/2022	06	Se agrega en la parte de reactivos muestra de aceite, aromas, esencias o terpenos. Se modifica fórmula para cálculo de aldehídos.

 Oliver Meza REVISO Supervisor de Aceites	 Marco Gutiérrez AUTORIZÓ Gerente de Planta
---	--

 PROCIMART			PRUEBA DE CONGELACIÓN A 4 °C POR 48 HORAS PARA ACEITE			CÓDIGO I.T.-AS-08	
						PÁGINA 1 DE 4	
FECHA DE ELABORACIÓN			FECHA DE ACTUALIZACIÓN			NO. REV.	ÁREAS AFECTADAS
DÍA	MES	AÑO	DÍA	MES	AÑO	06	CALIDAD Y PRODUCCIÓN
13	03	2009	23	03	2022		

1.0 OBJETIVO:

El propósito de esta instrucción es verificar que el aceite se encuentra libre de ceras y para autorizar en conjunto con las pruebas de solubilidad y residuos de evaporación su envasado como producto terminado. En el producto terminado es un parámetro de calidad marcado por el cliente. Aplica al personal de Aseguramiento de Calidad y personal involucrado.

2.0 ALCANCE:

Aceites esenciales coldpressed.

3.0 RESPONSABILIDADES:

Analista de Cromatografía: Tienen la responsabilidad de analizar e informar los resultados obtenidos en tiempo para realizar los cambios necesarios para ajustar el proceso y así poder cumplir con las especificaciones de calidad requeridas, y es responsable de llevar al pie de la letra la técnica analítica

Jefe de Aceites y Subproductos: Tiene la responsabilidad de supervisar que los análisis se estén llevando de acuerdo a lo escrito en la técnica analítica y de realizar las tendencias necesarias para el control de los procesos

4.0 PROCEDIMIENTO:

4.1 MATERIAL, EQUIPO Y REACTIVOS:

4.1 Reactivos: Muestra de Aceite.
Lente de aumento.

4.2 Equipo: N/A

4.3 Material: Botellas de dilución.

 Oliver Meza REVISÓ Supervisor de Aceites	 Marco Gutiérrez AUTORIZÓ Gerente de Planta
---	--

 PROCIMART	PRUEBA DE CONGELACIÓN A 4 °C POR 48 HORAS PARA ACEITE						CÓDIGO I.T.-AS-08
							PÁGINA 2 DE 4
FECHA DE ELABORACIÓN			FECHA DE ACTUALIZACIÓN			NO. REV.	ÁREAS AFECTADAS
DÍA	MES	AÑO	DÍA	MES	AÑO	06	CALIDAD Y PRODUCCIÓN
13	03	2009	23	03	2022		

4.2 DESARROLLO:

1. De la muestra recién tomada de verter un poco de aceite en una botella de dilución previamente lavada y seca, tapar y enjuagar con el aceite. Tirar el aceite y llenar el frasco dejando un espacio, no llenar la botella ya que el aceite al calentarse tiende a expandirse y puede derramarse el contenido durante su almacenamiento en laboratorio. Identificar el frasco para la prueba de congelación.
2. Observar cuidadosamente la muestra, no debe presentar material extraño, en caso de ser así debe repetirse el muestreo del silo. Si aun después de tomar otra muestra se sigue observando material extraño, registrar y dar aviso a Gerencia.
3. Colocar la botella con la muestra en refrigeración a una temperatura de 4 °C por 48 horas.
4. Al cabo de este tiempo, retirar la muestra de refrigeración.
5. Dejar reposar durante 15 a 20 minutos para que la botella no condense agua que pueda dificultar la lectura.
6. Secar el exterior del frasco, asegurándose de no dejar residuos de fibra o papel.
7. Observar la muestra contra la luz para apreciar cualquier material extraño. El frasco debe inclinarse suavemente para observar el fondo al momento que el frasco se invierte (tapa hacia abajo). Usar la lente de aumento en caso de tener duda de la morfología de las partículas observadas.
8. Durante la maniobra verificar la presencia de precipitación, suspensión de ceras, agua u otro material extraño. Utilizar la lente de aumento para ayudarse a diferenciar y definir las características del material presente.

NOTA: Al mismo tiempo de colocar la prueba de congelación a 4 °C por 48 horas se coloca una segunda muestra en el congelador a -18 °C utilizada como prueba confirmatoria de que el aceite está libre de sedimento que precipite a estas temperaturas.

 Oliver Meza REVISÓ Supervisor de Aceites	 Marco Gutiérrez AUTORIZÓ Gerente de Planta
---	--



PROCIMART

PRUEBA DE CONGELACIÓN A 4 °C POR 48 HORAS PARA ACEITE

CÓDIGO
I.T.-AS-08

PÁGINA
3 DE 4

FECHA DE ELABORACIÓN			FECHA DE ACTUALIZACIÓN			NO. REV.	ÁREAS AFECTADAS
DÍA	MES	AÑO	DÍA	MES	AÑO		CALIDAD Y PRODUCCIÓN
13	03	2009	23	03	2022	06	

CARACTERÍSTICAS DEL ACEITE SEGÚN SU COMPORTAMIENTO EN LAS PRUEBAS DE SOLUBILIDAD EN ALCOHOL Y CONGELACIÓN.

Prueba Solubilidad	Prueba congelación	Interpretación.
Turbio al adicionar el alcohol al aceite. Presencia de ceras (24 horas).	Pasa la prueba	Si el aceite pasa la prueba de congelación y al realizar la prueba de solubilidad, al adicionar el alcohol al aceite, la solución se pone turbia, indica que al momento de extraer el aceite la acidez no es suficiente, hay que adicionar concentrado de limón en el proceso. La presencia de sedimento al finalizar las 24 horas se debe a la presencia de materia coloidal insoluble en el alcohol.

Experiencia en Argentina. (Will Korstanje)

1. Si no pasa la prueba de frío, no pasa la prueba de alcohol.

Si pasa la prueba de frío y no pasa la prueba de alcohol es porque hay ceras solubles en aceite que a la temperatura de descenso (cámara de frío) siguen aun solubles. Tiene que ver con la temperatura de la cámara

4.3 CÁLCULOS, EXPRESIÓN DE RESULTADOS Y REGISTROS:

4.3.1 Cálculos: N/A

4.3.2 Expresión de resultados:

PASA: Muestra libre de ceras, aceite limpio sin turbidez.

NO PASA: Si presenta precipitado, suspensión de ceras, agua u otro material extraño.¹ Registrar en el formato correspondiente la razón por la cual se califica como "NO PASA"

Oliver Meza	Marco Gutiérrez
REVISÓ Supervisor de Aceites	AUTORIZÓ Gerente de Planta

 PROCIMART			PRUEBA DE CONGELACIÓN A 4 °C POR 48 HORAS PARA ACEITE			CÓDIGO I.T.-AS-08
						PÁGINA 4 DE 4
FECHA DE ELABORACIÓN		FECHA DE ACTUALIZACIÓN			NO. REV.	ÁREAS AFECTADAS
DÍA	MES	AÑO	DÍA	MES	AÑO	06
13	03	2009	23	03	2022	CALIDAD Y PRODUCCIÓN

4.3.3 Registros: Todos los resultados obtenidos deben ser registrados en los formatos correspondientes

NOTA:

No usar para secar o manipular el material de vidrio, materiales como papel, tela u otros que puedan desprender fibras. Usar bata y evitar prendas de ropa que desprendan fibras cuando se preparen los reactivos y se realice la prueba.

5.0 DOCUMENTOS RELACIONADOS:

Bibliografía: Fruit Juice Processing Technology, Steven Nagy, Chin Shu Chen & Philip E. Shaw (1992)
 Las Operaciones de la Ingeniería de los Alimentos, J.G. Brennan, J.R. Butters, N.D. Cowell, A.E.V. Lilly, Editorial Acribia (1980)

6.0 TABLA DE CAMBIOS Y REVISIONES:

FECHA	REVISIÓN	DESCRIPCIÓN DE LA MODIFICACIÓN
13/03/2009	02	Se reemplaza documento anterior por cambio del encargado de Aseguramiento de Calidad
29/06/011	03	Se reemplaza documento anterior por cambio al formato ISO 9000
13/04/2017	04	Se actualiza revisión a 2015 y se agregan responsabilidades y alcance de la técnica.
23/08/2019	05	Se cambia código de calidad para Aceites y subproductos (CC a AS)
23/03/2022	06	Se modifica el alcance de este instructivo para todos los aceites esenciales.

 Oliver Meza REVISÓ Supervisor de Aceites	 Marco Gutiérrez AUTORIZÓ Gerente de Planta
---	--

	PROCIMART	PRUEBA DE SOLUBILIDAD EN ALCOHOL ETÍLICO AL 95 % PARA ACEITE DE LIMÓN ITALIANO	CÓDIGO I.T.-AS-09
FECHA DE ELABORACIÓN			PÁGINA 1 DE 5
DÍA	MES	AÑO	DÍA
13	03	2009	23
MES	AÑO		NO. REV.
03	2022		06
ÁREAS AFECTADAS			CALIDAD Y PRODUCCIÓN

1.0 OBJETIVO:

El objetivo de esta instrucción es verificar que el aceite se encuentra libre de ceras y para autorizar en conjunto con las pruebas de congelación y residuos de evaporación su envasado como producto terminado. En el producto terminado es un parámetro de calidad marcado por el cliente.

2.0 ALCANCE:

Aceite Esencial Coldpressed de Limón.

3.0 RESPONSABILIDADES:

Analista de Cromatografía: Tienen la responsabilidad de analizar e informar los resultados obtenidos en tiempo para realizar los cambios necesarios para ajustar el proceso y así poder cumplir con las especificaciones de calidad requeridas, y es responsable de llevar al pie de la letra la técnica analítica

Jefe de Aceites y Subproductos: Tiene la responsabilidad de supervisar que los análisis se estén llevando de acuerdo a lo escrito en la técnica analítica y de realizar las tendencias necesarias para el control de los procesos

4.0 PROCEDIMIENTO:

4.1 MATERIAL, EQUIPO Y REACTIVOS:

4.1.1 Reactivos: Muestra de Aceite de limón italiano.
Alcohol etílico al 95 %.
Agua destilada.

4.1.2 Equipo: Baño de recirculación de agua a 25 °C ± 0.5 °C.

4.1.3 Material: Escobillón.
Probeta de vidrio de 50 mililitros con tapón esmerilado.
Vasos de precipitados de 50 mililitros.
Matraz de adoración de vidrio de 500 mililitros con tapón esmerilado.
Frasco reactivo de vidrio de 500 mililitros.
Probeta de 250 mililitros.

	
Oliver Meza	Marco Gutiérrez
REVISÓ Supervisor de Aceites	AUTORIZÓ Gerente de Planta

	PROCIMART	PRUEBA DE SOLUBILIDAD EN ALCOHOL ETÍLICO AL 95 % PARA ACEITE DE LIMÓN ITALIANO						CÓDIGO I.T.-AS-09
								PÁGINA 2 DE 5
FECHA DE ELABORACIÓN			FECHA DE ACTUALIZACIÓN			NO. REV.	ÁREAS AFECTADAS	
DÍA	MES	AÑO	DÍA	MES	AÑO	06	CALIDAD Y PRODUCCIÓN	
13	03	2009	23	03	2022			

4.2 DESARROLLO:

- I. Prueba de solubilidad.
1. Preparar el material de vidrio
 2. En una probeta previamente limpia y seca colocar 10 mililitros de agua destilada y llevar a 40 mililitros con el alcohol etílico al 95%. Identificar la probeta como testigo.
 3. Descartar el testigo si presenta cualquier partícula extraña. Repetir el procedimiento, verificando cuidadosamente que la contaminación no proceda del reactivo o material empleado. En caso de que el material extraño sea evidente en la repetición del testigo, preparar un reactivo nuevo.
 4. Limpiar cuidadosamente la tapa y frasco ámbar donde se tomó la muestra del silo retirando agua, o fibras, del frasco transferir usando un vaso de precipitados de 50 mililitros limpio, seco y pre enjuagado con la muestra de aceite a una probeta de 50 mililitros hasta la marca de 10 mililitros.
 5. Del frasco reactivo tomar con un vaso de precipitados de 50 mililitros limpio, seco y pre enjuagado con el alcohol al 95% adicionar el alcohol a la probeta que contiene los 10 mililitros de la muestra de aceite hasta llevarlo a la marca de 40 mililitros.
 6. Mezclar el contenido. Dejar reposar un par de minutos, y observar el contenido.
 7. Registrar el resultado de la observación como: claro, presencia de precipitado o floculante (ejemplos: claro con ligera precipitación, muy ligera turbidez con moderada floculación). Cualquier aspecto extraño al adicionar el alcohol al aceite nos indica que existen ceras y que el proceso de centrifugación durante la obtención del aceite no fue eficiente.
 8. Descartar la prueba si presenta cualquier otra partícula extraña que no corresponda a las descripciones anteriores. Repetir el procedimiento, verificando cuidadosamente que la contaminación no proceda del reactivo o material empleado. En caso de que el material extraño sea evidente en la repetición, registrar las características del mismo en la bitácora y en el formato de análisis correspondiente.

 Oliver Meza REVISÓ Supervisor de Aceites	 Marco Gutiérrez AUTORIZÓ Gerente de Planta
---	---

	PROCIMART	PRUEBA DE SOLUBILIDAD EN ALCOHOL ETÍLICO AL 95 % PARA ACEITE DE LIMÓN ITALIANO	CÓDIGO I.T.-AS-09
FECHA DE ELABORACIÓN			PÁGINA 3 DE 5
DÍA	MES	AÑO	DÍA
13	03	2009	23

- FECHA DE ACTUALIZACIÓN NO. REV.
- | | | | | |
|-----|------|-----|------|----------|
| MES | AÑO | MES | AÑO | NO. REV. |
| 03 | 2009 | 03 | 2022 | 06 |
- ÁREAS AFECTADAS CALIDAD Y PRODUCCIÓN
9. Colocar la probeta con la muestra y la probeta con el testigo en el baño de agua a 20 °C asegurándose de que el nivel del contenido de las mismas esté ligeramente abajo del nivel del agua en el baño.
 10. Después de 24 horas, cuidadosamente remueva la probeta y registre la claridad.
 11. Agite ligeramente la muestra y registre ayudándose con la lámpara y la lente de aumento la presencia de precipitado o floculantes. Note cualquier cambio significativo en la apariencia. En caso de presentar material extraño compararlo contra el testigo.
 12. Retire la probeta con el testigo de reactivos y observe cuidadosamente su aspecto. Si presenta algún tipo de material extraño verificar si corresponde al encontrado en la muestra.

NOTA:

Si el testigo no presenta material extraño y la muestra si, debe repetirse el procedimiento con otra muestra recién tomada antes de rechazar o aprobar el aceite

CARACTERÍSTICAS DEL ACEITE SEGÚN SU COMPORTAMIENTO EN LAS PRUEBAS DE SOLUBILIDAD EN ALCOHOL Y CONGELACIÓN.

Prueba Solubilidad	Prueba congelación	Interpretación.
Turbio al adicionar el alcohol al aceite.	Pasa la prueba	Si el aceite pasa la prueba de congelación y al realizar la prueba de solubilidad, al adicionar el alcohol al aceite, la solución se pone turbia, indica que al momento de extraer el aceite la acidez no es suficiente, hay que adicionar concentrado de limón en el proceso.
Presencia de ceras (24 horas).		La presencia de sedimento al finalizar las 24 horas se debe a la presencia de materia coloidal insoluble en el alcohol.

Experiencia en Argentina. (Will Korstanje)

	
Oliver Meza	Marco Gutiérrez
REVISÓ Supervisor de Aceites	AUTORIZÓ Gerente de Planta

	PROCIMART	PRUEBA DE SOLUBILIDAD EN ALCOHOL ETÍLICO AL 95 % PARA ACEITE DE LIMÓN ITALIANO	CÓDIGO I.T.-AS-09
			PÁGINA 4 DE 5
FECHA DE ELABORACIÓN	FECHA DE ACTUALIZACIÓN	NO. REV.	ÁREAS AFECTADAS
DÍA MES AÑO	DÍA MES AÑO	06	CALIDAD Y PRODUCCIÓN

DÍA	MES	AÑO	DÍA	MES	AÑO
13	03	2009	23	03	2022

1. Si no pasa la prueba de frío, no pasa la prueba de alcohol.

Si pasa la prueba de frío y no pasa la prueba de alcohol es porque hay ceras solubles en aceite que a la temperatura de descerado (cámara de frío) siguen aun solubles. Tiene que ver con la temperatura de la cámara

4.3 CÁLCULOS, EXPRESIÓN DE RESULTADOS Y REGISTROS:

4.3.1 Cálculos: N/A

4.3.2 Expresión de resultados:

PASA: Muestra libre de ceras, aceite limpio sin turbidez.

NO PASA: Presencia de exceso de turbidez o precipitado. Registrar en el formato correspondiente la razón por la cual se califica como "NO PASA"

4.3.3 Registros: Todos los resultados obtenidos deben ser registrados en los formatos correspondientes

5.0 DOCUMENTOS RELACIONADOS:

Bibliografía: Fruit Juice Processing Technology, Steven Nagy, Chin Shu Chen & Philip E. Shaw (1992)

Lange's Handbook of Chemistry 10 edition, McGraw-Hill Book Company (1967).

The Essential Oils, Authors Of Chapters Ernest Guenther Vice president and Technical Director of Fritzsche Brothers Inc., New York A.j. Haagent- Smit, Ph.d Bio.Organic, Volume I Van Nostrand Reinhold

 Oliver Meza REVISÓ Supervisor de Aceites	 Marco Gutiérrez AUTORIZÓ Gerente de Planta
---	---



PROCIMART

PRUEBA DE SOLUBILIDAD EN ALCOHOL ETÍLICO
AL 95 % PARA ACEITE DE LIMÓN ITALIANO

CÓDIGO
I.T.-AS-09

PÁGINA
5 DE 5

FECHA DE ELABORACIÓN			FECHA DE ACTUALIZACIÓN			NO. REV.	ÁREAS AFECTADAS
DÍA	MES	AÑO	DÍA	MES	AÑO	06	CALIDAD Y PRODUCCIÓN
13	03	2009	23	03	2022		

6.0 TABLA DE CAMBIOS Y REVISIONES:

FECHA	REVISIÓN	DESCRIPCIÓN DE LA MODIFICACIÓN
13/03/2009	02	Se reemplaza documento anterior por cambio del encargado de Aseguramiento de Calidad
29/09/2011	03	Se reemplaza documento anterior por cambio al formato ISO 9000
18/04/2017	04	Se actualiza revisión a 2015 y se agregan responsabilidades alcance de la técnica.
23/08/2019	05	Se cambia código de calidad para Aceites y subproductos (CC a AS)
23/03/2022	06	Revisión del sistema

Oliver Meza

REVISÓ
Supervisor de Aceites

Marco Gutiérrez

AUTORIZÓ
Gerente de Planta

 PROCIMART			DETERMINACIÓN DE RESIDUOS DE EVAPORACIÓN			CÓDIGO I.T.-AS-10
FECHA DE ELABORACIÓN			FECHA DE ACTUALIZACIÓN			PÁGINA 1 DE 3
DÍA	MES	AÑO	DÍA	MES	AÑO	ÁREAS AFECTADAS
13	03	2009	23	03	2022	06 CALIDAD Y PRODUCCIÓN

1.0 OBJETIVO:

El residuo después de la evaporación de los componentes volátiles de los productos de aceites tiene una tendencia a estabilizar el aceite contra la oxidación, una de las causas principales de la deterioración del aceite. Por esta razón, la cantidad del residuo de evaporación puede servir como estimación de la estabilidad a la oxidación del aceite. El residuo de evaporación generalmente aumenta con la madurez de la fruta, así como con el tiempo de almacenaje de la fruta antes de procesarla.

2.0 ALCANCE:

Aceites Esenciales Coldpressed de limón, lima, naranja, toronja y mandarina

3.0 RESPONSABILIDADES:

Analista de Cromatografía: Tienen la responsabilidad de analizar e informar los resultados obtenidos en tiempo para realizar los cambios necesarios para ajustar el proceso y así poder cumplir con las especificaciones de calidad requeridas, y es responsable de llevar al pie de la letra la técnica analítica
Jefe de Aceites y Subproductos: Tiene la responsabilidad de supervisar que los análisis se estén llevando de acuerdo a lo escrito en la técnica analítica y de realizar las tendencias necesarias para el control de los procesos

4.0 PROCEDIMIENTO:

4.1 MATERIAL, EQUIPO Y REACTIVOS:

4.1.1 Reactivos: N/A

4.1.2 Equipo: Balanza analítica
Estufa a 100 -105 °C

4.1.3 Material: Pipeta graduada de 5 mililitros.
Caja Petri.
Pinzas para caja Petri.
Desecador provisto de carbonato de calcio como desecante (o silicea gel)

* La precisión de la balanza debe ser verificada

 Oliver Meza REVISO Supervisor de Aceites	 Marco Gutiérrez AUTORIZÓ Gerente de Planta
---	--

	PROCIMART	DETERMINACIÓN DE RESIDUOS DE EVAPORACIÓN			CÓDIGO I.T.-AS-10
		PÁGINA 2 DE 3			
FECHA DE ELABORACIÓN		FECHA DE ACTUALIZACIÓN		NO. REV.	ÁREAS AFECTADAS
DÍA	MES	AÑO	DÍA	MES	AÑO
13	03	2009	23	03	2022
				06	CALIDAD Y PRODUCCIÓN

4.2 DESARROLLO:

- Identificar la caja petri con un marcador e introducirla a la estufa a 100 -105 °C por espacio de 2 horas, para secarla. Al cabo de este tiempo se saca con ayuda de las pinzas y se introduce al desecador mientras se enfria por espacio de 20 a 30 minutos.
- Utilizando la balanza analítica se pesa la caja petri, la cual se toma del desecador con la ayuda de las pinzas. Se registra el peso. P₁
- Se tara la balanza analítica aun con la caja petri en ella y con ayuda de la pipeta de 3 mililitros se añaden 3 mililitros de aceite de la muestra. Se registra el peso de los 3 mililitros de la muestra. P₂
- Colocar en la estufa a 100 -105 °C por 4 horas.
- Finalizado el secado en la estufa, se toma la caja con ayuda de las pinzas y se introduce al desecador mientras se enfria durante 20 a 30 minutos.
- Con ayuda de las pinzas se pesa la caja petri en la balanza analítica y se registra este peso. P₃

4.3 CÁLCULOS, EXPRESIÓN DE RESULTADOS Y REGISTROS:

4.1.1 Cálculos: % residuos de evaporación = $\frac{(\text{peso residuo } P_3 - \text{peso caja } P_1) \times 100}{\text{Peso muestra } P_2}$

$$\text{Miligramos en 3 mililitros} = \frac{(\text{peso residuo } P_3 - \text{peso caja } P_1) \times 1000}{\text{Peso muestra } P_2}$$

4.1.2 Expresión de resultados:

% de residuos de evaporación se reporta hasta el primer decimal (0.X).

Miligramos en 3 mililitros se reporta sin decimales, números enteros (0)

4.1.3 Registros: Todos los resultados obtenidos deben ser registrados en los formatos correspondientes

	
Oliver Meza	Marco Gutiérrez
REVISÓ Supervisor de Aceites	AUTORIZÓ Gerente de Planta

**PROCIMART**DETERMINACIÓN DE RESIDUOS DE
EVAPORACIÓNCÓDIGO
I.T.-AS-10PÁGINA
3 DE 3

FECHA DE ELABORACIÓN			FECHA DE ACTUALIZACIÓN			NO. REV.	ÁREAS AFECTADAS
DÍA	MES	AÑO	DÍA	MES	AÑO		
13	03	2009	23	03	2022	06	CALIDAD Y PRODUCCIÓN

5.0 DOCUMENTOS RELACIONADOS:

Bibliografía: Citrus Processing Quality Control and Technology. Dan A. Kimball. (1991)

6.0 TABLA DE CAMBIOS Y REVISIONES:

FECHA	REVISIÓN	DESCRIPCIÓN DE LA MODIFICACIÓN
13/03/2009	02	Se reemplaza documento anterior por cambio del encargado de Aseguramiento de Calidad
29/06/2011	03	Se reemplaza documento anterior por cambio al formato ISO 9000
18/04/2017	04	Se actualiza revisión a 2015 y se agregan responsabilidades y alcance de la técnica.
23/08/2019	05	Se cambia código de calidad para Aceites y subproductos (CC a AS)
23/03/2022	06	Revisión del Sistema

Oliver Meza	Marco Gutiérrez
REVISÓ Supervisor de Aceites	AUTORIZÓ Gerente de Planta

 PROCIMART			LIBERACIÓN DEL PRODUCTO (ACEITES)				CÓDIGO I.T.-AS-11
							PÁGINA 1 DE 2
FECHA DE ELABORACIÓN			FECHA DE ACTUALIZACIÓN			NO. REV.	ÁREAS AFECTADAS
DÍA	MES	AÑO	DÍA	MES	AÑO	03	CALIDAD
30	03	2012	23	03	2022		

1.0 OBJETIVO:

Estandarizar la forma de liberación del producto (Aceites) y evitar que se envase producto como no conforme.

2.0 ALCANCE:

Aceites Destilados, Coldpressed, Aroma, Esencia y Terpenos.

3.0 RESPONSABILIDADES:

Analista de Cromatografía: Tiene la responsabilidad de tomar en tiempo y en forma correcta la muestra y correr las pruebas para la liberación del envasado, así como también la correcta interpretación de los resultados y de dar las indicaciones adecuadas al operador de aceite.

Jefe de Aceites y Subproductos: Tiene la responsabilidad de supervisar que se esté llevando el procedimiento de acuerdo a lo escrito.

4.0 PROCEDIMIENTO:

4.1 REACTIVOS, EQUIPOS Y MATERIAL:

- Muestreador de acero inoxidable
- Probetas 50 ml con tapón esmerilado
- Frascos lecheros
- Microscopio

4.2 Liberación de producto terminado

1. Una vez lleno el tanque se dejará agitando el producto por 30 minutos y se dejará en competo reposo por un espacio de 4 horas.

2. Despues de haber transcurrido las 4 horas del reposo. Con el muestreador de inoxidable se tomará una muestra de aproximadamente 500 ml. Esta se hará sumergiendo el muestreador lo más posible dentro del producto para hacer la muestra más representativa.

 Oliver Meza REVISO Supervisor de Aceites	 Marco Gutiérrez AUTORIZÓ Gerente de Planta
---	---

 PROCIMART			LIBERACIÓN DEL PRODUCTO (ACEITES)				CÓDIGO I.T.-AS-11
							PÁGINA 2 DE 2
FECHA DE ELABORACIÓN			FECHA DE ACTUALIZACIÓN			NO. REV.	ÁREAS AFECTADAS
DÍA	MES	AÑO	DÍA	MES	AÑO	03	CALIDAD
30	03	2012	23	03	2022		

3. Con la muestra en el laboratorio. Se pondrán pruebas de solubilidad y congelación según I.T.-AS-08, I.T.-AS-09. Para liberar los lotes de aceite de Limón.

4. Al termino del tiempo correspondiente para cada muestra, su análisis será visual en ambos casos, se observará el fondo de la probeta y de los frascos lecheros si su apariencia cumple con los estándares de calidad se libera, o en su defecto si presenta alguna precipitación se revisará con el microscopio para determinar el hallazgo, en base a los resultados y a las especificaciones del cliente se decide si se le da Vo.Bo. Al tanque pre-loteo para su liberación y envasado.

5. Con el Vo.Bo. del tanque pre-loteo, se da luz verde al envasado de aceite de acuerdo el procedimiento P-AS-01.

6. En dado caso que el producto quede como no conforme se debe ver la disposición según lo indica la tabla de producto no conforme aceites, aromas y esencias.

5.0 DOCUMENTOS RELACIONADOS:

I.T.-AS-09 Prueba de solubilidad en alcohol etílico al 95 % para aceite de limón italiano

I.T.-AS-08 Prueba de congelación a 4 °C por 48 horas en aceite

P-AS-01 Envasado de aceite en tambores cerrados

T-PAC-05 Disposición de producto No conforme Aceites, Aromas y Esencias

6.0 TABLA DE CAMBIOS Y REVISIONES:

FECHA	REVISIÓN	DESCRIPCIÓN DE LA MODIFICACIÓN
19/04/2017	01	Se actualiza revisión a 2015 y se agregan responsabilidades y alcance de la técnica.
23/08/2019	02	Se cambia código de calidad para Aceites y subproductos (CC a AS).
23/03/2022	03	Revisión del Sistema.

 Oliver Meza	 Marco Gutiérrez
REVISO Supervisor de Aceites	AUTORIZÓ Gerente de Planta



PROCIMART

PREPARACIÓN DE MUESTRAS PARA ANÁLISIS
DE AGROQUÍMICOS

CÓDIGO
I.T.-AS-12

PÁGINA
1 DE 3

FECHA DE ELABORACIÓN			FECHA DE ACTUALIZACIÓN			NO. REV.	ÁREAS AFECTADAS
DÍA	MES	AÑO	DÍA	MES	AÑO	03	CALIDAD Y PRODUCCIÓN
30	03	2014	23	03	2022		

1.0 OBJETIVO:

El propósito de esta instrucción es lograr la correcta preparación de las muestras para la inyección en el cromatógrafo de gases, así como también lograr la repetitividad y reproducibilidad de los resultados.

2.0 ALCANCE:

Liberación de producto terminado de aceites, aromas, esencias y terpenos libres de pesticidas.

3.0 RESPONSABILIDADES:

Analista de Cromatografía: Tiene la responsabilidad de muestrear de manera correcta el aceite para su posterior tratamiento y análisis en el Cromatógrafo de Gases.

Jefe de Aceites y Subproductos: Tiene la responsabilidad de revisar periódicamente que los procedimientos se lleven al pie de la letra, así como también la implementación de mejoras en la técnica analítica en base a estimaciones estadísticas de incertidumbre, repetitividad y reproducibilidad.

4.0 PROCEDIMIENTO:

4.1 REACTIVOS, EQUIPO Y MATERIAL:

4.1 Reactivos*: Alcohol etílico absoluto grado HPLC.
Muestra de aceite esencial.

4.2 Equipo: GC-MSD.
Refrigerador.
Vortex
Computadora.
Calculadora de funciones básicas.
Lentes de seguridad.

4.3 Material: Tubos de ensayo.
Embudos de vidrio.
Papel filtro.
Matraz de aforado de 10ml.
Pipetas graduadas de 1ml.
Viales de 1.5ml.
Guantes de nitrilo
Marcador.

Oliver Meza	Marco Gutiérrez
REVISO Supervisor de Aceites	AUTORIZÓ Gerente de Planta



PROCIMART

PREPARACIÓN DE MUESTRAS PARA ANÁLISIS
DE AGROQUÍMICOS

CÓDIGO
I.T.-AS-12

PÁGINA
2 DE 3

FECHA DE ELABORACIÓN			FECHA DE ACTUALIZACIÓN			NO. REV.	ÁREAS AFECTADAS
DÍA	MES	AÑO	DÍA	MES	AÑO	03	CALIDAD Y PRODUCCIÓN
30	03	2014	23	03	2022		

* Consultar las hojas de seguridad de los reactivos involucrados en la preparación. (MSD)

4.2 DESARROLLO:

1. Las muestras destinadas para análisis tienen que ponerse en un tubo de ensayo, identificarla con los datos de la muestra (producto, procedencia, fecha) y colocarla en congelación para su descerado por 12 horas a -18 °C, esto para que se precipiten las ceras, agua o material extraño antes de ser injectado en el cromatógrafo, las muestras obtenidas de los lotes ya envasados no es necesario que se realice este paso puesto que ya vienen libre de material extraño y el aceite se encuentra descerado.
2. Una vez sedimentada la muestra, se filtrará con la ayuda de un papel filtro nº 4 y un embudo de vidrio directamente a otro tubo de ensayo previamente identificado con los datos de la muestra, esta maniobra se realizará en frio es decir dentro la nevera.
3. Cuando la muestra sea de un lote o de silos de decantación no se harán los pasos anteriores ya que este aceite está libre de ceras.
4. Una vez obtenido el aceite se atempera a 20 °C y se ponen en un vial 1.5 ml (previamente identificados) para su análisis por el método de PESTICIDAS, AZOXYSTROBIN y SOLVENTES (estos métodos se encuentran ya cargados y calibrados en el software del equipo GC/MSD).
5. Un cuarto método es el análisis de PERFIL para injectar la muestra esta tiene que estar al 10% V/V, esto se realiza tomando 1 ml de aceite ya descerado o loteado y se adiciona en un matraz aforado de 10 ml, posteriormente se agrega Etanol grado HPLC hasta la línea de aforo del matraz y se agita la muestra en el Vortex para su mezclado.
6. Se coloca la muestra de aceite esencial al 10% en un vial de 1.5 ml o la muestra de aceite descerado (previamente identificado), se pone en el inyector automático.
7. Debemos recordar que antes de pasar datos al software del equipo tenemos que registrar todos los datos en la bitácora de análisis para facilitar la localización de nuestra corrida en el equipo, se corren las muestras en el cromatógrafo por el método ya establecido, se crea archivo donde se va a recopilar la información de la muestra.
8. Siempre antes de cualquier corrida de muestras en el cromatógrafo de gases debemos corroborar que los depósitos de hexano para la limpieza de la jeringa esta con nivel indicado para evitar que se nos contaminen nuestras muestras con alguna de muestra anterior, los depósitos ya llenos con el hexano desecharlo deberán de ser vaciados en el contenedor para residuos peligrosos.

Oliver Meza	Marco Gutiérrez
REVISO Supervisor de Aceites	AUTORIZÓ Gerente de Planta

	PROCIMART	PREPARACIÓN DE MUESTRAS PARA ANÁLISIS DE AGROQUÍMICOS						CÓDIGO I.T.-AS-12
								PÁGINA 3 DE 3
FECHA DE ELABORACIÓN			FECHA DE ACTUALIZACIÓN			NO. REV.	ÁREAS AFECTADAS	
DÍA	MES	AÑO	DÍA	MES	AÑO	03	CALIDAD Y PRODUCCIÓN	
30	03	2014	23	03	2022			

5.0 DOCUMENTOS RELACIONADOS:

- I.T.-BPL-04 Bitácora.
 T-BPL-01 Reactivos y soluciones analíticas, identificación y almacén.
 I.T. -BPL-03 Control de registros de Calidad.
 Limpieza de material de Cromatografía.
 MSDS de reactivos y agroquímicos

6.0 TABLA DE REVISIONES:

FECHA	REVISIÓN	DESCRIPCIÓN DE LA MODIFICACIÓN
19/04/2017	01	Se actualiza revisión a 2015 y se agregan responsabilidades y alcance de la técnica
23/08/2019	02	Se cambia código de calidad para Aceites y subproductos (CC a AS)
23/03/2022	03	Se anexa desarrollo para el método de PERFIL y se modifica el procedimiento.

	
Oliver Meza	Marco Gutiérrez
REVISÓ Supervisor de Aceites	AUTORIZÓ Gerente de Planta

	PROCIMART	PREPARACIÓN DE SOLUCIONES MADRE Y CALIBRACIÓN DE GC - MS						CÓDIGO I.T.-AS-13
								PÁGINA 1 DE 4
FECHA DE ELABORACIÓN			FECHA DE ACTUALIZACIÓN			NO. REV.	ÁREAS AFECTADAS	
DÍA	MES	AÑO	DÍA	MES	AÑO	O3	CALIDAD Y PRODUCCIÓN	
30	03	2014	23	03	2022			

1.0 OBJETIVO:

El propósito de esta instrucción es lograr la correcta preparación de las muestras para la inyección en el cromatógrafo de gases, así como también lograr la repetitividad y reproducibilidad de los resultados y la preservación de los equipos analíticos.

2.0 ALCANCE:

Investigación de pesticidas en aceites, aromas, esencia y terpenos

3.0 RESPONSABILIDAD:

Analista de Cromatografía: Tiene la responsabilidad de seguir al pie de la letra las instrucciones de la técnica analítica utilizando el equipo de seguridad necesario para poder llevarla a cabo

Jefe de Aceites y Subproductos: Tiene la responsabilidad de revisar periódicamente que los procedimientos se lleven al pie de la letra, así como también la implementación de mejoras en la técnica analítica en base a estimaciones estadísticas de incertidumbre, repetitividad y reproducibilidad y es el responsable de realizar las curvas de calibraciones del equipo para validar la confiabilidad de los resultados obtenidos.

4.0 PROCEDIMIENTO:

4.1 REACTIVOS, EQUIPO Y MATERIAL:

4.1.1 Reactivos: Aceite de limón orgánico descerado
Estándares puros*.

4.1.2 Equipo: Balanza analítica METTLER AE260**.
Refrigerador.
Mascarilla de gases.
Vortex.
GC-MS

4.1.3 Material***: Matraz de aforado de 10ml, 20ml, 50ml.
Espátulas de acero inoxidable.
Pipetas graduadas de 1ml.
Jeringa de vidrio con cánula de 1ml.
Guantes de nitrilo
Papel desechable.

	
Oliver Meza	Marco Gutiérrez
REVISO Supervisor de Aceites	AUTORIZÓ Gerente de Planta

	PROCIMART	PREPARACIÓN DE SOLUCIONES MADRE Y CALIBRACIÓN DE GC - MS						CÓDIGO I.T.-AS-13
								PÁGINA 2 DE 4
FECHA DE ELABORACIÓN			FECHA DE ACTUALIZACIÓN			NO. REV.	ÁREAS AFECTADAS	
DÍA	MES	AÑO	DÍA	MES	AÑO	03	CALIDAD Y PRODUCCIÓN	
30	03	2014	23	03	2022			

* Consultar las hojas de seguridad de los reactivos involucrados en la preparación. (MSD). Según se indica en la instrucción de trabajo I.T.-BPL-04.

**La precisión de la balanza debe ser verificada según I.T.-PCC-07

***La limpieza del material debe ser verificada según I.T.-BPL-03.

4.2 DESARROLLO:

1. Colocarse guantes y mascarilla de gases antes de iniciar la actividad.
2. Sacar del refrigerador los estándares puros de los agroquímicos que se necesitaran.
3. Colocar el estándar a preparar a un costado de la balanza sobre papel desechable, esto como medida de prevención en caso de que se llegara a derramar accidentalmente.
4. Para realizar la solución madre de 500 PPM, pesar en el matraz de aforado de 20 ml, 0,01 gr. con ayuda de una espátula o una jeringa de vidrio con cánula, dependiendo de la naturaleza del estándar a preparar. Registrar el peso exacto para obtener el valor real.
5. Diluir el estándar con aceite de limón orgánico descerado.
6. Adicionar poco a poco al matraz aforado el aceite (vaciado de matraz a matraz), con ayuda del vortex agitar hasta que el estándar se halla disuelto por completo, en caso de ser necesario que el estándar no se disuelva calentar a baño maría, una vez que se disuelva dejar enfriar hasta que la temperatura haya llegado a 20 °C aforar con el aceite.

Las soluciones madre son estables de 3 a 6 meses dependiendo del estándar puro, podrán ser utilizadas, siempre revisando que no presenten algún cambio en su apariencia, si lo presentan deben prepararse de nuevo. Deben mantenerse en refrigeración.

4.2.1 PREPARACIÓN DE ESTÁNDARES DE CURVA DE CALIBRACION

ELABORACIÓN DE ESTÁNDAR DE 10ppm

En un matraz de aforado de 50ml, adicionar 1ml de cada una de las soluciones madre preparadas (deben estar a 20 °C) y llevarlo hasta los 50ml con el aceite de limón orgánico. Mezclar el contenido.

	
Oliver Meza	Marco Gutiérrez
REVISO Supervisor de Aceites	AUTORIZÓ Gerente de Planta



PROCIMART

**PREPARACIÓN DE SOLUCIONES MADRE Y
CALIBRACIÓN DE GC - MS**

CÓDIGO
I.T.-AS-13

PÁGINA
3 DE 4

FECHA DE ELABORACIÓN			FECHA DE ACTUALIZACIÓN			NO. REV.	ÁREAS AFECTADAS
DÍA	MES	AÑO	DÍA	MES	AÑO	03	CALIDAD Y PRODUCCIÓN
30	03	2014	23	03	2022		

ELABORACIÓN DE ESTÁNDAR DE 2ppm

En un matraz de aforado de 10ml, adicionar 2ml del estándar de 10ppm y llevarlo hasta los 10ml con aceite. Mezclar el contenido.

Para la elaboración de los estándares de la curva de calibración, tomar como referencia la siguiente tabla:

DEL ESTÁNDAR DE	PARA HACER	TOMAR	ADICIONAR A UN MATRAZ DE	AFORAR A:
2ppm	0.20 ppm	5ml	50ml	50ml (Mezclar)
0.20 ppm	0.12 ppm	6ml	10ml	10ml (Mezclar)
0.20 ppm	0.10ppm	5ml	10ml	10ml (Mezclar)
0.20 ppm	0.08 ppm	4ml	10ml	10ml (Mezclar)
0.20 ppm	0.04 ppm	2ml	10ml	10ml (Mezclar)
0.20 ppm	0.02 ppm	1ml	10ml	10ml (Mezclar)

Cada vez que se vallan a usar estándares de calibración, debe revisarse que no presenten algún cambio en su apariencia, si lo presentan deberá volverse a preparar. Los estándares de curva de calibración deben mantenerse en refrigeración.

Todos los matraces con la curva de calibración deben de identificarse con las PPM correspondientes y la fecha de preparación.

CALIBRACION DEL EQUIPO DE GASES – MASAS

1. Las curvas de calibración se deben de realizar cada 3 meses dependiendo de la temporada.
2. El analista deberá correr las muestras ya preparadas de los estándares.
3. Las muestras deben correrse empezando con la muestra de aceite de limón orgánico que se usó para diluir las soluciones preparadas como blanco.
4. Seguido de ello se empieza en orden ascendente, es decir empezamos con la concentración más baja hasta llegar a la más alta de nuestra curva, las inyecciones de las diferentes soluciones se deberán inyectar por duplicado, todas las muestras deben ser corridas en el método correspondiente.
5. Al finalizar se debe correr una muestra de 10 ppm de nuestros agroquímicos para corroborar que nuestros tiempos de retención no se hayan movido, de lo contrario se tendrá que hacer ajustes en los tiempos de retención.
6. Se abre en el software el (data analisys) y se localiza el nombre del archivo con el que guardo la curva de calibración con la ayuda de la bitácora de análisis de GS-MS.
7. La primera de nuestras corridas en abrir será la de 10 PPM para localizar los tiempos de retención y registrarlos.

Oliver Meza	Marco Gutiérrez
REVISO Supervisor de Aceites	AUTORIZÓ Gerente de Planta



PROCIMART

**PREPARACIÓN DE SOLUCIONES MADRE Y
CALIBRACIÓN DE GC - MS**

**CÓDIGO
I.T.-AS-13**

**PÁGINA
4 DE 4**

FECHA DE ELABORACIÓN			FECHA DE ACTUALIZACIÓN			NO. REV.	ÁREAS AFECTADAS
DÍA	MES	AÑO	DÍA	MES	AÑO	03	CALIDAD Y PRODUCCIÓN
30	03	2014	23	03	2022		

8. Una vez registrados los tiempos se abre la corrida con la concentración más baja y se le da CALCULATE seguido de INTEGRATE al colocar estas funciones se pondrán todos los tiempos de retención sobre los picos localizados.
9. Se selecciona INTEGRATION RESULTS aparecerá una ventana con los tiempos de retención de todos los picos integrados, localizamos los tiempos de retención que obtuvimos de nuestros agroquímicos y anotaremos en el formato el AREA correspondiente, iniciando con todos los agroquímicos de la concentración más baja y así hasta llegar a la más alta.
10. Una vez teniendo concentrados todas las áreas de nuestra curva, se revisará nuestra muestra de aceite que se usó como blanco el mismo procedimiento, solo que tendremos que verificar pico por pico que cada agroquímico corresponda a los iones reales de cada agroquímico con la ayuda de la biblioteca del Software.
11. Teniendo registrados los datos de las área de los agroquímicos encontrados en esta muestra se procederá a restar esta área a cada una de las áreas de las concentraciones de nuestra curva de calibración, esto se realiza ya que nuestra matriz de aceite (blanco) no se encuentra libre de pesticidas y tenemos que dejar los datos sin los agroquímicos que vienen incluidos en nuestra matriz.
12. Estos datos son capturados en el software del equipo para obtener nuestra grafica de linealidad y debemos de tener un coeficiente de correlación para cada agroquímico superior a 0.995, de lo contrario se tiene que revisar el equipo para eliminar suciedades posibles contaminaciones por fugas de aire, etc, y volver a realizar el procedimiento.

5.0 DOCUMENTOS RELACIONADOS:

Bitácora.

I.T.-BPL-04 Reactivos y soluciones analíticas, identificación y almacén.

I.T-BPL-05 Control de documentos y datos de laboratorio.

T-BPL-01 Control de registros de Calidad.

MSDS de reactivos y Agroquímicos

6.0 TABLA DE CAMBIOS Y REVISIONES:

FECHA	REVISIÓN	DESCRIPCIÓN DE LA MODIFICACIÓN
19/04/2017	01	Se actualiza revisión a 2017 y se agregan responsabilidades y alcance de la técnica
23/08/2019	02	Se cambia código de calidad para Aceites y subproductos (CC a AS)
23/03/2022	03	Revisión del Sistema

Oliver Meza	Marco Gutiérrez
REVISO Supervisor de Aceites	AUTORIZÓ Gerente de Planta

 PROCIMART	DETERMINACIÓN DEL COLOR Y SABOR EN EL ACEITE						CÓDIGO I.T.-AS-14
							PÁGINA 1 DE 3
FECHA DE ELABORACIÓN			FECHA DE ACTUALIZACIÓN			NO. REV.	ÁREAS AFECTADAS
DÍA	MES	AÑO	DÍA	MES	AÑO	02	CALIDAD
01	06	2017	23	03	2022		

1.0 OBJETIVO:

Evaluar de manera correcta el sabor y color en los aceites esenciales, cumpliendo con las especificaciones del cliente.

2.0 ALCANCE:

Aceite de Limón, Lima, Naranja, Mandarina y Toronja

3.0 RESPONSABILIDADES:

Analista de Cromatografía: Tiene la responsabilidad de analizar e informar los resultados obtenidos en tiempo para realizar los cambios necesarios para ajustar el proceso y así poder cumplir con las especificaciones de calidad requeridas.

Jefe de Aceites y Subproductos: Tiene la responsabilidad de realizar las mezclas necesarias y así dejar dentro de parámetros de calidad el producto elaborado.

4.0 PROCEDIMIENTO:

1.1 FUNDAMENTO:

En ausencia de métodos directos para medir el sabor, la evaluación sensorial de las frutas frescas y los productos terminados provee un método práctico y rápido para la calidad.

Es especialmente importante dar la debida consideración a la fruta usada en a fin de controlar el sabor y otras propiedades de los productos. Fruta muy inmadura puede impartir el sabor a "fruta verde", mientras que fruta almacenada por largo tiempo puede impartir un sabor sobre maduro o rancio. Cuando cualquiera de estas u otras condiciones indeseables prevalecen, tal fruta debe ser derivada para otros usos. Otro problema se presenta durante la selección de la fruta, sobre todo para eliminar aquella que esta dañada por Aternaria que es un hongo que crece internamente y no es visible en el exterior, (normalmente esta fruta presenta un color más anaranjado) y otros tipos de hongos ya que afectan el sabor.

El tipo metal empleado en la fabricación del equipo que está en contacto con el producto, juega un papel muy importante en el desarrollo de productos, ya que es muy sensible a la contaminación con cobre, hierro y otros metales, desarrollando color encafesido y sabores desagradables. El equipo debe estar construido con acero inoxidable No. 316 o No. 320

 Oliver Meza REVISÓ Supervisor de Aceites	 Marco Gutiérrez AUTORIZÓ Gerente de Planta
---	---

	PROCIMART	DETERMINACIÓN DEL COLOR Y SABOR EN EL ACEITE						CÓDIGO I.T.-AS-14
								PÁGINA 2 DE 3
FECHA DE ELABORACIÓN			FECHA DE ACTUALIZACIÓN			NO. REV.	ÁREAS AFECTADAS	
DÍA	MES	AÑO	DÍA	MES	AÑO	O2	CALIDAD	
01	06	2017	23	03	2022			

4.2 REACTIVOS, EQUIPO Y MATERIAL

4.2.1 Reactivos: Agua purificada
 Azúcar refinada blanca.
 Ácido Cítrico
 Alcohol Etílico

4.2.2 Equipo: Balanza Analítica
 Espectrofotómetro

4.2.3 Material:

Matraz de aforado de 10 ml
 Matraz de aforado de 100 ml
 Matraz de aforado de 200 ml
 Matraz de aforado de 500 ml
 Matraz de aforado de 1,000 ml
 Pipeta de 1 ml

4.3 DETERMINACIÓN DE SABOR:

DESARROLLO:

- 1.- Preparar alcohol etílico al 95% con agua purificada en un matraz de 500 ml
- 2.- Con la ayuda de una pipeta tomar 0.6 ml del aceite a analizar y vaciarlos en un matraz de 10 ml
- 3.- Aforar con el alcohol al 95% el matraz que contiene los 10 ml de aceite (1^a dilución)
- 4.- Preparar una solución de azúcar de 7.0 °Bx y 0.05 % de ácido cítrico en un matraz de 1000 ml la preparación es de la siguiente manera:
 - 1.- Diluir 70 gr de azúcar blanca refinada y 0.5 gr de ácido cítrico en 500 ml de agua purificada
 - 2.- Vaciar la solución en un matraz de 1000 ml y aforar con agua purificada
- 5.- Tomar 0.4 ml de la 1^a dilución y vaciarlos a un matraz de 200 ml
- 6.- Aforar el matraz de 200 ml con la solución de azúcar y ácido cítrico.
- 7.- Probar esta dilución para determinar sabores extraños en el aceite

	
Oliver Meza	Marco Gutiérrez
REVISÓ Supervisor de Aceites	AUTORIZÓ Gerente de Planta

	PROCIMART	DETERMINACIÓN DEL COLOR Y SABOR EN EL ACEITE						CÓDIGO I.T.-AS-14
								PÁGINA 3 DE 3
FECHA DE ELABORACIÓN			FECHA DE ACTUALIZACIÓN			NO. REV.	ÁREAS AFECTADAS	
DÍA	MES	AÑO	DÍA	MES	AÑO	O2	CALIDAD	
01	06	2017	23	03	2022			

4.4 DETERMINACIÓN DEL COLOR

DESARROLLO:

- 1.- Preparar alcohol etílico al 96% con agua destilada en un matraz de 500 ml
- 2.- Pesar 5 gr en un matraz de aforado de 100 ml y aforar con alcohol al 96%
- 3.- Prender el espectrofotómetro y esperar a que se estabilice el equipo
- 4.- En una celdilla de vidrio para el espectrofotómetro colocar alcohol al 96% y utilizarlo como blanco
- 5.- Medir la absorbancia a nuestro blanco con 400 nm, la lectura debe ser 0%
- 6.- Inmediatamente después de medir el blanco colocar en otra celdilla la muestra diluida a revisar y medir la absorbancia a 400 nm.

5.0 DOCUMENTOS RELACIONADOS:

Bitácora de análisis

6.0 TABLA DE CAMBIOS Y REVISIONES:

FECHA	REVISIÓN	DESCRIPCIÓN DE LA MODIFICACIÓN
23/08/2019	O1	Se cambia código de calidad para Aceites y subproductos (CC a AS)
23/03/2022	O2	Revisión del sistema.

	
Oliver Meza	Marco Gutiérrez
REVISÓ Supervisor de Aceites	AUTORIZÓ Gerente de Planta

 PROCIMART			NITROGENACIÓN DE ACEITES Y SUBPRODUCTOS			CÓDIGO I.T.-AS-15	
						PÁGINA 1 DE 2	
FECHA DE ELABORACIÓN			FECHA DE ACTUALIZACIÓN			NO. REV.	ÁREAS AFECTADAS
DÍA	MES	AÑO	DÍA	MES	AÑO	04	CALIDAD Y PRODUCCIÓN
26	03	2012	23	03	2022		

1.0 OBJETIVO:

El Objetivo de la nitrogenación es para conservar mejor las características de los productos ya que al no estar en contacto con oxígeno no hay cambios enzimáticos u oxidación, por lo tanto, los productos se conservan en mejor estado.

2.0 ALCANCE:

Aceites Coldpressed, Esencias, Aromas, Destilados y Terpenos

3.0 RESPONSABILIDAD:

Operador de Aceite: Lleva acabo este procedimiento al pie de la letra, las normas de calidad y las buenas prácticas de manufactura para garantizar la calidad e inocuidad del producto.

Analista de Cromatografía: Revisa y coordina que las actividades se realicen de acuerdo con el procedimiento establecido y verifica que se cumplan las normas de calidad.

Supervisor de Aceites: Verifica que las actividades se realicen en tiempo y en forma de acuerdo con las normas y procedimientos establecidos.

4.0 PROCEDIMIENTO:

1. Traslade tanque de gas nitrógeno al área donde se encuentran los tambores a nitrogenar.
2. Quitar las dos tapas del tambor con producto a nitrogenar.
3. Coloque el extremo de la manguera que tiene tapón en la boca chica del tambor.
4. Abra poco a poco válvula de salida de tanque de gas nitrógeno, de tal forma que no salpique producto fuera del tambor.
5. Se deja fluyendo el gas nitrógeno dentro del tambor entre 14 a 17 segundos hasta que se observe burbujeo del producto y vapores de color blanco por la boca grande del tambor.

 Oliver Meza	 Marco Gutiérrez
REVISÓ Supervisor de Aceites	AUTORIZÓ Gerente de Planta

 PROCIMART			NITROGENACIÓN DE ACEITES Y SUBPRODUCTOS			CÓDIGO I.T.-AS-15	
						PÁGINA 2 DE 2	
FECHA DE ELABORACIÓN			FECHA DE ACTUALIZACIÓN			NO. REV.	ÁREAS AFECTADAS
DÍA	MES	AÑO	DÍA	MES	AÑO	04	CALIDAD Y PRODUCCIÓN
26	03	2012	23	03	2022		

6. Cerrar válvula de salida de tanque de gas nitrógeno y colocar inmediatamente tapa de tambor de boca grande.

7. Quite manguera con tapón y coloque inmediatamente tapa en boca chica del tambor.

8. Repita del paso 3 al 8 para todos tambores que desee nitrogenar y estos se deberán de registrar en el formato de Control de almacén para aceites, aromas y esencias.

NOTA: COLOCAR INMEDIATAMENTE LAS TAPAS EN EL PASO 7 Y 8 PARA EVITAR QUE PIERDA EL NITRÓGENO CONTENIDO EN EL TAMBOR. EL NITROGENO UTILIZADO PARA ESTAS MANIOBRAS DEBE DE SER GRADO ALIMENTICIO.

5.0 DOCUMENTOS RELACIONADOS:

Control de almacén para aceites, aromas y esencias
Hojas de seguridad del Nitrógeno

6.0 TABLA DE CAMBIOS Y REVISIONES:

FECHA	REVISIÓN	DESCRIPCIÓN DE LA MODIFICACIÓN
17/07/2015	01	Se cambia tipo de formato del procedimiento y se actualiza personal que firma el mismo.
07/04/2017	02	Se cambia clave de formato F-PD-01 por F-INV-05, tipo de letra se actualiza logo y se cambian los nombres de personal que firma el documento
23/08/2019	03	Se cambia código de producción para Aceites y subproductos (PD a AS), así como el tipo de documento de T-AS-01 a I.T.-AS-15 debido a su estructura.
23/03/2022	04	Se cambia personal responsable de verificar las actividades del área (Jefe de Aceites a Supervisor de Aceites).

 Oliver Meza REVISÓ Supervisor de Aceites	 Marco Gutiérrez AUTORIZÓ Gerente de Planta
---	---



PROCIMART

**DETERMINACIÓN DE NARINGINA POR
CROMATOGRAFÍA DE LÍQUIDOS DE ALTA
RESOLUCIÓN (HPLC)**

CÓDIGO
I.T.-AS-16

PÁGINA
1 DE 7

FECHA DE ELABORACIÓN			FECHA DE ACTUALIZACIÓN			NO. REV.	ÁREAS AFECTADAS
DÍA	MES	AÑO	DÍA	MES	AÑO	01	CALIDAD Y PRODUCCIÓN
27	04	2021	23	03	2022		

1.0 OBJETIVO:

Determinar el contenido de naringina en el jugo pasteurizado y concentrado de toronja, el resultado de esta determinación puede ser usado para aprobar un producto.

2.0 ALCANCE:

Esta técnica es aplicable a jugo pasteurizado y concentrado de toronja.

3.0 RESPONSABILIDADES:

Analista de Cromatografía: Tiene la responsabilidad de analizar e informar los resultados obtenidos en tiempo para realizar los cambios necesarios para ajustar el proceso y así poder cumplir con las especificaciones de calidad requeridas.

Operador de Extractores y Supervisor de Producción: Son responsables de efectuar los cambios necesarios a los equipos para mantener un control del proceso y así dejar dentro de los parámetros de calidad el producto elaborado.

4.0 PROCEDIMIENTO:

4.1 FUNDAMENTO:

La naringina es un flavonoide que se extrae de la cáscara de algunos cítricos, es el principal responsable del sabor amargo en ellos. También se encuentra en las hojas de los frutos y en la pulpa. Debido a que este flavonoide contribuye en gran medida al sabor amargo en los jugos de toronja, es un parámetro importante a determinar en la producción y compra-venta de estos productos.

La cromatografía de líquidos de alta resolución (o HPLC por sus siglas en inglés) es una técnica analítica que permite la separación de los componentes en una mezcla, su principio se basa en la interacción que tienen los componentes de una muestra respecto a su flujo por medio de una columna cromatográfica que contiene una fase estacionaria. La diferencia en la interacción de los componentes entre la fase móvil y la fase estacionaria (conocido como coeficiente de reparto o partición) da como resultado la separación de la mezcla, de esta manera por medio de un detector (generalmente un detector espectrofotométrico de UV-VIS) se puede determinar la presencia de una sustancia en específico en base al tiempo que tarda en salir de la columna, a este valor se le conoce como tiempo de retención. La naringina puede ser determinada bajo esta técnica si las condiciones del método son las adecuadas.

 Oliver Meza	 Marco Gutiérrez
REVISÓ Supervisor de Aceites	AUTORIZÓ Gerente de Planta



PROCIMART

**DETERMINACIÓN DE NARINGINA POR
CROMATOGRAFÍA DE LÍQUIDOS DE ALTA
RESOLUCIÓN (HPLC)**

CÓDIGO
I.T.-AS-16

PÁGINA
2 DE 7

FECHA DE ELABORACIÓN	FECHA DE ACTUALIZACIÓN			NO. REV.	ÁREAS AFECTADAS		
DÍA	MES	AÑO	DÍA	MES	AÑO	01	CALIDAD Y PRODUCCIÓN
27	04	2021	23	03	2022		

4.2 REACTIVOS, EQUIPO Y MATERIAL:

Reactivos	Naringin marca Sigma Aldrich Acetonitrilo grado HPLC Metanol grado HPLC Agua grado HPLC Oxalato de amonio grado ACS Dimetilformamida grado ACS Ácido acético grado ACS
Equipos	Agitador LP Vortex Mixer. Balanza analítica. Cromatógrafo de Líquidos de Alta Resolución (HPLC) Agilent Technologies 1260 Infinity Series. Parrilla eléctrica.
Material	Jeringa 1 mL 29Gx13mm. Pipeta serológica de 1 mL. Matraz volumétrico de 1L. Matraz volumétrico de 10 mL. Vial de muestra para HPLC. Papel filtro grado 5. Vaso de precipitado de 250 mL. Vaso de precipitado de 1 L (para baño maría). Filtro de disco de 0.45µm marca Whatman. Termómetro de vidrio con rango 0°C a 150°C.
Seguridad	Guantes de nitrilo. Lentes de seguridad.

4.3 DETERMINACIÓN:

4.3.1 Preparación de reactivos.

- a) Solución de fase móvil: en un matraz volumétrico de 1 L añadir 656 mL de agua grado HPLC, después agregar 180 mL de metanol grado HPLC, 164 mL de acetonitrilo grado HPLC y 0.4 mL de ácido acético grado ACS. Agite la mezcla.

Oliver Meza	Marco Gutiérrez
REVISÓ Supervisor de Aceites	AUTORIZÓ Gerente de Planta

 PROCIMART			DETERMINACIÓN DE NARINGINA POR CROMATOGRAFÍA DE LÍQUIDOS DE ALTA RESOLUCIÓN (HPLC)			CÓDIGO I.T.-AS-16	
						PÁGINA 3 DE 7	
FECHA DE ELABORACIÓN			FECHA DE ACTUALIZACIÓN			NO. REV.	ÁREAS AFECTADAS
DÍA	MES	AÑO	DÍA	MES	AÑO	O1	CALIDAD Y PRODUCCIÓN
27	04	2021	23	03	2022		

- b) Solución de oxalato de amonio: Pesar y disolver 3.55 g de oxalato de amonio grado ACS en 1000 mL de agua grado HPLC. Agite hasta disolver completamente.
- c) Solución madre de 5000 ppm de naringina: Pesar 0.050 g del estándar de naringina y aforar con metanol grado HPLC en un matraz volumétrico de 10 mL. Agite hasta disolver completamente.
- d) Soluciones de naringina para la curva de calibración: elaborar soluciones de 100, 200, 300, 400 y 500 ppm de naringina en metanol grado HPLC. Las diluciones para la realización de la curva de calibración se pueden observar en la siguiente tabla.

Tabla 1. Diluciones a realizar para la preparación de la curva de calibración.

Tomar de la solución madre de 5000 PPM:	Aforar en un matraz volumétrico de:	Para obtener una solución de:
1 mL	10 mL	500 PPM
0.8 mL	10 mL	400 PPM
0.6 mL	10 mL	300 PPM
0.4 mL	10 mL	200 PPM
0.2 mL	10 mL	100 PPM

4.3.2 Desarrollo de la curva de calibración.

- a) Realice dos corridas de la curva de calibración por HPLC bajo las condiciones especificadas en la tabla 2.

 Oliver Meza REVISÓ Supervisor de Aceites	 Marco Gutiérrez AUTORIZÓ Gerente de Planta
---	---



PROCIMART

**DETERMINACIÓN DE NARINGINA POR
CROMATOGRAFÍA DE LÍQUIDOS DE ALTA
RESOLUCIÓN (HPLC)**

CÓDIGO

I.T.-AS-16

PÁGINA

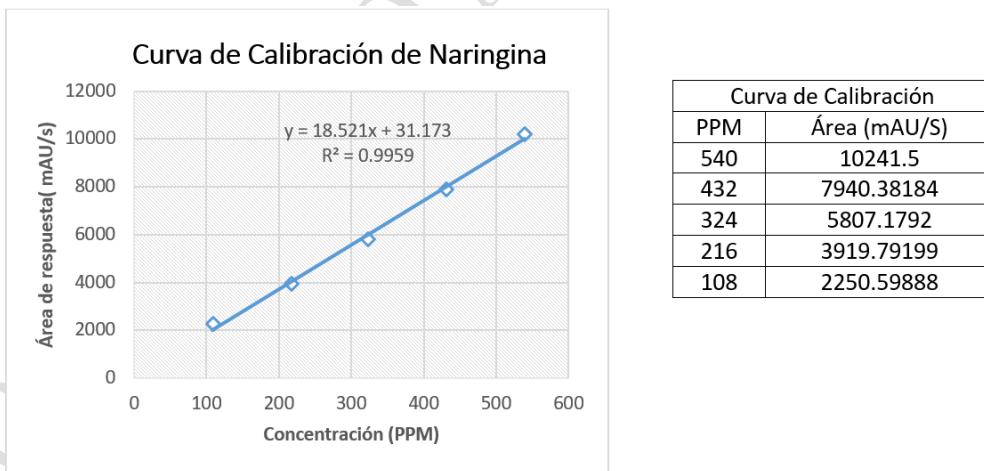
4 DE 7

FECHA DE ELABORACIÓN			FECHA DE ACTUALIZACIÓN			NO. REV.	ÁREAS AFECTADAS
DÍA	MES	AÑO	DÍA	MES	AÑO	01	CALIDAD Y PRODUCCIÓN
27	04	2021	23	03	2022		

Tabla 2. Condiciones cromatográficas para la determinación de naringina.

Inyección de muestra	10 µL
Columna Fase Reversa	Columna Hypersil Gold 150mm×4.6mm, tamaño de partícula de 5µm.
Fase móvil	Agua/metanol/acetonitrilo/Ácido acético (65.6%-18%-16.4%-0.04%, respectivamente)
Flujo de fase móvil isocrático	1 ml/min
Temperatura	25°C
Longitud de onda (Detector UV-VIS)	280 nm
Tiempo de análisis	20 min

- b) Determinar las áreas de los picos en el tiempo de retención a evaluar (de acuerdo a datos establecidos el tiempo de retención de la naringina bajo este método se encuentra entre 4.380 y 4.440 minutos). En base a los datos obtenidos de las áreas de los picos, realice una regresión lineal como se muestra en el ejemplo de la gráfica 1.



Gráfica 1. Ejemplo de curva de calibración de naringina.

 Oliver Meza	 Marco Gutiérrez
REVISÓ Supervisor de Aceites	AUTORIZÓ Gerente de Planta

 PROCIMART			DETERMINACIÓN DE NARINGINA POR CROMATOGRAFÍA DE LÍQUIDOS DE ALTA RESOLUCIÓN (HPLC)			CÓDIGO I.T.-AS-16	
						PÁGINA 5 DE 7	
FECHA DE ELABORACIÓN			FECHA DE ACTUALIZACIÓN			NO. REV.	ÁREAS AFECTADAS
DÍA	MES	AÑO	DÍA	MES	AÑO	O1	CALIDAD Y PRODUCCIÓN
27	04	2021	23	03	2022		

4.3.3 Preparación de la muestra.

- a) Utilizar pipetas volumétricas para medir, 10 mL de la muestra, 10 mL de la solución de oxalato de amonio, 10 mL de dimetilformamida grado ACS y 20 mL de agua grado HPLC en un matraz volumétrico de 50 mL.
- b) Homogenizar la solución a 2000 RPM durante 1 minuto en el agitador Vortex y caliente a 90°C durante 10 minutos en baño maría.
- c) Dejar enfriar la solución a temperatura ambiente y filtre con papel filtro grado 5.
- d) Posteriormente vuelva a filtrar el líquido obtenido del paso "c" usando un filtro de 0.45 µm y transfiera a un vial para su análisis.

4.3.4 Análisis de la muestra.

- a) Inyectar un máximo de 3 muestras (previamente preparadas de acuerdo al punto 4.3.3) y 1 estándar de naringina como muestra control por corrida de acuerdo al método descrito en la tabla 2. Si el área obtenida del estándar de naringina no corresponde a su valor conocido o bien el tiempo de retención no se encuentra entre los valores establecidos (entre 4.380 y 4.440 minutos) el análisis debe ser anulado y nuevamente realizado, si es adecuado cambie la solución estándar por una más reciente.
- b) Al finalizar cada corrida, cambiar al METODO PARAR (Acetonitrilo al 100%) para lavar la columna durante 15 minutos.
- c) Determinar la concentración de naringina en ppm comparando el área bajo la curva obtenida contra la respuesta del área bajo curva del sistema de calibración (ecuación de regresión lineal) en el mismo tiempo de retención.

 Oliver Meza REVISÓ Supervisor de Aceites	 Marco Gutiérrez AUTORIZÓ Gerente de Planta
---	---

 PROCIMART			DETERMINACIÓN DE NARINGINA POR CROMATOGRAFÍA DE LÍQUIDOS DE ALTA RESOLUCIÓN (HPLC)			CÓDIGO I.T.-AS-16	
						PÁGINA 6 DE 7	
FECHA DE ELABORACIÓN			FECHA DE ACTUALIZACIÓN			NO. REV.	ÁREAS AFECTADAS
DÍA	MES	AÑO	DÍA	MES	AÑO	O1	CALIDAD Y PRODUCCIÓN
27	04	2021	23	03	2022		

4.4 CÁLCULOS, EXPRESIÓN DE RESULTADOS Y REGISTROS:

- a) Para la obtención de las ppm real en la solución madre de acuerdo al peso registrado la ecuación es la siguiente:

$$\text{ppmreal} = (\text{PN} \times 100000) / (\text{V})$$

Donde:

PN= Peso registrado de naringina en gramos (g)

V= Volumen de aforo de la solución madre en mililitros (mL)

- b) Para obtener la concentración real de las diluciones de 100, 200, 300, 400 y 500 ppm realice la siguiente operación para cada una de las soluciones:

$$\text{ppmDilución} = (\text{ppmreal} \times \text{VM}) / \text{VD}$$

Donde:

VM= Volumen tomado de la solución madre en mililitros (mL)

VD= Volumen de aforo de la dilución en mililitros (mL)

- c) Para determinar la concentración de naringina en la muestra analizada sustituir el área obtenida en la ecuación de la curva de calibración.

Ejemplo:

Tomando como referencia la ecuación descrita en la gráfica 1:

$$y = 18.521x + 31.173$$

 Oliver Meza REVISÓ Supervisor de Aceites	 Marco Gutiérrez AUTORIZÓ Gerente de Planta
---	---

**PROCIMART**DETERMINACIÓN DE NARINGINA POR
CROMATOGRAFÍA DE LÍQUIDOS DE ALTA
RESOLUCIÓN (HPLC)CÓDIGO
I.T.-AS-16PÁGINA
7 DE 7

FECHA DE ELABORACIÓN			FECHA DE ACTUALIZACIÓN			NO. REV.	ÁREAS AFECTADAS
DÍA	MES	AÑO	DÍA	MES	AÑO	01	CALIDAD Y PRODUCCIÓN
27	04	2021	23	03	2022		

Tenemos que:

 $y = \text{área de respuesta}$ $x = \text{ppm de naringina}$ Despejando para $x = \text{ppm}$ se obtiene:

$$\text{ppm de Naringina} = ((\text{Área de respuesta} - 31.173) / 18.521) * 5$$

Por ejemplo, si de una muestra se obtiene un área de 5506, la concentración de naringina en esa muestra será de:

$$\text{ppm de Naringina} = ((3000 - 31.173) / 18.521) * 5 = 801.48 \text{ ppm}$$

- d) Expresar el resultado obtenido como ppm de naringina.

5.0 DOCUMENTOS RELACIONADOS:

IFFJP Analysis-International Federation of fruit Juice Producers- N°58, páginas 1 e 2, 1991. ANNEX 47 – HPLC DETERMINATION OF NARINGIN.

6.0 TABLA DE CAMBIOS Y REVISIONES:

FECHA	REVISIÓN	DESCRIPCIÓN DE LA MODIFICACIÓN
27/04/2021	00	Creación del Documento.
23/03/2022	01	Se modifica fórmula para obtención de ppm de naringina.

Oliver Meza	Marco Gutiérrez
REVISÓ Supervisor de Aceites	AUTORIZÓ Gerente de Planta

**PROCIMART****DETERMINACIÓN DE PESTICIDAS POR
CROMATOGRAFÍA DE LÍQUIDOS DE ALTA
RESOLUCIÓN (HPLC)**CÓDIGO
I.T.-AS-17PÁGINA
1 DE 7

FECHA DE ELABORACIÓN			FECHA DE ACTUALIZACIÓN			NO. REV.	ÁREAS AFECTADAS
DÍA	MES	AÑO	DÍA	MES	AÑO	01	CALIDAD Y PRODUCCIÓN
22	09	2021	23	03	2022		

1.0 OBJETIVO:

Determinar la concentración en ppm de pesticidas en el jugo y aceite esencial de cítricos.

2.0 ALCANCE:

Esta técnica es aplicable a jugo y aceite esencial de cítricos.

3.0 RESPONSABILIDADES:

Analista de Cromatografía: Tiene la responsabilidad de analizar e informar los resultados obtenidos en tiempo para realizar los cambios necesarios para ajustar el proceso y así poder cumplir con las especificaciones de calidad requeridas.

Jefe de Aceites y Subproductos: Es responsable de informar los resultados a la Gerencia para mantener el aceite dentro de las especificaciones de la FDA y la Unión Europea.

4.0 PROCEDIMIENTO:**4.1 FUNDAMENTO:**

Existen diversas metodologías para la extracción de pesticidas en frutas y vegetales sin embargo el método QuEChERS sigue siendo una de las más utilizadas debido a su simplicidad y bajo costo en los insumos requeridos. La extracción del analito proporciona un recobro más eficiente que al analizarse directamente por cromatografía, por tanto, implementar un cleanup después de la extracción en fase dispersiva (extracción QuEChERS) mejorará el análisis a efectuar. El cleanup remueve todas las impurezas que pudiesen afectar el análisis, esta limpieza puede realizarse de varias maneras, una de las más usadas es la extracción en fase sólida (SPE), el cual requiere filtrar la muestra en cartuchos que contienen un material adsorbente. Las características de la extracción en fase sólida dependerán de la naturaleza del adsorbente, el cartucho de SPE por intercambio catiónico Oasis MCX ha mostrado una buena recuperación del analito, facilitando así su detección por cromatografía de líquidos.

Oliver Meza	Marco Gutiérrez
REVISÓ Supervisor de Aceites	AUTORIZÓ Gerente de Planta



PROCIMART

**DETERMINACIÓN DE PESTICIDAS POR
CROMATOGRAFÍA DE LÍQUIDOS DE ALTA
RESOLUCIÓN (HPLC)**

CÓDIGO

I.T.-AS-17

PÁGINA

2 DE 7

FECHA DE ELABORACIÓN	FECHA DE ACTUALIZACIÓN			NO. REV.	ÁREAS AFECTADAS		
DÍA	MES	AÑO	DÍA	MES	AÑO	01	CALIDAD Y PRODUCCIÓN
22	09	2021	23	03	2022		

4.2 REACTIVOS, EQUIPO Y MATERIAL:

Reactivos	Sales DisQuE Pouch (6mg MgSO ₄ /1.5g Acetato de sodio) para 50 ml del método AOAC. Metanol grado HPLC. Agua grado HPLC. n-Hexano grado ACS. Acetonitrilo grado HPLC. Ácido acético glacial ACS. Ácido fórmico, 88% RA. Hidróxido de amonio ACS 28.87% Ácido clorhídrico al 0.5 N solución volumétrica.
Equipos	Bomba para cámara de vacío. Cromatógrafo de líquidos HPLC Agilent 1260 UV-VWD Centrifuga ST 8 Thermo Scientific.
Material	Pipetas volumétricas de 1 ml, 2ml, 5ml, 8ml y 10 ml. Espátula acanalada. Vasos de precipitado de 250 ml. Tubo de ensayo de 8 ml y 20 ml Cartuchos SPE Oasis MCX 3 cc, 60 mg. Filtro Whatman de 0.45µm. Jeringa de 1 mL Matraz kitazato equipado para filtración de solventes. Membrana de Nylon de 0.45 µm para filtración de solventes. Cámara de vacío para SPE.
Seguridad	Guantes de nitrilo. Lentes de seguridad.

4.3 DETERMINACIÓN:

4.3.1 Preparación de reactivos.

- a) Ácido acético al 1% en acetonitrilo: en un matraz volumétrico de 100 mL agregue 1 mL de ácido acético glacial y afores a 100 mL con acetonitrilo grado HPLC.

 Oliver Meza	 Marco Gutiérrez
REVISÓ Supervisor de Aceites	AUTORIZÓ Gerente de Planta



PROCIMART

**DETERMINACIÓN DE PESTICIDAS POR
CROMATOGRAFÍA DE LÍQUIDOS DE ALTA
RESOLUCIÓN (HPLC)**

CÓDIGO

I.T.-AS-17

PÁGINA

3 DE 7

FECHA DE ELABORACIÓN			FECHA DE ACTUALIZACIÓN			NO. REV.	ÁREAS AFECTADAS
DÍA	MES	AÑO	DÍA	MES	AÑO	01	CALIDAD Y PRODUCCIÓN
22	09	2021	23	03	2022		

- b) Ácido clorhídrico al 0.01N: en un matraz volumétrico de 100 mL agregue 2 mL de la solución de ácido clorhídrico 0.5 N y aforo a 100 mL con agua grado HPLC.
- c) Ácido fórmico al 2% en metanol: en un matraz volumétrico de 50 mL agregue 1 mL de ácido fórmico al 88% y aforo a 50 mL con metanol grado HPLC.
- d) Hidróxido de amonio al 5% en metanol: en un matraz volumétrico de 100 mL agregue 5 mL de hidróxido de amonio al 28.87% y aforo a 100 mL con metanol grado HPLC.

La preparación de las soluciones debe realizarse a 20°C. El tiempo de vida de las soluciones es de un mes posterior a su realización y deben mantenerse en refrigeración.

4.3.2 Preparación de las soluciones para la curva de calibración.

- a) Solución madre 500 ppm: En un matraz volumétrico de 20 mL pesar 0.01 g del estándar del pesticida y aforar a 20 mL con el solvente adecuado para su disolución. Registre el peso exacto.
- b) Estándar de 10 ppm: En un matraz volumétrico de 50 mL, adicionar 1 mL de cada una de las soluciones madres preparadas y aforar a 50 mL con acetonitrilo grado HPLC.
- c) Estándar de 2 ppm: En un matraz volumétrico de 10 mL, adicionar 2 mL del estándar de 10 ppm y aforar hasta los 10 mL con acetonitrilo grado HPLC.
- d) Preparación de las soluciones para la curva de calibración: Realizar las soluciones para cada uno de los niveles en la curva de calibración de acuerdo a la tabla 1.

Tabla 1. Elaboración de la curva de calibración.

PARA HACER	DEL ESTÁNDAR DE	TOMAR	ADICIONAR A UN MATRAZ DE	AFORAR CON ACETONITRIL GRADO HPLC A
0.2 ppm	2 ppm	5 mL	50 mL	50 mL
0.12 ppm	0.2 ppm	6 mL	10 mL	10 mL
0.1 ppm	0.2 ppm	5 mL	10 mL	10 mL
0.08 ppm	0.2 ppm	4 mL	10 mL	10 mL
0.04 ppm	0.2 ppm	2 mL	10 mL	10 mL
0.02 ppm	0.2 ppm	1 mL	10 mL	10 mL

 Oliver Meza	 Marco Gutiérrez
REVISÓ Supervisor de Aceites	AUTORIZÓ Gerente de Planta



PROCIMART

**DETERMINACIÓN DE PESTICIDAS POR
CROMATOGRAFÍA DE LÍQUIDOS DE ALTA
RESOLUCIÓN (HPLC)**

CÓDIGO

I.T.-AS-17

PÁGINA

4 DE 7

FECHA DE ELABORACIÓN	FECHA DE ACTUALIZACIÓN			NO. REV.	ÁREAS AFECTADAS		
DÍA	MES	AÑO	DÍA	MES	AÑO	01	CALIDAD Y PRODUCCIÓN
22	09	2021	23	03	2022		

Las soluciones estándar deben permanecer en refrigeración y tienen una vida media entre 1 a 6 meses siempre y cuando no se aprecie un cambio en la apariencia de la solución. La preparación de cada uno de los reactivos y soluciones estándares debe realizarse a 20°C.

4.3.3 Desarrollo de la curva de calibración.

- a) Realizar por duplicado la curva de calibración en el método adecuado como se indica en la tabla 2.

Tabla 2. Condiciones cromatográficas.

Inyección de muestra	10 µL
Columna Fase Reversa	ZORBAX Eclipse Plus C18 100 mm x 4.6 mm, 3.5 um
Fase móvil	Agua/Acetonitrilo *
Flujo de fase móvil	0.8 ml/min*
Temperatura	25°C
Longitud de onda (Detector UV)	**
Tiempo de análisis	***

* Las relaciones y el tipo de flujo (isocrático o variable) varían de acuerdo al método.

** La longitud de onda varía de acuerdo al método.

*** El tiempo varía de acuerdo al método.

- b) Determinar las áreas de los picos en el tiempo de retención pertinente y realizar una regresión lineal como se muestra en el ejemplo de la gráfica 1.

 Oliver Meza	 Marco Gutiérrez
REVISÓ Supervisor de Aceites	AUTORIZÓ Gerente de Planta



PROCIMART

**DETERMINACIÓN DE PESTICIDAS POR
CROMATOGRAFÍA DE LÍQUIDOS DE ALTA
RESOLUCIÓN (HPLC)**

CÓDIGO

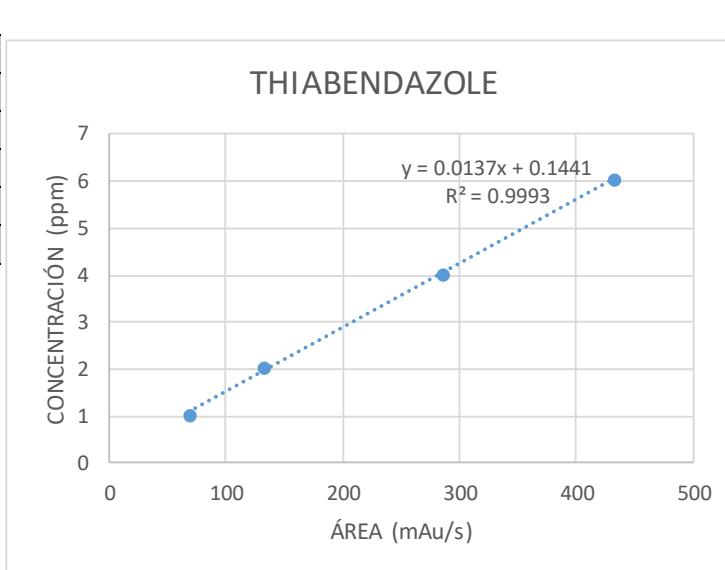
I.T.-AS-17

PÁGINA

5 DE 7

FECHA DE ELABORACIÓN			FECHA DE ACTUALIZACIÓN			NO. REV.	ÁREAS AFECTADAS
DÍA	MES	AÑO	DÍA	MES	AÑO	O1	CALIDAD Y PRODUCCIÓN
22	09	2021	23	03	2022		

THIABENDAZOLE	
ÁREA	PPM
432.60269	6.06
285.19647	4.04
131.23166	2.02
67.711388	1.01



Gráfica 1. Ejemplo de una curva de calibración para Thiabendazole.

4.3.4 Preparación de la muestra.

- En un tubo para centrífuga de 50 mL agregar 3 mL de aceite esencial, 7 mL de agua y 10 mL de ácido acético al 1% en acetonaítrilo. En el caso de jugo agregar 10 mL de jugo y 10 mL de ácido acético al 1% en acetonaítrilo. Agitar 1 min a 3000 RPM en vortex.
- Agregar las sales DisQuE y agitar 1 min a 3000 RPM en vortex.
- Centrifugar la mezcla a 3200 RPM durante 5 minutos.
- Tomar 5 mL del sobrenadante del paso “d” y mezclar con 8 mL de HCl 0.01 N. Agitar hasta mezcla completa.

 Oliver Meza	 Marco Gutiérrez
REVISÓ Supervisor de Aceites	AUTORIZÓ Gerente de Planta

**PROCIMART**DETERMINACIÓN DE PESTICIDAS POR
CROMATOGRAFÍA DE LÍQUIDOS DE ALTA
RESOLUCIÓN (HPLC)CÓDIGO
I.T.-AS-17PÁGINA
6 DE 7

FECHA DE ELABORACIÓN			FECHA DE ACTUALIZACIÓN			NO. REV.	ÁREAS AFECTADAS
DÍA	MES	AÑO	DÍA	MES	AÑO	01	CALIDAD Y PRODUCCIÓN
22	09	2021	23	03	2022		

- e) Acondicionar el cartucho SPE Oasis MCX filtrando 2 mL de metanol y 2 mL de agua procurando mantener una presión de vacío entre 3 y 4 inHg (mantenga esta presión para los siguientes filtrados).
- f) Filtrar 8 mL de la mezcla del paso "e" por el cartucho previamente acondicionado del paso "f".
- g) Filtrar por el cartucho 1 mL de ácido fórmico al 2% en metanol y después 1 mL de metanol.
- h) Finalmente filtrar por el cartucho 2 mL de hidróxido de amonio al 5% en metanol. Recuperar el eluente.
- i) Filtrar el eluente obtenido con un filtro de 0.45 µm y colocar en un dial para su análisis por HPLC-UV.
- j) Las características de los solventes y reactivos utilizados se describen en el apartado 4.2 y 4.3.1. En la Figura 1 se presenta un diagrama de flujo de la preparación de la muestra.

Oliver Meza	Marco Gutiérrez
REVISÓ Supervisor de Aceites	AUTORIZÓ Gerente de Planta



PROCIMART

DETERMINACIÓN DE PESTICIDAS POR
CROMATOGRAFÍA DE LÍQUIDOS DE ALTA
RESOLUCIÓN (HPLC)

CÓDIGO

I.T.-AS-17

PÁGINA

7 DE 7

FECHA DE ELABORACIÓN	FECHA DE ACTUALIZACIÓN			NO. REV.	ÁREAS AFECTADAS		
DÍA	MES	AÑO	DÍA	MES	AÑO	NO. REV.	ÁREAS AFECTADAS
22	09	2021	23	03	2022	O1	CALIDAD Y PRODUCCIÓN

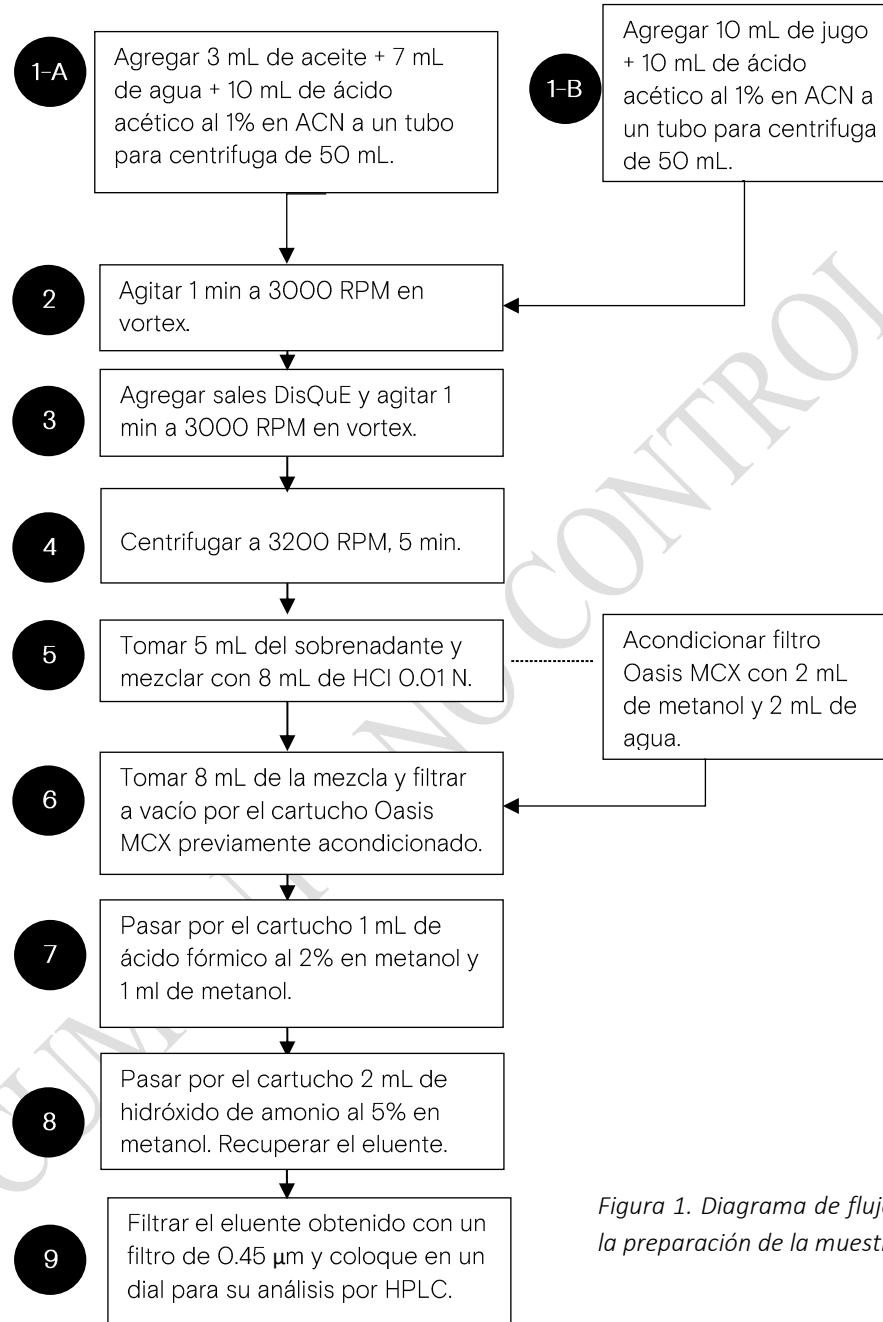


Figura 1. Diagrama de flujo para la preparación de la muestra.

Oliver Meza	Marco Gutiérrez
REVISÓ Supervisor de Aceites	AUTORIZÓ Gerente de Planta

 PROCIMART			DETERMINACIÓN DE PESTICIDAS POR CROMATOGRAFÍA DE LÍQUIDOS DE ALTA RESOLUCIÓN (HPLC)			CÓDIGO I.T.-AS-17	
						PÁGINA 8 DE 7	
FECHA DE ELABORACIÓN			FECHA DE ACTUALIZACIÓN			NO. REV.	ÁREAS AFECTADAS
DÍA	MES	AÑO	DÍA	MES	AÑO	O1	CALIDAD Y PRODUCCIÓN
22	09	2021	23	03	2022		

Análisis de la muestra.

- k) Inyectar un máximo de 3 muestras (previamente preparadas de acuerdo al punto 4.3.4) y 1 estándar como muestra control por corrida. Si el área obtenida del estándar no corresponde a su valor conocido o bien el tiempo de retención no se encuentra entre los valores establecidos el análisis debe ser anulado y nuevamente realizado, si es adecuado cambie la solución estándar por una más reciente.
- l) Al finalizar cada corrida, cambiar al METODO PARAR (Acetonitrilo al 100%) para lavar la columna durante al menos 15 minutos.
- m) Determinar la concentración en ppm de los pesticidas comparando el área bajo la curva obtenida contra la respuesta del área bajo curva del sistema de calibración (ecuación de regresión lineal) en los mismos tiempos de retención (para cada pesticida). Considerar el factor de dilución (FD) y el factor de concentración (FC) en los cálculos (Ver punto 4.4).

4.4 CÁLCULOS, EXPRESIÓN DE RESULTADOS Y REGISTROS:

- a) Determine la concentración en partes por millón de cada pesticida sustituyendo el valor encontrado (área del pico) en la ecuación correspondiente de la curva de calibración $y=mx + b$, donde en este caso "y" es igual a las ppm y "x" es igual al área del pico, m y b son valores establecidos en la recta, tal y como se muestra en la gráfica 1 del punto 4.3.3.
- b) En el caso de una muestra de aceite esencial multiplique el resultado del inciso a (del punto 4.4) por el factor de dilución FD=8.667 y factor de concentración FC=0.25. En el caso de jugo multiplique por el factor de dilución FD=2.6 y el factor de concentración FC=0.25.
- c) Los factores de recuperación serán establecidos de acuerdo a los datos de las curvas de calibración para cada pesticida.

 Oliver Meza REVISÓ Supervisor de Aceites	 Marco Gutiérrez AUTORIZÓ Gerente de Planta
---	---

**PROCIMART**DETERMINACIÓN DE PESTICIDAS POR
CROMATOGRAFÍA DE LÍQUIDOS DE ALTA
RESOLUCIÓN (HPLC)CÓDIGO
I.T.-AS-17PÁGINA
9 DE 7

FECHA DE ELABORACIÓN			FECHA DE ACTUALIZACIÓN			NO. REV.	ÁREAS AFECTADAS
DÍA	MES	AÑO	DÍA	MES	AÑO	01	CALIDAD Y PRODUCCIÓN
22	09	2021	23	03	2022		

5.0 DOCUMENTOS RELACIONADOS:

al., M. S. (2012). Waters. QuEChERS Sample Preparation for LC/MS and LC/UV Determination of Carbendazim and Other Conazole Fungicides in Orange Juice.

6.0 TABLA DE CAMBIOS Y REVISIONES:

FECHA	REVISIÓN	DESCRIPCIÓN DE LA MODIFICACIÓN
22/09/2021	00	Documento de nueva creación
23/03/2022	01	Se anexa responsabilidad del Jefe de Cromatografía.

Oliver Meza	Marco Gutiérrez
REVISÓ Supervisor de Aceites	AUTORIZÓ Gerente de Planta