

DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO E INVESTIGACIÓN

OPCIÓN I.- TESIS

TRABAJO PROFESIONAL

“ESTRATEGIAS PARA LA OBTENCIÓN DE AZÚCAR BLANCO A
PARTIR DE MEJORAS EN LAS ETAPAS DE CLARIFICACIÓN
Y DECOLORACIÓN DEL JUGO DE CAÑA DE AZÚCAR”.

QUE PARA OBTENER EL GRADO DE:
MAESTRA EN
CIENCIAS EN INGENIERÍA QUÍMICA

PRESENTA:

I.Q. Marleny Jiménez Rosete

DIRECTOR DE TESIS:

Dr. Eusebio Bolaños Reynoso





"Año del Centenario de la Promulgación de la Constitución Política de los Estados Unidos Mexicanos"

FECHA: 29/11/2017
DEPENDENCIA: POSGRADO
ASUNTO: Autorización de Impresión
OPCIÓN: I

C. MARLENY JIMENEZ ROSETE
CANDIDATO A GRADO DE MAESTRO EN:
CIENCIAS EN INGENIERIA QUIMICA

De acuerdo con el Reglamento de Titulación vigente de los Centros de Enseñanza Técnica Superior, dependiente de la Dirección General de Institutos Tecnológicos de la Secretaría de Educación Pública y habiendo cumplido con todas las indicaciones que la Comisión Revisora le hizo respecto a su Trabajo Profesional titulado:

"ESTRATEGIAS PARA LA OBTENCION DE AZUCAR BLANCO A PARTIR DE
MEJORAS EN LAS ETAPAS DE CLARIFICACION Y DECOLORACION DEL JUGO DE
CAÑA DE AZUCAR".

Comunico a Usted que este Departamento concede su autorización para que proceda a la impresión del mismo.

A T E N T A M E N T E


RUBEN POSADA GOMEZ

JEFE DE LA DIV. DE ESTUDIOS DE POSGRADO

C.A. TITULACIÓN



SECRETARIA DE
EDUCACIÓN PÚBLICA
INSTITUTO
TECNOLÓGICO
DE ORIZABA

ggc





"Año del Centenario de la Promulgación de la Constitución Política de los Estados Unidos Mexicanos"

FECHA : 23/11/2017

ASUNTO: Revisión de Trabajo Escrito

C. RUBEN POSADA GOMEZ
JEFE DE LA DIVISION DE ESTUDIOS
DE POSGRADO E INVESTIGACION.
P R E S E N T E

Los que suscriben, miembros del jurado, han realizado la revisión de la Tesis del (la) C. :

MARLENY JIMENEZ ROSETE

la cual lleva el título de:

"ESTRATEGIAS PARA LA OBTENCION DE AZUCAR BLANCO A PARTIR DE MEJORAS EN LAS ETAPAS DE CLARIFICACION Y DECOLORACION DEL JUGO DE CAÑA DE AZUCAR".

Y concluyen que se acepta.

A T E N T A M E N T E

- PRESIDENTE : DR. EUSEBIO BOLAÑOS REYNOSO
- SECRETARIO : DRA. GUADALUPE LUNA SOLANO
- VOCAL : DRA. LETICIA LOPEZ ZAMORA
- VOCAL SUP. : DR. GALO RAFAEL URREA GARCIA

EGRESADO(A) DE LA MAESTRIA EN CIENCIAS EN INGENIERIA QUIMICA

OPCION: I Tesis



DEDICATORIAS

A Dios y a la Virgen de Guadalupe

Por su infinito amor y bendiciones en cada paso de mi vida, por ser esa fuerza que siempre me sostiene a pesar de la adversidad. Gracias porque en este importante reto de superación personal nunca me dejaron sola.

A mi Mamita Jovita

Mi madre, mi amiga, mi más sabia maestra en la vida, mi razón de ser y la única que me ama como soy. Esto es por ti, como cada cosa que he logrado en la vida, ya que mientras tú te sientas orgullosa de mí, nada puede estar mal. No existe un segundo en el que no te extrañe, pero ahora desde el cielo sé que no dejas de enviarme tus bendiciones y me acompañas a todas partes mi compañerita fiel.
TE AMO INFINITAMENTE.

A mi Mamá Rocío

Mi heroína y ejemplo a seguir. Gracias madre por darme la vida, por tu amor y por no dejarme sola en este camino que hoy culmino; gracias porque sin importar las necesidades que podamos tener, tu siempre has querido mi superación. Dios te bendiga siempre y me de las fuerzas y sabiduría para poder retribuir aunque sea un poco de todo lo que me has dado.

A mi Familia

Gracias mami Liber, Mari, Beto, Dani, Kary y Montse por apoyarme en esta travesía, por su paciencia y comprensión al entender que no siempre podía estar con ustedes. Hoy termino esta etapa y me llena de alegría saber que los tengo al lado.

A mi mejor amiga, Ana Karen

Hermana, copiloto y cómplice. Gracias por compartir mis sueños, por creer siempre en mí incluso cuando yo misma ya no creo y por tu apoyo incondicional. Ya son muchos los años y de verdad no sé cómo me aguantas, pero espero no te canses, porque si tu estas, no tengo miedo a lo desconocido. Te quiero mucho bicho.

A mis Amigos

Lore. Gracias por estar ahí a lo largo de este reto, en las buenas, pero más en las malas. Es un honor haber compartido todo un camino profesional contigo, desde que no éramos más que unas niñas con ganas de ser ingenieras.

Sauli. Gracias por tu apoyo, por las risas y las lágrimas, por no dejarme sola esas noches interminables en el laboratorio; sé que cuento contigo. Eres un gran amigo.

Jessy. A pesar de la distancia, nunca has dejado de estar al pendiente de mí. Gracias.

Aldito. Excelente profesional, pero sobre todo amigo. Gracias por guiarme siempre.

Adán. Gracias por tu amistad, por tu apoyo desinteresado, por tus porras y por tantas risas.

Sera. Aunque no estabas cerca, gracias por siempre desearme lo mejor. Reto cumplido.

Fortino. Gran amigo y compañero. Gracias por tantas aventuras, nunca cambies.

Magda. Eres un ejemplo de superación. Gracias por creer en mí, significa mucho.

RECONOCIMIENTOS

Al Dr. Eusebio Bolaños Reynoso por la dirección de este trabajo de investigación.

A la Dra. Leticia López Zamora por el apoyo y tiempo dedicado a la revisión de este trabajo, así como por sus comentarios para la mejora del mismo.

A la Dra. Guadalupe Luna Solano por las revisiones y observaciones realizadas para complementar el presente trabajo de tesis.

Al Dr. Galo Rafael Urrea García por las revisiones y observaciones realizadas para complementar el presente trabajo de tesis.

Al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACyT) por la beca nacional otorgada con el número de registro 709465, que hizo posible mi permanencia en la Maestría en Ciencias en Ingeniería Química del Instituto Tecnológico de Orizaba.

Al Ingenio Beta San Miguel: Central San Miguelito por la estancia de investigación facilitada para el desarrollo experimental de este trabajo de tesis. A la I. Q. Gabriela Cruz Peña por su guía incondicional tanto en el laboratorio, como en la fábrica. A la I. Q. Jessica Hernández Vélez por el apoyo y gestión para que la estancia fuera posible; además, a todos los químicos de control de calidad, análisis jugos, análisis de aguas, operarios y personal de turno que amablemente me hicieron participe de su equipo de trabajo, permitiéndome concretar satisfactoriamente los objetivos propuestos.

RESUMEN

Estrategias para la obtención de azúcar blanco a partir de mejoras en las etapas de clarificación y decoloración del jugo de caña de azúcar

Elaborada por: Ing. Marleny Jiménez Rosete

Dirigida por: Dr. Eusebio Bolaños Reynoso

Las etapas de clarificación y decoloración juegan un papel muy significativo en el proceso de fabricación de azúcar, en cualquiera de sus calidades, ya que en el mercado existe un aumento en la demanda de azúcares blancos, donde su producción se está haciendo un factor económico importante en los países donde el azúcar crudo ha sido el principal producto de comercialización, debido a que el proceso de refinado no es económicamente redituable para sus ingenios azucareros. En base a la problemática mencionada, se tuvo por objetivo desarrollar estrategias a nivel laboratorio para la obtención de azúcar blanco, esto como aporte tecnológico para reducir etapas, consumos energéticos y costos de operación en el proceso industrial de producción de azúcar. En primer lugar, se estableció la estrategia de proceso para la elaboración del azúcar blanco, en donde se determinaron las condiciones óptimas de operación para la etapa de clarificación, junto con la adición de una etapa de decoloración para obtener un jugo de mejor calidad en cuestión de color y pureza. El proceso contempló el uso de dos coadyuvantes, uno para la etapa de clarificación y otro para la de decoloración y para evaluar su eficiencia se empleó un DBCA. Se utilizó RPAMM como medio floculante para sedimentar las impurezas en el menor tiempo posible; las concentraciones analizadas fueron 2, 4 y 6 ppm, evaluando su rendimiento en las velocidades de sedimentación del jugo alcalizado y el jugo filtrado. Por otro lado, se empleó CECDAM a concentraciones de 30, 40 y 50 ppm, para conocer el porcentaje de remoción de los agentes que aportan el color al jugo. Obtenidos los mejores rendimientos, se concentró y cristalizó a nivel planta piloto, meladura tratada con ambos coadyuvantes para la obtención del azúcar blanco, el cual se caracterizó en DTC, MCF, Pol y color, realizando finalmente una comparación con los demás tipos de azúcares existentes en el mercado. Se obtuvo que la concentración de RPAMM no tiene efecto en la velocidad de sedimentación del jugo alcalizado, mientras que para el jugo filtrado si lo tuvo; logrando mejores resultados a 4 y 6 ppm, respectivamente. La concentración del CECDAM si presentó un efecto significativo en la remoción del color, obteniendo los mejores resultados a 50 ppm. La calidad del jugo de caña de azúcar a través del proceso y con los tratamientos de ambos coadyuvantes, no se vio afectada. La cristalización de meladura a nivel planta piloto presentó resultados de rendimiento estándar en cuestión de DTC y MCF; teniendo en promedio una $D(4,3)$ de 311.68 μm y una MCF de 3315.8 g. El azúcar blanco obtenido dio resultados satisfactorios de Pol (99.645%) y color (238.56 U. I.). En comparativa con los procesos de elaboración ya establecidos en los ingenios para la producción de los diferentes tipos de azúcar, la estrategia de proceso propuesta es favorecedora en condiciones de infraestructura y en la calidad del producto final.

ABSTRACT

Strategies for producing white sugar from improvements in the stages of clarification and discoloration of sugar cane juice

By: Ing. Marleny Jiménez Rosete

Advisor: Dr. Eusebio Bolaños Reynoso

The stages of clarification and discoloration play a significant role in the manufacturing process sugar, in any of its qualities, because in the market there is an increase in demand for white sugars, where its production is becoming an important economic factor in countries where raw sugar has been the main product marketing, because the refining process is not economically profitable for its sugar mills. Based on the problems mentioned, the objective was to develop laboratory – level strategies for the production of white sugar, this as technological contribution to reducing stages, energy consumption and operating costs in the industrial process of sugar production. First, the process strategy for the elaboration of white sugar was established, where the optimal operating conditions for the clarification stage are determined, along with the addition of a discoloration stage to obtain a better quality juice within color and purity. The process included the use of two coadjuvants, one for the clarification stage and other for the discoloration stage and to assess its efficiency by DCBR was used. MPAMR was used as a flocculant medium to sediment the impurities in the shortest possible time; concentrations were tested 2, 4 and 6 ppm, evaluating their performance in settling rates of alkalized juice and filtered juice. On the other hand, ECDAMC was used at concentrations of 30, 40 and 50 ppm, to determine the percent removal of agents that provide color to juice. Obtained the best yields, it was concentrated and crystallized at the pilot plant level, meladura treated with both coadjuvants for producing white sugar, which was characterized in CSD, CMF, Pol and color, finally making a comparison with other types of existing sugars in the market. Was obtained MPAMR concentration has no effect on the settling rate of alkalized juice, while for the filtered juice if had; achieving better results to 4 and 6 ppm, respectively. The concentration of ECDAMC if present a significant effect on color removal, obtaining the best results at 50 ppm. The quality of sugar cane juice through the process and with the treatments of both coadjuvants was not affected. Crystallization of meladura at pilot plant level presented standard performance results in terms of CSD and CMF; having on average D(4.3) of 311.68 μm and a CMF of 3315.8 g. The white sugar obtained gave satisfactory results of Pol (99.645%) and color (238.56 I. U.). In comparison with manufacturing processes already established in the mills for the production of different types of sugar, the process strategy proposed is favorable on infrastructure and in the quality of the final product.

ÍNDICE

	Página
Lista de Figuras	v
Lista de Tablas	vi
Nomenclatura	viii
Introducción	1
CAPÍTULO 1. FUNDAMENTOS TEÓRICOS	
1.1 Estado del arte	4
1.1.1 Antecedentes	4
1.1.2 Avances	5
1.2 Azúcar de caña	7
1.2.1 Calidad del azúcar	9
1.2.2 Proceso de elaboración y refinación del azúcar crudo	11
1.2.2.1 Azúcares blancos de consumo directo obtenidos en el ingenio	16
1.3 Clarificación	17
1.3.1 Sistemas de clarificación	18
1.3.2 Control del pH	21
1.3.3 Reacciones durante la clarificación	23
1.3.4 Aditivos que favorecen a la clarificación	25
1.4 Decoloración	27
1.4.1 Colorantes y precursores de colores en el azúcar de caña	28
1.4.1.1 Tipos de colorantes	29
1.4.1.2 Color de los azúcares crudos	30
1.4.1.3 Color del azúcar refinado	31
1.4.2 Mecanismo de la decoloración	32
1.4.3 Tipos de agentes decolorantes	33

1.5	Diseño y análisis de experimentos	34
1.5.1	Diseño de bloques completos al azar (DBCA)	34
1.5.1.1	Modelo estadístico	35
1.5.1.2	Hipótesis a probar	36
1.5.1.3	Efecto del bloque	36
CAPITULO 2. MATERIALES Y MÉTODOS		
2.1	Materiales	40
2.1.1	Coadyuvante de clarificación (QL FLOCS 273)	40
2.1.2	Coadyuvante de decoloración (QL WS 1000)	41
2.1.3	Medidor de sobremesa de pH/mV/°C (HI 2211)	42
2.1.4	Espectrofotómetro (GENESYS™ 20)	42
2.1.5	Refractómetro digital automático (RFM 80)	42
2.1.6	Medidor digital de densidad (DMA 4500)	43
2.1.7	Polarímetro automático (AUTOPOL IV)	43
2.1.8	Cristalizador por lotes a vacío escala planta piloto	43
2.1.9	Centrifuga de canasta	47
2.2	Métodos	48
2.2.1	Planteamiento de la estrategia para la obtención de azúcar blanco	48
2.2.2	Obtención del jugo de caña de azúcar	48
2.2.3	Pruebas de clarificación	50
2.2.3.1	Preparación del coadyuvante de clarificación (floculante)	50
2.2.3.2	Velocidad de sedimentación del jugo alcalizado	50
2.2.3.3	Velocidad de sedimentación del jugo filtrado	52
2.2.3.4	Determinación de la turbidez en jugo claro	53
2.2.4	Pruebas de decoloración	54
2.2.4.1	Preparación del coadyuvante de decoloración (decolorante)	54

2.2.4.2 Decoloración del jugo claro	55
2.2.4.3 Determinación de color por absorbancia en jugos	57
2.2.5 Evaporación (concentración) del jugo decolorado	58
2.2.6 Caracterización de las propiedades fisicoquímicas de los diferentes jugos obtenidos en el proceso	59
2.2.6.1 Determinación de pH	60
2.2.6.2 Determinación de °Brix	60
2.2.6.3 Determinación de Pol	61
2.2.6.4 Determinación de pureza	61
2.2.6.5 Determinación de color	62
2.2.7 Cristalización de jugo de caña de azúcar a nivel planta piloto	62
2.2.8 Caracterización de las propiedades fisicoquímicas del azúcar blanco obtenido a nivel planta piloto	63
2.2.8.1 Determinación de la DTC	64
2.2.8.2 Determinación de la MCF	64
2.2.8.3 Determinación de Pol	65
2.2.8.4 Determinación de color por absorbancia en azúcares	65
2.2.9 Comparación de los productos de azúcar blanco (planta piloto) con los generados por el ingenio azucarero (fábrica)	65

CAPÍTULO 3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1 Estrategia para la obtención de azúcar blanco	67
3.1.1 Estrategia para la etapa de clarificación	68
3.1.2 Estrategia para la etapa de decoloración	71
3.2 Clarificación del jugo de caña de azúcar	72
3.2.1 Velocidad de sedimentación del jugo alcalizado	72
3.2.1.1 Turbidez en el jugo claro obtenido del jugo alcalizado	75
3.2.2 Velocidad de sedimentación del jugo filtrado	77
3.2.2.1 Turbidez en el jugo claro obtenido del jugo filtrado	80
3.3 Decoloración del jugo de caña de azúcar	82

3.4 Evaporación del jugo decolorado	84
3.5 Caracterización de las propiedades fisicoquímicas de los diferentes jugos obtenidos en el proceso	86
3.6 Cristalización de meladura a nivel planta piloto	89
3.7 Caracterización de las propiedades fisicoquímicas del azúcar blanco obtenido a nivel planta piloto	91
3.8 Comparación de los productos de azúcar blanco (planta piloto) con los generados por el ingenio azucarero (fábrica)	93
Conclusiones y Recomendaciones	95
Referencias Bibliográficas	101
Anexos	
Anexo A. Resultados de la clarificación del jugo de caña de azúcar	108
A.1 Velocidad de sedimentación del jugo alcalizado	108
A.1.1 Determinación de la turbidez en el jugo claro obtenido del jugo alcalizado	111
A.2 Velocidad de sedimentación del jugo filtrado	112
A.2.1 Determinación de la turbidez en el jugo claro obtenido del jugo filtrado	116
Anexo B. Resultados de la decoloración del jugo de caña de azúcar	117
B.1 Determinación de color en el jugo claro	117
B.2 Determinación de color en el jugo decolorado	118
B.3 Remoción de color en el jugo decolorado	119

LISTA DE FIGURAS

Figura	Página
1.1 Principales calidades del azúcar en México: a) azúcar mascabado, b) azúcar estándar, c) azúcar blanco y d) azúcar refinado	10
1.2 Proceso industrial de obtención de azúcar crudo (CENICAÑA, 2004)	12
1.3 Proceso industrial de refinación de azúcar (CENICAÑA, 2004)	14
1.4 Clarificación o defecación simple en el proceso de elaboración de azúcar crudo (CENICAÑA, 2004)	18
1.5 Etapas de clarificación y decoloración en el proceso de refinación de azúcar (CENICAÑA, 2004)	21
2.1 Diagrama general de la metodología para la obtención de azúcar blanco	39
2.2 Diagrama del cristalizador por lotes a vacío escala planta piloto	44
3.1 Estrategia de proceso para la obtención de azúcar blanco	67
3.2 Estrategia de proceso para la etapa de clarificación	68
3.3 Estrategia de proceso para la etapa de decoloración	71
3.4 Efecto de la concentración de floculante sobre la velocidad de sedimentación del jugo alcalizado	74
3.5 Efecto de la concentración de floculante sobre la turbidez en el jugo claro obtenido del jugo alcalizado	77
3.6 Efecto de la concentración de floculante sobre la velocidad de sedimentación del jugo filtrado	79
3.7 Efecto de la concentración de floculante sobre la turbidez en el jugo claro obtenido del jugo filtrado	81
3.8 Efecto de la concentración de decolorante sobre el porcentaje de remoción de color del jugo decolorado	83
3.9 Cristales de azúcar en cada tiempo de muestreo; corrida: a) original y b) réplica	91

LISTA DE TABLAS

Tabla		Página
1.1	Composición de la caña de azúcar y de los sólidos del guarapo (Chen, 2000)	8
2.1	Propiedades físicas del coadyuvante de clarificación	40
2.2	Propiedades físicas del coadyuvante de decoloración	41
2.3	Simbología de los componentes en el sistema de tuberías del cristalizador por lotes a vacío	45
2.4	Dispositivos e instrumentación del cristalizador por lotes a vacío	45
2.5	Diseño experimental para la medición de las velocidades de sedimentación en el jugo alcalizado	51
2.6	Diseño experimental para la medición de las velocidades de sedimentación en el jugo filtrado	53
2.7	Diseño experimental para la medición de la decoloración en el jugo claro	56
2.8	Condiciones de operación para cristalizar meladura	63
3.1	Velocidades de sedimentación calculadas del jugo alcalizado	73
3.2	ANOVA de las velocidades de sedimentación del jugo alcalizado	74
3.3	Medidas de turbidez en el jugo claro obtenido del jugo alcalizado	76
3.4	ANOVA de la turbidez en el jugo claro obtenido del jugo alcalizado	76
3.5	Velocidades de sedimentación calculadas del jugo filtrado	77
3.6	ANOVA de las velocidades de sedimentación del jugo filtrado	78
3.7	Medidas de turbidez en el jugo claro obtenido del jugo filtrado	80
3.8	ANOVA de la turbidez en el jugo claro obtenido del jugo filtrado	81
3.9	Porcentajes de remoción de color calculados del jugo decolorado	82
3.10	ANOVA de los porcentajes de remoción de color del jugo decolorado	83
3.11	Cálculo del volumen de jugo decolorado a concentrar	85
3.12	Cálculo del volumen de agua evaporada	85
3.13	Caracterización de los diferentes jugos obtenidos en el proceso de	87

	azúcar blanco	
3.14	Cálculo del color en los diferentes jugos obtenidos en el proceso de azúcar blanco	89
3.15	Datos experimentales del proceso de cristalización de meladura	90
3.16	Caracterización del azúcar blanco obtenido a nivel planta piloto	91
3.17	Especificaciones de calidad establecidas por norma para cada tipo de azúcar	93
A.1	Registro de las pruebas de clarificación en el jugo alcalizado del día 1	108
A.2	Registro de las pruebas de clarificación en el jugo alcalizado del día 2	108
A.3	Registro de las pruebas de clarificación en el jugo alcalizado del día 3	109
A.4	Registro de las pruebas de clarificación en el jugo alcalizado del día 4	109
A.5	Registro de las pruebas de clarificación en el jugo alcalizado del día 5	109
A.6	Ajuste lineal de las pruebas de clarificación en el jugo alcalizado	110
A.7	Cálculo de la turbidez en las pruebas de clarificación del jugo alcalizado	111
A.8	Registro de las pruebas de clarificación en el jugo filtrado del día 1	112
A.9	Registro de las pruebas de clarificación en el jugo filtrado del día 2	113
A.10	Registro de las pruebas de clarificación en el jugo filtrado del día 3	113
A.11	Registro de las pruebas de clarificación en el jugo filtrado del día 4	113
A.12	Registro de las pruebas de clarificación en el jugo filtrado del día 5	114
A.13	Ajuste lineal de las pruebas de clarificación en el jugo filtrado	115
A.14	Cálculo de la turbidez en las pruebas de clarificación del jugo filtrado	116
B.1	Cálculo del color en las muestras de jugo claro	117
B.2	Cálculo del color en las muestras de jugo decolorado	118
B.3	Cálculo de la remoción de color en el jugo decolorado	119

NOMENCLATURA

Letras latinas

Símbolo	Descripción	Unidades
ANOVA	Análisis de varianza	
A_s	Absorbancia de la muestra	[–]
b	Longitud de la celda	cm
°Bé	Grados Baumé	
B_j	°Brix del jugo decolorado	°Bx
B_m	°Brix del jugo concentrado o meladura	°Bx
c	Concentración de sólidos de la muestra	g/cm ³
C_1	Concentración del CECDAM en el decolorante	%
C_2	Concentración deseada de la solución a preparar	%
CECDAM	Copolímero de Epiclorhidrin – Dimetilamina	
C_f	Color final	U. I.
C_i	Color inicial	U. I.
D(4,3)	Diámetro de tamaño de cristal promedio en volumen	μm
DBCA	Diseño de bloques completos al azar	
DTC	Distribución de tamaño de cristal	μm
E	Volumen del agua por evaporar	L
F	Estadístico de prueba	
H_0	Hipótesis nula	
H_A	Hipótesis alternativa	
i	Tratamiento	
J	Volumen del jugo decolorado	L
j	Bloque	
M	Volumen del jugo concentrado o meladura	L
MCF	Masa de cristal formada	g
pH_{A_j}	pH ajustado	[–]

pH _i	pH inicial	[–]
Pol	Contenido de sacarosa obtenido por polarización	%
p/v	Concentración peso – volumen	%
R ²	Coefficiente de determinación	[–]
RPAMM	Resina de Poliacrilamida Modificada	
S(4,3)	Desviación estándar del tamaño de cristal en volumen	μm
T	Temperatura	°C
t	Tiempo	min
T _{Aj}	Temperatura ajustada	°C
T _i	Temperatura inicial	°C
U. I.	Unidades ICUMSA	
V ₁	Volumen de decolorante necesario para la solución	mL
V ₂	Volumen de la solución a preparar	mL
VS	Velocidad de sedimentación	mL _{Sólidos} /min
v/v	Concentración volumen – volumen	%
Y	Variable de respuesta	

Letras griegas

Símbolo	Descripción	Unidades
γ	Efecto debido al bloque	
ε	Error aleatorio atribuible a la medición	
μ	Media	
μm	Micras	
ρ	Densidad	g/cm ³
σ ²	Varianza	
τ	Efecto debido al tratamiento	

INTRODUCCIÓN

En la agroindustria azucarera, después de la cosecha de la caña se llevan a cabo una serie de etapas para obtener el azúcar, generalmente en dos calidades: crudo y refinado; el proceso de obtención de azúcar crudo está conformado por las etapas de extracción, clarificación, evaporación, cristalización y centrifugación. Dentro de estas etapas sobresale la clarificación del jugo de la caña de azúcar, que es donde se eliminan la máxima cantidad de impurezas suspendidas (tanto solubles como insolubles) y los no azúcares (minerales, proteínas, polisacáridos, etc.) para obtener jugo clarificado con baja turbidez (Thai *et al.*, 2012). El grado de clarificación que se logra tiene efecto sobre las etapas siguientes del proceso: afecta la cocción en tachos, el centrifugado, la calidad de los productos, etc. (Chen, 2000).

Por otro lado, en el proceso de obtención de azúcar refinado, se funde el azúcar crudo y se realiza una segunda clarificación para prescindir completamente de las impurezas solubles y coloidales que escaparon en la fabricación de éste, posteriormente es necesaria la decoloración, que es una operación clave para determinar la calidad del azúcar, ya que el color es una propiedad que se percibe de inmediato (Chen, 2000). En esta etapa no sólo se remueve el color, debido a que los colorantes interactúan con otros componentes del licor claro (precursores del color, materiales coloidales, azúcares no orgánicos, etc.) de manera que todos ellos se eliminan también, generando un licor de calidad para cristalizar y obtener un producto de alta pureza, el azúcar refinado (Spencer y Meade, 1967).

Un punto importante en la producción y consumo de azúcar de caña, es el aumento en el mercado de los azúcares blancos, su producción se está haciendo un factor económico importante en los países donde el azúcar crudo ha sido el principal producto de comercialización, debido a que el proceso de refinado no es económicamente redituable para sus ingenios azucareros; entonces, para contrarrestar dicha demanda es necesario organizar nuevas instalaciones para la

producción de azúcar blanco directo sin necesidad de construir una refinería que implique una alta inversión en infraestructura y costos de operación elevados.

Es evidente que la refinación del azúcar de caña es un proceso que requiere grandes instalaciones, insumos, energía y costos; sin embargo, al observar que la etapa de clarificación tiene efectos relevantes a través de todo el proceso tanto de crudo como de refinado, puede ser viable establecer una estrategia para clarificar y decolorar el jugo de azúcar de caña en etapas consecutivas o en directo, para obtener un azúcar blanco sin necesidad de invertir en producir azúcar crudo que se vuelva a fundir, reclarificar y decolorar para cristalizar nuevamente, acortando con esto etapas del proceso para llegar a un producto final con características similares de calidad al azúcar refinado, pero mediante una técnica más económica.

En base a la problemática mencionada, se tiene por objetivo desarrollar estrategias a nivel laboratorio para la obtención de azúcar blanco, esto como aporte tecnológico para reducir etapas, consumos energéticos y costos de operación en el proceso industrial de producción de azúcar. Conociendo el proceso de fabricación y refinación de azúcar crudo, se establecerán mejoras en las etapas de clarificación y decoloración del jugo de caña de azúcar, las cuales son importantes para la calidad del producto final, principalmente en cuestión de color, que es un aspecto que lo hace aceptable para el consumidor. Dichas estrategias consisten en la unificación de la etapa de clarificación del proceso de crudo con la etapa de decoloración del proceso de refinado, prescindiendo de las operaciones de obtención del azúcar crudo, las cuales implican costos significativos de inversión y producción; con ello se propondrá una contribución tecnológica para la elaboración de un producto diferenciado que sea competitivo en el sector azucarero, principalmente frente al azúcar refinado tradicional, trayendo un beneficio a las industrias que no cuentan con la línea de refinación en sus procesos (35 de 51 ingenios operando en la zafra 2016/17) (CONADESUCA, 2016), al colocar un producto a un precio más favorable con respecto a la comercialización de azúcar crudo o estándar.

CAPÍTULO 1
FUNDAMENTOS TEÓRICOS

CAPÍTULO 1 FUNDAMENTOS TEÓRICOS

1.1 Estado del arte

1.1.1 Antecedentes

Bojórquez *et al.* (2009) patentaron un proceso de purificación de jarabe de azúcar, denominado comúnmente azúcar líquida, preparado con azúcar cruda granulada de caña, para obtener un producto denominado azúcar líquida purificada, con un grado de pureza, referida al contenido de cenizas y color, similar o mayor que la pureza de un jarabe preparado a partir de azúcar refinada granulada de caña. El proceso consiste en la disolución del azúcar crudo granulado para obtener un jarabe, filtración, decoloración primaria por intercambio iónico con resinas del tipo aniónica base fuerte, desmineralización y decoloración complementaria por intercambio iónico con resinas del tipo catiónicas y aniónicas empacadas en columna de lecho mixto, pulido del jarabe por contacto con un material adsorbente en polvo, filtración y tratamiento con rayos ultravioleta.

Dionisi y Calabrese (2009) patentaron un proceso para clarificar el jugo crudo de la caña de azúcar, que comprende la adición de una fuente de cal, añadiendo un coloide inorgánico aniónico y la separación del jugo de caña resultante.

Dos Santos *et al.* (2014) estudiaron la clarificación del jugo de caña de azúcar de COCAFE Mill, usando membranas cerámicas tubulares ($\alpha - \text{Al}_2\text{O}_3/\text{TiO}_2$) con tamaño de poro de 0.1 y 0.3 μm y área de membrana de 0.005 m^2 . Realizaron los experimentos en lote con el jugo de caña de azúcar, en una unidad piloto de micro y ultrafiltración utilizando el principio de filtración tangencial. Las membranas cerámicas fueron capaces de eliminar las partículas coloidales, produciendo un jugo limpio permeado con reducción de color.

Quezada y Gallardo (2014) incorporaron soluciones mucilaginosas en la clarificación de jugos, como alternativa de cambio en la agroindustria panelera del Ecuador. De un estudio realizado con 14 plantas mucilaginosas, cuatro especies vegetales: Yausabara (*Pavonia sepium* A. St-Hil), Yausa (*Abutilon insigne* Planch), Cadillo negro (*Triumfetta lappula* L) y Falso Joaquín (*Hibiscus rosa sinensis*), arrojaron los mejores resultados como agentes clarificadores. Los resultados demostraron que la temperatura, concentración y solución mucilaginosa de incorporación, inciden en la clarificación del jugo.

León *et al.* (2015) estudiaron las condiciones para la obtención de un intercambiador aniónico a partir de la modificación química de la fracción fibrosa del bagazo por eterificación en medio básico. Evaluaron la influencia que ejercen en la sustitución los parámetros concentración de hidróxido de sodio, la relación molar celulosa / clorhidrato de dietilaminoetilamina y el tiempo de reacción. Demostraron que el producto removi6 40% – 60% de color en soluciones azucaradas, por lo puede emplearse en la industria azucarera para eliminar compuestos de tipo i6nico.

Thai *et al.* (2015) examinaron mediante espectroscopia y difracción de rayos X el efecto de las impurezas sobre las propiedades fisicoquímicas de los fl6culos de fosfato de calcio, para obtener una mejor comprensi6n del papel de los fl6culos durante el proceso de clarificaci6n del jugo. Los resultados en las soluciones sint6ticas de jugo de az6car mostraron que la presencia de iones de SiO₂ y Na⁺ afecta el tama6o y la estructura de los fl6culos. El estudio revel6 que altos niveles de iones Na⁺ tendrían un impacto negativo en el proceso de clarificaci6n de la mayoría, ya que reducirían la cantidad de partícula en suspensi6n atrapadas por los fl6culos.

1.1.2 Avances

Díaz (2011) efectu6 un estudio comparativo de la distribuci6n del tama6o de cristal (DTC) y masa de cristal formado (MCF) provenientes del proceso de cristalizaci6n

industrial (área de crudo y refinado) y de una planta piloto para determinar parámetros de escalamiento (correlacionar el tamaño de cristal formado, masa del producto, con modelos cinéticos y números adimensionales entre la planta piloto y un tacho industrial). Para la MCF concluyó que el tiempo de muestreo tiene un efecto significativo para la obtención de la cantidad de MCF durante el proceso de cristalización del azúcar de caña y para la DTC se concluyó que el equipo de proceso y tiempo de muestreo presentan un efecto significativo en el tamaño de cristal durante la cristalización.

Laksameethanasana *et al.* (2012) estudiaron el proceso de producción de jarabe de caña de azúcar para la comunidad. Analizaron la turbidez, color, pH y evaluación sensorial para determinar el efecto de clarificación debido a tres agentes clarificantes: cal, bentonita y carbón activado. El jarabe de jugo tratado con 3% de bentonita y 0.3% de carbón activado dio el valor de absorbancia más bajo a 420 nm correspondiente al color más claro con 52.4% de sacarosa. La evaluación sensorial reveló la semejanza de color de los jarabes de jugos clarificados por cuatro tratamientos diferentes fue en el rango de 4.78 a 5.84 de la escala de 7.

Marín (2012) realizó ensayos a escala de preparación del floculante LIPESA 1521 M, con la finalidad de determinar las condiciones fisicoquímicas de preparación con las que se obtuviera una mayor eficiencia en la clarificación de jugo de la fábrica. Mediante un análisis comparativo entre la metodología de preparación de floculante según el fabricante y los operarios, estableció el método correcto de preparación.

Thai *et al.* (2012) realizaron estudios de diferentes técnicas de encalado para identificar cuál es la que ofrece el mejor rendimiento de clarificación del jugo exprimido de la caña verde que contiene la mitad de toda la basura extraída. Los resultados demostraron que la adición de sacarato de cal al jugo a 76 °C, ya sea continuo o por lotes da velocidades satisfactorias de sedimentación de los flóculos de

fosfato de calcio (50 – 70 cm/min) y jugo clarificado con baja turbidez y cantidades mínimas de componentes minerales.

Zhuang *et al.* (2012) investigaron un biofloculante producido por *B. licheniformis* con respecto a un medio de cultivo a bajo costo y su aplicación industrial. Éste fue aplicado para tratar el jugo de caña neutralizado para eliminar coloides, partículas en suspensión y materias colorantes en una fábrica de refinación de azúcar. Las condiciones de operación óptimas fueron: una dosis de biofloculante de 21 U/mL, pH 7.3 y una temperatura de calentamiento de 100 °C. El color y la turbidez del jugo de caña de azúcar alcanzaron 1267 UI y 206 UI, respectivamente, después de la clarificación con el biofloculante; estos valores fueron casi los mismos que los adquiridos después del tratamiento con poliacrilamida (PAM), el floculante más comúnmente utilizado en las industrias azucareras.

Sánchez *et al.* (2015) presentaron una técnica para la determinación de la DTC a partir de la velocidad de sedimentación de una solución de cristales de azúcar de caña – etanol anhidro. La velocidad de sedimentación de las partículas fue calculada a partir de perfiles de % transmisión – extinción obtenidos mediante un equipo LUMiReader® que emplea la tecnología STEP® (Space – and Time – resolved Extinction Profiles), acoplado a la técnica de seguimiento de interfaz. Para la obtención de la DTC, únicamente se requiere dar solución a la ecuación de Stokes, lo que representa un tiempo de análisis corto.

1.2 Azúcar de caña

El azúcar de caña es el azúcar producido a partir de la caña de azúcar (*Saccharum officinarum*), alrededor del 70% del azúcar que se produce en el mundo proviene de esta planta. El valor comercial de la caña de azúcar deriva de la preponderancia de la sacarosa como constituyente del jugo (guarapo) de la planta madura y de la

capacidad que tiene ésta de cristalizar a partir de un jarabe espeso, mientras que la glucosa y la fructosa (azúcares simples que también se encuentran en la caña de azúcar, aunque en cantidades menores) permanecen disueltas. El conocimiento de la composición del jugo (Tabla 1.1) y la comprensión de las propiedades químicas y de las reacciones de los componentes de la caña de azúcar son esenciales para el control y mejoramiento efectivo de los procesos de producción del azúcar de caña (Spencer y Meade, 1967).

Tabla 1.1 Composición de la caña de azúcar y de los sólidos del guarapo (Chen, 2000)

<i>Caña triturada</i>	<i>Caña (%)</i>
Agua	73 – 76
Sólidos	24 – 27
Sólidos solubles	10 – 16
Fibra (seca)	11 – 16
<i>Componentes del guarapo</i>	<i>Sólidos solubles (%)</i>
Azúcares	75 – 92
Sacarosa	70 – 88
Glucosa	2 – 4
Fructosa	2 – 4
Sales	3.0 – 4.5
Ácidos inorgánicos	1.5 – 4.5
Ácidos orgánicos	1.0 – 3.0
Ácidos orgánicos	1.5 – 5.5
Ácidos carboxílicos	1.1 – 3.0
Aminoácidos	0.5 – 2.5
Otros no azúcares orgánicos	
Proteínas	0.5 – 0.6
Almidón	0.001 – 0.050
Gomas	0.30 – 0.60
Ceras, grasa, fosfátidos	0.05 – 0.15
Otros	3.0 – 5.0

La sacarosa es el azúcar de uso doméstico e industrial y es el azúcar más común en el reino vegetal. Se encuentra en todas las partes de la planta de caña de azúcar,

pero abunda más en el tallo. Los azúcares monosacáridos, glucosa y fructosa, se condensan para formar sacarosa y agua, por lo tanto, la sacarosa tiene la fórmula empírica $C_{12}H_{22}O_{11}$ y un peso molecular de 342.3 (Chen, 2000).

Los cristales de sacarosa son prismas monoclinicos que tienen una densidad de 1.588; una solución al 26% (p/p) tiene una densidad de 1.18175 a 20 °C (Hugot, 1974). La sacarosa es ópticamente activa con la rotación específica $[\alpha]_D^{20} + 66.53$ cuando se utiliza un peso normal. Su punto de fusión es de 188 °C (370 °F) y se descompone al fundirse. El índice de refracción es de 1.3740 para una solución al 26% (p/p). La sacarosa es soluble tanto en agua como en etanol y es sólo ligeramente soluble en metanol e insoluble en éter, cloroformo y alcohol isopropílico.

1.2.1 Calidad del azúcar

Una de las clasificaciones importantes mediante las cuales se agrupa al azúcar es de acuerdo con la calidad final o grado de refinación en su proceso de fabricación. Normalmente, la refinación se expresa en forma visual a través del color, que está dado principalmente por el porcentaje de sacarosa que contienen los cristales. En México, las calidades principales por las cuales se divide el azúcar son:

- a) *Azúcar crudo, mascabado o Barbados*: es el producto sólido derivado de la caña de azúcar, constituido esencialmente por cristales sueltos de sacarosa, que se encuentran cubiertos por una película de su miel madre (Figura 1.1a), en una concentración mínima de 96% de polarización. Este tipo de azúcar se obtiene mediante proceso industrial conformado de las operaciones unitarias de extracción, clarificación, evaporación, cristalización y centrifugación (NMX-F-085-SCFI-2004). Es de color marrón y tiene una melaza particularmente de sabor fuerte, los cristales son ligeramente más gruesos y pegajosos en textura que la azúcar morena “regular”.



Figura 1.1 Principales calidades del azúcar en México: a) azúcar mascabado, b) azúcar estándar, c) azúcar blanco y d) azúcar refinado

- b) *Azúcar estándar, morena o rubio*: es el producto sólido derivado de la caña de azúcar, constituido esencialmente por cristales sueltos de sacarosa, en una concentración mínima de 99.4% de polarización (NMX-F-084-SCFI-2004). Este tipo de azúcar se obtiene mediante proceso similar al utilizado para producir azúcar mascabado, aplicando variantes en las etapas de clarificación y centrifugación, con el fin de conseguir la calidad del producto deseada. Este azúcar es azúcar en bruto que ha sido parcialmente procesado, donde sólo la melaza de la superficie ha sido lavada, tiene un color rubio (Figura 1.1b) y se utiliza a menudo en el té y otras bebidas (The Sugar Association, 2016).
- c) *Azúcar blanco o blanco especial*: producto sólido derivado de la caña de azúcar, constituido esencialmente por cristales sueltos de sacarosa, en una concentración mínima de 99.7% de polarización (NMX-F-516-SCFI-2004). Este tipo de azúcar se obtiene mediante proceso similar al utilizado para producir azúcar mascabado y estándar, optimizando las etapas de clarificación y centrifugación, para alcanzar la calidad deseada (Figura 1.1c), sin someterse al proceso de refinación.
- d) *Azúcar refinado*: producto sólido derivado de la caña de azúcar, constituido esencialmente por cristales sueltos de sacarosa, en una concentración mínima de 99.9% de polarización (NMX-F-003-SCFI-2004). Este tipo de azúcar se obtiene sometiendo el azúcar mascabado o estándar a proceso de fundición mediante los procedimientos industriales apropiados para refinarlo (Figura 1.1d). De todos los

tipos de azúcares existentes, es el más conocido, con más grado de pureza (casi en su totalidad es sacarosa) y el que está presente en mayor medida en los hogares (Azucarera, 2016).

1.2.2 Proceso de elaboración y refinación del azúcar crudo

La producción de azúcar de caña es un proceso muy laborioso que parte desde las diferentes variedades de caña, su corte y el transporte de la misma hasta donde va a ser procesada. En el proceso de elaboración, se van a tener principalmente los productos siguientes: azúcar, mieles, bagazo y cenizas.

Industrialmente, el azúcar de caña se obtiene mediante dos etapas o procesos denominados azúcar crudo y azúcar refinado, cuya diferencia estriba en la pureza del producto final. A continuación se hace una descripción resumida de dichos procesos:

❖ Primera etapa: azúcar crudo (Figura 1.2)

- 1) *Cultivo, transporte y preparación.* La caña de azúcar se cultiva en el campo y al madurar se corta para ser transportada en camiones al ingenio. Al recibir la caña en la central (batey) se toma una muestra para analizar y determinar su contenido de sacarosa y calcular su valor. Luego la caña es pesada y descargada para prepararla para la molienda, roturando y desfibrando los tallos de caña para alimentar así continuamente los molinos.
- 2) *Molienda o extracción.* Por medio de molinos de rodillos o mazas se da la extracción del jugo contenido en la fibra de la caña. Se utilizan aspersiones de agua o jugo diluido a contracorriente (imbibición) para ayudar a la extracción que llega hasta 92% o 95% del azúcar contenido en la caña. Como subproducto se obtiene bagazo residual que sale del último molino, el cual es utilizado generalmente como combustible en las calderas (León *et al.*, 2015).

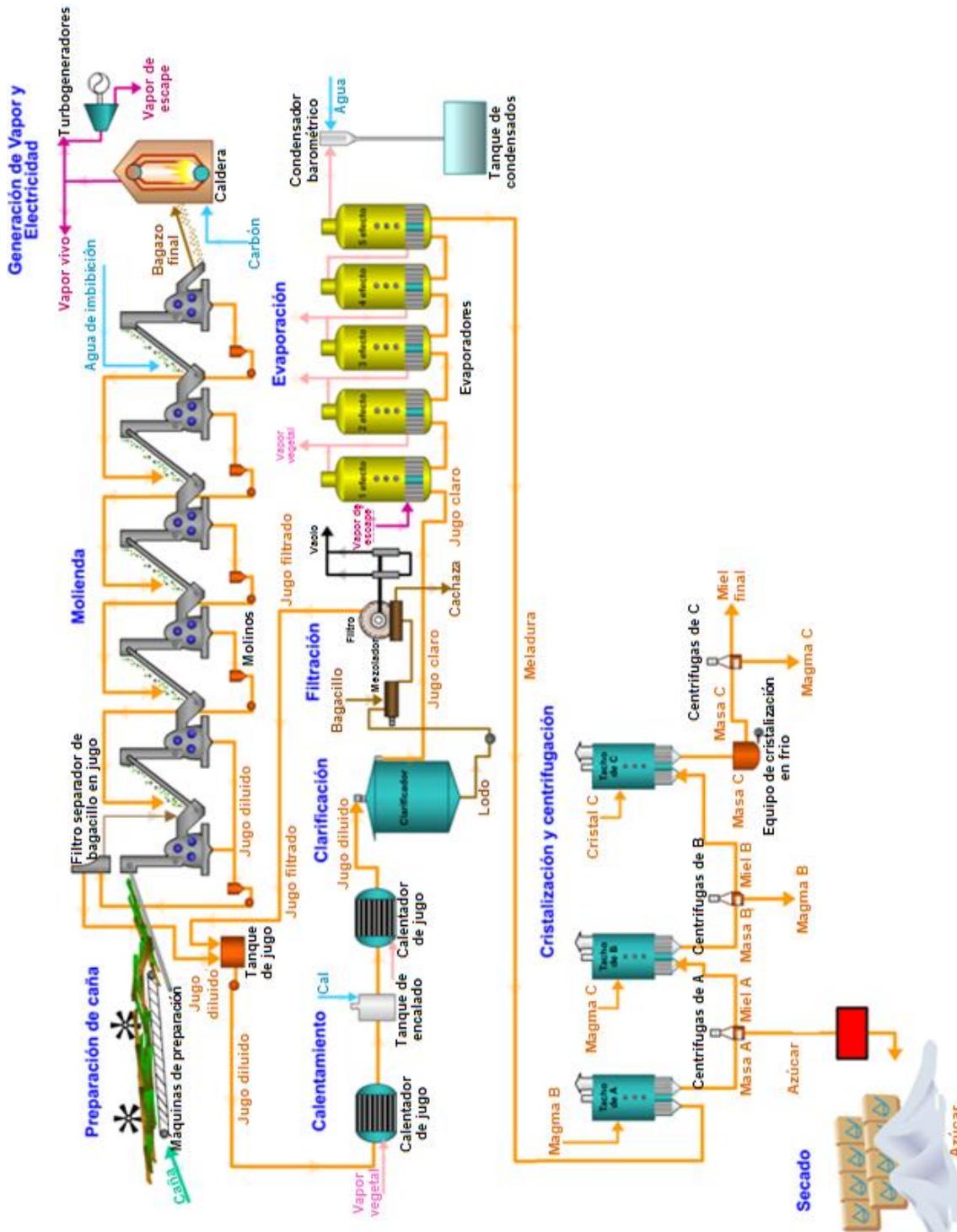


Figura 1.2 Proceso industrial de obtención de azúcar crudo (CENICAÑA, 2004)

- 3) *Clarificación (defecación) o purificación del jugo.* El jugo de caña extraído es ácido y turbio, por lo que se trata con una lechada de cal para elevar el pH con el objetivo de minimizar las posibles pérdidas de sacarosa (Kimatu *et al.*, 2015). El jugo ahora alcalizado inicia una etapa de calentamiento hasta el punto de ebullición, facilitando con ello la coagulación de los sólidos insolubles para separarlos por sedimentación del jugo claro que queda en la parte superior del clarificador. El precipitado (lodos) se filtra en tambores rotativos de filtración, en donde el jugo filtrado regresa al proceso para ser aprovechado y la torta de prensa (cachaza) es desechada o se regresa a los campos como fertilizante.

- 4) *Evaporación.* El jugo clarificado, transparente y de un color parduzco contiene aproximadamente 85% de agua; éste pasa a los evaporadores en los cuales se elimina alrededor de dos terceras partes de esta agua. Los evaporadores trabajan al vacío y en múltiple efecto, es decir el vapor producido por la evaporación de agua en el primer efecto es utilizado para calentar el segundo y así sucesivamente, hasta llegar al último efecto que entrega sus vapores a un condensador. El jugo obtenido es un jarabe o jugo concentrado que se denomina meladura, con una concentración de sólidos de 60% (60 °Bx).

- 5) *Cristalización.* La meladura pasa a tachos al vacío de simple efecto, donde continúa la evaporación de agua hasta que queda una solución saturada, lo que ocasiona la cristalización del azúcar. En este momento se introducen al tacho pequeños cristales de azúcar llamado pie de temple (semilla) a fin de que sirvan de núcleos para los cristales de azúcar y puedan continuar creciendo hasta llenar el tacho sin que se formen cristales adicionales de los originales, con el tamaño deseado. La temple (contenido del tacho) se descarga posteriormente a un mezclador o cristizador (Díaz, 2011).

6) *Centrifugación o purga*. En los tachos se obtienen masas con diferentes proporciones de cristales y miel; la separación de los componentes de estas masas se hace por centrifugación. Las centrifugas son cilindros que giran a gran velocidad (1000 – 1800 rpm) y están cubiertos con una malla fina metálica, el líquido se escapa entre la malla y los cristales quedan atrapados dentro de la centrifuga para luego ser lavados con agua. De las centrifugas sale azúcar crudo y miel.

7) *Secado*. Se realiza en secadores especiales de tambor rotativo donde, por acción del flujo de aire caliente, se elimina la humedad de los cristales, quedando el azúcar crudo (Hugot, 1974).

❖ Segunda etapa: azúcar refinado (Figura 1.3)

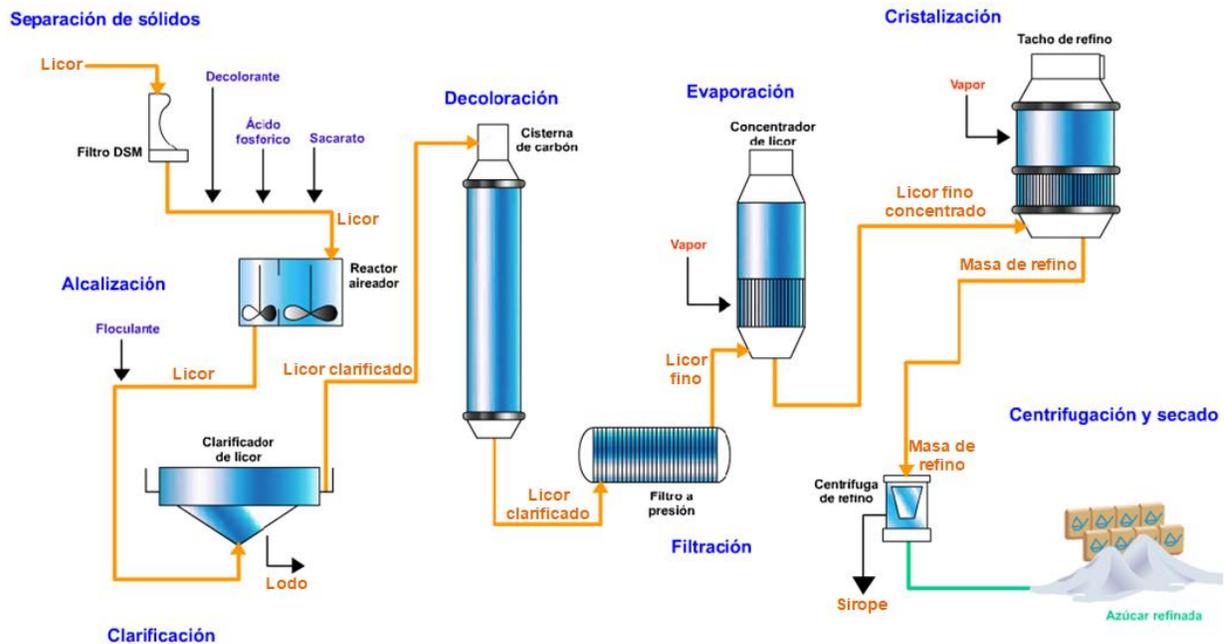


Figura 1.3 Proceso industrial de refinación de azúcar (CENICAÑA, 2004)

1) *Afinación o lavado*. Es necesario realizar un lavado de los cristales de azúcar crudo para eliminar la película de mieles que se adhiere a la superficie de los

cristales. La separación implica mezclar el azúcar crudo con jarabe concentrado (de casi 75 °Bx), después centrifugar y lavar con agua caliente.

- 2) *Disolución o fundido*. El azúcar lavado es disuelto en aproximadamente la mitad de su peso en agua en un tanque fundidor provisto de un dispositivo para mezclar, mientras se le aplica vapor de escape para facilitar la formación de la solución, llamada licor fundido (Bojórquez *et al.*, 2009).
- 3) *Clarificación*. El licor del crudo lavado contiene algún material insoluble que escapó de la clarificación en la primera etapa o se formó en los procesos posteriores de fabricación. Éste es también ácido, por lo que se trata con ciertas sustancias, agitación y calor para lograr la separación de las impurezas, las cuales fácilmente pueden ser retiradas en el clarificador, obteniendo así licor clarificado.
- 4) *Decoloración*. Por lo general se utilizan columnas de carbón activado para retener los agentes que aportan el color al licor clarificado. El licor ingresa a las columnas a un °Brix elevado (65 °Bx o más), a 70 – 85 °C (160 – 185 °F) y a un pH variable (de 7.5 a 8.5) dependiente del método de clarificación. El gasto corriente es 1m³/m²h, lo que equivale a un tiempo de contacto de 4 h.
- 5) *Evaporación*. Se realiza por medio de un proceso similar a la concentración del jugo en el proceso de azúcar crudo, obteniéndose un producto llamado licor concentrado a 70 °Bx o más alto, lo que economiza vapor en los tachos.
- 6) *Cristalización*. El licor concentrado pasa a los tachos de refino, donde se efectúa la siembra de cristales y una vez que estos adquieren el tamaño deseado, la templa o batch se da por terminada (Díaz, 2011).

- 7) *Centrifugación*. La templa pasa por centrifugas, donde se separan los cristales de azúcar refinada del jarabe o sirope (Le y Hoang, 2015).
- 8) *Secado*. Se realiza en secadores especiales, que mediante el uso de aire caliente eliminan la humedad de los cristales quedando el azúcar refinado con 99.9% de pureza en sacarosa. También el azúcar refinado se puede lavar con vapor condensado, secar con aire caliente, clasificar según el tamaño del cristal y almacenar en silos para su posterior empaque (Chen, 2000).

1.2.2.1 Azúcares blancos de consumo directo obtenidos en el ingenio

El azúcar blanco de consumo directo es el que se cristaliza directamente del jugo de caña concentrado, sin el paso intermedio de la fabricación de un crudo que se funde para purificación o refinación posterior. Estos azúcares producidos en el ingenio comprenden desde el azúcar de grado “turbinado”, un azúcar crudo lavado de alta pureza (generalmente secado con vapor en las centrifugas) hasta el “granulado de plantación”, que es un producto casi blanco que en las mejores condiciones puede aproximarse a la calidad del granulado normal que se fabrica por refinación.

Para producir tales azúcares, es necesario recurrir a procesos más complejos que la simple defecación. Los procesos que utilizan SO_2 o CO_2 junto con la cal (sulfitación y carbonatación, respectivamente) son los métodos más antiguos y mejor conocidos (de hecho, los únicos) en uso general.

Es difícil producir en el ingenio un azúcar de calidad uniforme debido a la variación en la pureza de la materia prima. Resulta obvio que cualquier selección de los jugos con el fin de obtener una mayor pureza en la fabricación del azúcar blanco, contribuirá a mantener la uniformidad del producto. Los azúcares producidos por el proceso de carbonatación tienen una calidad más uniforme que los producidos por sulfitación, pero el costo es mucho mayor. La carbonatación no se utiliza mucho en el

Hemisferio Occidental, en Java, Taiwán, India, Sudáfrica y otros países del Hemisferio Oriental se produce una gran cantidad de azúcar blanca utilizando tanto el SO_2 como el CO_2 . Donde se produzcan azúcares de consumo directo, deberán prevalecer elevadas normas de limpieza y saneamiento (Spencer y Meade, 1967).

1.3 Clarificación

La clarificación es una de las etapas más importantes en proceso de elaboración de azúcar pues con una buena clarificación, se obtiene una calidad excelente de azúcar, en caso contrario, repercute en cada una de las etapas subsecuentes del proceso, lo cual no es posible corregir. Su principal objetivo es eliminar la máxima cantidad de impurezas del jugo en la etapa más temprana del proceso que permitan las otras consideraciones del mismo, tales como la claridad y reacción del jugo claro.

En la fabricación de azúcar crudo, la cal y el calor son casi los únicos agentes que se utilizan con este fin, aunque generalmente se añade una pequeña cantidad de fosfato soluble. La fabricación de azúcares para el consumo directo (es decir, azúcar blanco, “granulado de plantación” o cualquier otro tipo de azúcar no refinada que se destina al consumo) requiere el uso de otras sustancias químicas además de la cal (Alavés, 2010). En refinación, la clarificación se define como el tratamiento del licor del crudo o de los lavados de crudo con ciertas sustancias y calor para lograr la precipitación de las impurezas solubles y coloidales.

Para purificar el jugo, se han ensayado centenas de productos, a la fecha sólo cuatro tienen importancia industrial: la cal, CaO (defecación); el ácido sulfuroso, SO_2 (sulfitación); el ácido fosfórico, P_2O_5 (fosfatación) y el ácido carbónico, CO_2 (carbonatación) (Hugot, 1974).

1.3.1 Sistemas de clarificación

❖ Primera etapa de clarificación (azúcar crudo)

La clarificación con cal y calor, conocida como proceso de defecación simple (Figura 1.4), es el método más antiguo para purificar el jugo y en muchos sentidos es el más efectivo, el procedimiento varía ampliamente en las diferentes localidades o fábricas (ingenios) y en las diferentes condiciones que presente el jugo extraído.

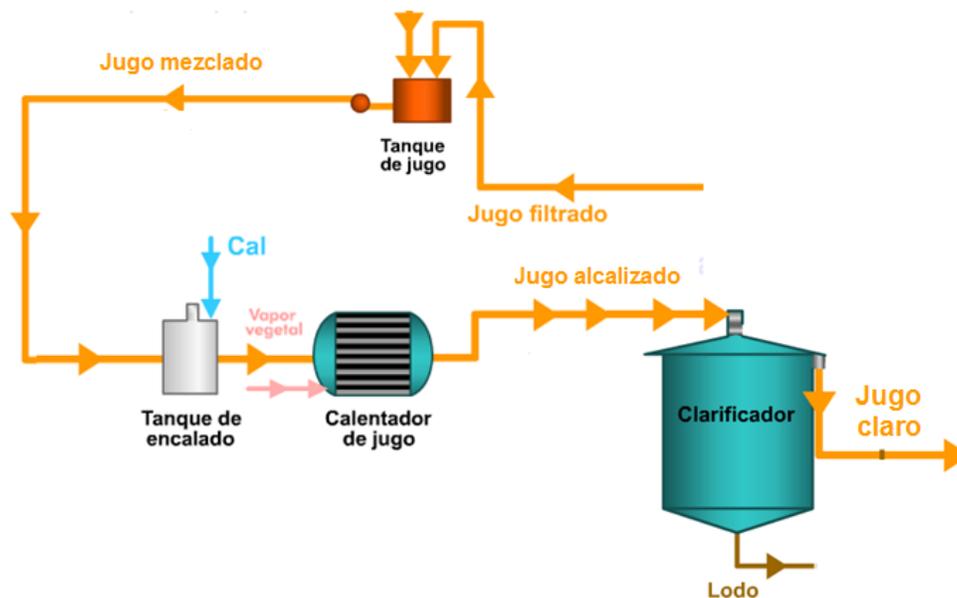


Figura 1.4 Clarificación o defecación simple en el proceso de elaboración de azúcar crudo (CENICAÑA, 2004)

Por lo general, se añade la cal suficiente para neutralizar los ácidos orgánicos que contiene el jugo; la lechada de cal, alrededor de 1 lb (0.5 kg CaO) por tonelada de caña, neutraliza la acidez natural del guarapo, formando sales insolubles de calcio, en su mayor parte fosfato de calcio (Thai *et al.*, 2015). Después se eleva la temperatura a 95 °C (200 °F) o más; el calentamiento del guarapo alcalizado hasta el punto de ebullición o ligeramente arriba, coagula los no azúcares (albúmina y algunas grasas, ceras y gomas). El precipitado denso de composición compleja

formado, en parte más ligero y en parte más denso que el jugo, atrapa los sólidos en suspensión al igual que las partículas más finas y los arrastra por floculación.

La separación del precipitado o lodos del jugo se efectúa casi universalmente mediante la sedimentación y la decantación, para ello existen diferentes tipos de defecadores y clarificadores que están diseñados para llevar a cabo esta separación tan completa y rápidamente como sea posible (Costa *et al.*, 2014).

El proceso de defecación simple era antiguamente más o menos uniforme en todo el mundo, pero se han efectuado muchas modificaciones, no sólo por la importancia que se da actualmente al logro de una clarificación más eficiente, sino también por la necesidad de dar tratamiento especial a los jugos refractarios o difíciles de tratar que producen ciertas variedades de caña. Las etapas del proceso y algunas modificaciones o variantes de cada una son las siguientes (Chen, 2000):

- Método de añadir la cal: como lechada, en forma discontinua o continua; como sacarato (cal disuelta en soluciones de sacarosa) (Thai *et al.*, 2012).
- Regulación de la cantidad de cal: pruebas periódicas; registro continuo del pH; alimentación automática mediante el control del pH.
- Momento en que se añade la cal: antes de calentar el jugo; “alcalinización demorada” (aumento del tiempo de reacción antes de calentar); después de calentar; en fracciones, antes y después de calentar.
- Temperaturas: ebullición; sobrecalentamiento; calefacción en dos etapas.
- Tratamiento de los jugos procedentes de diferentes molinos: clarificación simple; clarificación compuesta y clarificación separada.
- Método de decantación: decantadores abiertos; decantadores continuos y cerrados.
- Tratamiento de espumas: filtración simple; filtración doble; retorno a los molinos; redefecación por separado o con jugos diluidos, como en la clarificación compuesta.

Resulta evidente que la combinación de las anteriores modificaciones hace posible una gran cantidad de procedimientos. El procedimiento ya bastante generalizado de añadir algún tipo de fosfato soluble, generalmente al jugo crudo, pero a menudo en una etapa posterior y la innovación más reciente que consiste en el uso de polielectrólitos como agentes floculadores han complicado todavía más los procesos de clarificación (Costa *et al.*, 2014).

❖ Segunda etapa de clarificación (azúcar refinado)

El licor del crudo lavado que viene del tanque de fundido contiene algún material insoluble, tal como bagacillo, arcilla, arena y una cantidad apreciable de suspensiones finas y dispersoides; también contiene gomas, pectinas y otros coloides. La clarificación del licor comprende inicialmente la retención de dichos sólidos insolubles por medio de filtración (Dos Santos *et al.*, 2014), posteriormente se mezclan determinados insumos para alcalizar el licor al cual se le añade también un floculante que ayude a la separación por flotación de las impurezas; los flóculos son muy pequeños y para facilitar su agrupamiento se inyecta aire al licor, que además con ayuda de calor, se separan finalmente en forma de nata en los clarificadores (Figura 1.5).

En las refinерías modernas se usan dos métodos de clarificación. La primera, a la que podría llamarsele tratamiento químico, emplea sustancias que forman un precipitado en el licor; la segunda emplea adyuvantes de la filtración inertes que permiten la filtración a presión. Los más comunes de los defecantes químicos son el ácido fosfórico, el bióxido de carbono y la cal; los coadyuvantes de la filtración inertes utilizan mucho menos cal que los defecantes químicos y solamente se necesitan en cantidad suficiente para neutralizar a los ácidos orgánicos presentes.

Antiguamente, la clarificación, sin importar de que tipo, se llevaba a cabo por lotes en cachaceras, tanques cilíndricos con fondos cónicos, agitación mecánica y

serpentines de vapor. Actualmente el licor del azúcar lavado es generalmente continuo controlado automáticamente y si se usan cachaceras, sólo sirven como tanques de agitación (Chen, 2000).

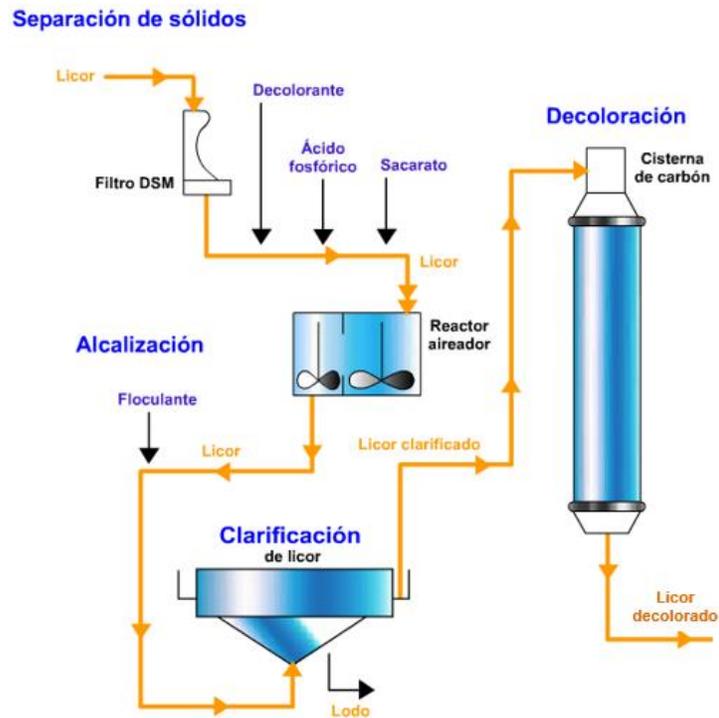


Figura 1.5 Etapas de clarificación y decoloración en el proceso de refinación de azúcar (CENICAÑA, 2004)

A causa de que tales sistemas son sensibles a los licores de baja pureza y producen una claridad indefinida, así como también debido al gran volumen de los precipitados formados, de manera usual se evita la defecación química en los jarabes de afinación. Para efectuar la filtración previa a la del carbón de huesos, la mayoría de las refineras emplean adyuvantes de la filtración inertes combinados con presión.

1.3.2 Control del pH

La concentración del pH en el jugo de una planta madura normal de caña de azúcar varía entre 4.73 y 5.63, pero el valor corriente oscila entre 5.2 y 5.4. El pH óptimo al

que se debe llevar el jugo mediante la alcalinización depende de muchas condiciones y varía según la localización del ingenio, la variedad y madurez de la caña, la capacidad del equipo de decantación y otras condiciones locales.

En general, resulta deseable agregar el mínimo de cal que produzca un jugo claro con una reacción final cercana a un pH de 7.0. En las áreas donde la caña no está completamente madura al cosecharse, los ácidos orgánicos del jugo mantienen el pH por debajo de 7.0 en el jugo claro, si el pH de estos llega a 7.0 puede haber una adición excesiva de cal. Es necesario evitar la alcalinización excesiva y si no es posible obtener un jugo claro por defecación simple sin tener que alcalinizarlo hasta un pH muy alto, debe añadirse fosfato o emplearse alguna otra modificación del proceso (Hugot, 1974). La adición de polímeros floculantes ha demostrado ser útil como auxiliar del proceso de cal y calor.

Asimismo, debe evitarse alcalinizar el jugo mixto a un pH de 8.5 o mayor; entre las desventajas reconocidas de lo anterior se incluyen: presencia de una cantidad excesiva de sales solubles de calcio, descomposición de los azúcares reductores con el consecuente aumento de color y que nuevamente se pongan en solución algunos cuerpos nitrogenados. Por consiguiente, son necesarias algunas pautas para el control efectivo del pH; se ha llegado a la conclusión que la operación efectiva de: 1) el control del flujo del jugo, 2) la preparación del jugo y 3) la dilución de la cal para la inyección, pueden controlar el pH dentro de una precisión de ± 0.05 de unidad.

Durante el calentamiento y la decantación, siempre tiene lugar una disminución del pH; este cambio se atribuye a la cantidad de fosfato contenida en el jugo y no a una acción microbiológica (Chen, 2000).

Los procesos de refinación requieren un control mucho más rígido del pH; el control automático se ha convertido en un procedimiento continuo en la estación de clarificación (Hugot, 1974).

1.3.3 Reacciones durante la clarificación

El jugo de caña se define como una suspensión coloidal irreversible, polidispersa y cuyas partículas en suspensión no sólo representan distintos intervalos de tamaño, sino que además tienen una composición química heterogénea (Zhuang *et al.*, 2012). Cuando la solución de azúcar contiene fosfatos solubles y un exceso de iones de calcio, se forma un precipitado gelatinoso cristalino de tipo coloidal que se asienta lentamente. Cuando existe un exceso de fosfatos, se forma un precipitado similar. Pero, cuando el fosfato de calcio se forma con cantidades aproximadamente estequiométricas de calcio y fosfato, se logra un mejor comportamiento en cuanto a decantación. En base a dichas características y algunas otras, las reacciones que se pueden presentar durante la clarificación del jugo son diversas, algunas de las principales se describen a continuación (Chen, 2000):

- *Potencial Zeta (PZ)*. Es el potencial electro cinético y se mide mediante la técnica de microelectroforesis. Como la clarificación del jugo de caña consiste en cambiar los azúcares solubles en sólidos insolubles y luego separar la materia en suspensión mediante la sedimentación, los parámetros que comúnmente controlan la rapidez de sedimentación de una partícula están gobernados por la ley de Stokes. Pero, sólo las partículas grandes siguen esta ley; las partículas más pequeñas no lo hacen. Cada partícula en suspensión adquiere una carga eléctrica, la que tiene una enorme relación con la estabilidad de la dispersión si la partícula es pequeña. Las cargas sobre las partículas individuales se miden en relación con el potencial de la solución en la que están suspendidas, estas cargas se denominan PZ. La neutralización del PZ se considera como la eliminación de una resistencia a la aglomeración (Thai *et al.*, 2012).
- *Formación del flóculo*. La floculación es la aglomeración de las partículas finas suspendidas en una solución para formar un musgo que flocula. Las partículas con carga eléctrica similar se repelen y de esta manera se estabilizan contra la

floculación (Lee *et al.*, 2014). Con el fin de evitar que las partículas se adhieran, la energía cinética debe exceder a la fuerza de atracción de Van der Waals entre las dos partículas. Cuando un flóculo es dañado mecánicamente, rara vez regresa a su tamaño original. Resulta beneficiosa una vigorosa agitación antes de la formación del flóculo (es decir, durante la adición de la cal), pero después de que éste se ha formado, el tratamiento mecánico debe ser extremadamente suave a fin de evitar daños al precipitado.

- *Tiempo de reacción.* El reconocimiento general de que el factor tiempo tiene una parte importante en la reacción de la cal ha dado como resultado la llamada “alcalización retardada”, en la que se dejan transcurrir de 10 a 15 min entre la aplicación de la cal y la calefacción subsiguiente. En un método corriente para efectuar esta demora, el jugo que se encuentra en un tanque adicional, equipado con agitadores, se mantiene a un nivel constante; una agitación prolongada después de la alcalización permite una mejor formación de los flóculos, mayor velocidad de decantación, aumento de la pureza gravimétrica, menos turbiedad, menos aumento del calcio residual y un menor volumen final de las cachazas.
- *Naturaleza del precipitado.* El precipitado que se forma en el jugo de caña por la acción combinada de la cal y el calor se consideraba antes como fosfato tricálcico, pero se sabe ahora que en realidad es un fosfato de calcio amorfo (Laksameethanasana *et al.*, 2012). La precipitación en dos etapas causa primeramente la formación de pequeñas partículas que crecen y se reordenan en un flóculo muy intrincado que atrapa y absorbe otros no azúcares que son precipitados por el cambio de la reacción, el calor, el calcio y el incremento del pH. El precipitado así formado depende de muchas variables, como son la variedad, la madurez y la frescura de la caña, el procedimiento de clarificación y el pH.

- *Aumento de la pureza.* El aumento de la pureza aparente entre el jugo crudo y el jugo clarificado, considerado en tiempos pasados como un criterio de la eficiencia del proceso de clarificación, se reconoce hoy en día de muy poco valor y en realidad puede conducir a un error. La sacarosa constituye un criterio más confiable que la pureza. Una gran parte del supuesto aumento de la pureza se debe a la remoción de la materia en suspensión y varía con los diferentes jugos. Un aumento puede también indicar una reducción de los sólidos (a causa de la destrucción de los azúcares reductores), aunque esta posibilidad por lo general se pasa por alto (Bojórquez *et al.*, 2009). La elevación de la pureza aparente puede deberse a la destrucción de la levulosa, lo que causa un efecto más dextrógiro en la lectura Pol; dicha destrucción disminuye también el °Brix del jugo, aumentando así el cociente de pureza.

- *Perdidas de azúcar y aumento del color.* El tiempo de retención del jugo en el clarificador debe ser tan corto como sea posible. Al estudiar el pH y el color de muestras de jugo tomadas de cada bandeja de un clarificador, se encontró que el color era mucho más oscuro en la bandeja inferior, donde el pH era también más bajo. El alto color y turbiedad del jugo están relacionados con una combinación de cal, bagacillo y calor (Thai *et al.*, 2012).

1.3.4 Aditivos que favorecen a la clarificación

- *Fosfatos solubles.* Son las sales o los ésteres del ácido fosfórico que pueden solubilizarse en agua. Su adición tiene como ventajas: jugo más claro, mayor eliminación de coloides (Dionisi y Calabrese, 2009), menor cantidad de sales de calcio en el jugo clarificado, decantación más rápida, filtración más rápida de las cachazas, mejores azúcares y mejor calidad de trabajo de los materiales de bajo grado en el ingenio.

- *Polímeros floculadores.* Varios polímeros sintéticos solubles en agua con diversos nombres comerciales se han incorporado al uso general en los ingenios. La acción de estos polielectrólitos es la de producir la floculación secundaria. Por lo general, un buen floculador mejora la floculación, aumenta la velocidad de decantación, reduce el volumen de cachaza, disminuye la Pol en la torta y lo que es más importante, aumenta la transparencia del jugo clarificado. Los agentes de floculación que han dado mejores resultados en la industria del azúcar crudo son las poliacrilamidas parcialmente hidrolizadas. Los polímeros utilizados son principalmente aniónicos, mismos que llevan la misma carga que las partículas en suspensión en el jugo. En refinación, la adición del floculante se opera a un °Brix mucho más alto (60 °Bx en vez de 15 °Bx), la cantidad de impurezas es mucho más baja, el fosfato de calcio constituye la mayor parte del precipitado (lodos o espumas) y los flóculos se hacen flotar con burbujas de aire en lugar de dejarse asentar como cachaza. Todos los polímeros floculadores tienen un elevado peso molecular, no obstante, no es el único criterio, su efectividad también depende en gran parte del grado de hidrólisis.

- *Magnesia.* Además de una reducción en las incrustaciones de los evaporadores, la magnesia produce una sedimentación más rápida y un volumen más pequeño de material sedimentado, pero no suministra una transparencia tan buena como la cal; produce mayor turbiedad, pero un mejor color con respecto a la misma (Costa *et al.*, 2014).

- *Dextranasa.* En general, la aplicación de dextranasa a la caña deteriorada origina considerables beneficios en el rendimiento de la fábrica y la calidad del azúcar. Sin embargo, la turbiedad del jugo clarificado puede mejorarse, pero la filtrabilidad del azúcar crudo resultante puede seguir siendo de 5 a 10 unidades por debajo de las cifras normales de producción (Chen, 2000).

- *Amilasa*. El almidón de caña se compone de amilosa y amilopectina. La amilosa disminuye la velocidad de filtración del licor carbonatado y la amilopectina es la principal responsable de la baja filtrabilidad del licor de fosfatación. La presencia de amilasa en el jugo representa un método para eliminar el almidón.
- *Otros aditivos*. El número de coadyuvantes de la defecación propuestos es muy grande y los más sobresalientes, además de los mencionados son: el formaldehído, la bauxita activada, la bentonita o montmorillonita de sodio, extractos de la corteza de ciertos árboles (mucílago), etc. (Quezada y Gallardo, 2014).

1.4 Decoloración

La decoloración es el proceso clave en la refinación del azúcar. De todas las diferencias entre el azúcar crudo y el azúcar refinado, el color es aquella propiedad que se percibe de inmediato y se puede medir con facilidad; por consiguiente, el color es especificado a menudo por los usuarios del azúcar y de aquí que constituya uno de los principales controles en toda refinería. Cuando el químico azucarero dice “color” quiere decir “colorante”, el material que origina el color; existen tres categorías de colorantes: 1) pigmentos vegetales provenientes de la caña de azúcar; 2) materiales del tipo de las melanoidinas que resultan de la reacción de aminoácidos con azúcares reductores; y 3) materiales del tipo del caramelo resultantes de la descomposición térmica de la sacarosa (Chen, 2000).

La decoloración en el proceso de obtención de azúcar refinado (Figura 1.5) corresponde a la remoción de material que aporta color en forma de coloides por medio de separación por adsorción y filtración (Spencer y Meade, 1967). El proceso de decoloración remueve en realidad algo más que el color debido a que los colorantes interactúan con los precursores del color, los materiales coloidales, los no

azúcares orgánicos y los constituyentes inorgánicos que forman ceniza, de manera que todos ellos se eliminan junto con el color.

1.4.1 Colorantes y precursores de colores en el azúcar de caña

En las partes verdes de la caña de azúcar, están presentes los familiares pigmentos verdes y amarillos de las plantas: las clorofilas A y B, los carotenos y las xantofilas. La mayor parte de dichos pigmentos son destruidos o separados durante la clarificación y la ebullición, aunque se han hallado cantidades pequeñísimas de clorofila en los azúcares refinados.

El colorante del azúcar, la mezcla de compuestos que dan color a los azúcares crudos y refinados, está formado de cuatro grupos principales; en primer lugar, los compuestos derivados de la propia planta de caña, en su mayor parte compuestos fenólicos, polifenólicos y flavonoides, son los principales contribuyentes al color del azúcar. Muchos de ellos tienen colores que varían del amarillo al café y existen en la planta como compuestos incoloros que son oxidados a un estado coloreado en el guarapo, ya sea por acción de enzimas u oxidación química. En los azúcares se hallan cantidades infinitesimales de algunos pigmentos del tipo de la antocianina, aunque estos compuestos rojo, púrpura y café, contribuyen muy poco al color del azúcar. En segundo lugar, los compuestos del caramelo (formados por la descomposición de la sacarosa y del azúcar invertido por la acción de calor) y en tercer lugar, los compuestos del tipo de la melanoidina (formados por reacción de los azúcares con compuestos aminados) suministran el color oscuro y café y a menudo proceden de compuestos con un peso molecular muy elevado (Chen, 2000).

Cuando se calienta el azúcar a un pH ácido se forma hidroximetil furfural, incoloro, pero que se descompone rápidamente para formar un compuesto polimérico de color oscuro (Hugot, 1974). El cuarto grupo está formado por la degradación de la fructosa en condiciones básicas, como las que existen en las refinerías de azúcar.

1.4.1.1 Tipos de colorantes

Es económicamente imposible instalar un sistema que decolore todos los tipos de colorantes. Es esencial en la práctica con fines de diseño, clasificar los colorantes en varias categorías (León *et al.*, 2015):

- *Tipo I. Iónicos / Aromáticos.* Este grupo de colorantes tienen un grupo iónico funcional y una estructura aromática básica como parte de la estructura molecular. Pueden removerse mediante un absorbente ya sea con función de intercambio de iones y/o superficie aromática.
- *Tipo II. No iónicos / Aromáticos.* Esta presencia es por naturaleza altamente aromática. Ningún grupo iónico está presente. Se remueven de la manera más efectiva mediante adsorbentes de naturaleza aromática, como el carbón y en menor grado, mediante resina poliestirénica.
- *Tipo III. Iónicos / No aromáticos.* Este grupo contiene grupos iónicos funcionales con estructura molecular alifática muy probablemente con dobles enlaces conjugados. Debido a su naturaleza alifática, se eliminan de manera muy efectiva mediante un mecanismo de intercambio de iones y en cierto grado, por precipitación. Si el doble enlace se conjuga ampliamente, también se pueden adsorber por medio de adsorbentes aromáticos.
- *Tipo IV. No iónicos / No aromáticos.* Este grupo constituye un pequeño número de colorantes que son muy difíciles de remover por los adsorbentes de que se dispone usualmente, a menos que la fracción no aromática este altamente conjugada.

1.4.1.2 Color de los azúcares crudos

La cantidad y naturaleza de la materia colorante en un azúcar crudo revisten la mayor importancia para el refinador. La apariencia de los azúcares crudos puede variar desde el amarillo claro hasta un intenso rojo caoba, pero la apariencia del azúcar crudo en conjunto no constituye siempre un criterio del color que tomará la corriente principal de la refinería cuando se derrita el azúcar lavado. Entre los factores que influyen en el color de los azúcares crudos se tienen: tipo de suelo que suministra la caña al ingenio, variedad y madurez de la caña, clarificación del jugo (particularmente con respecto a que se evite el exceso de sales de calcio y bagacillo), métodos de evaporación en los tachos y prevención del sobrecalentamiento y la caramelización durante el proceso (Hugot, 1974). La remoción del bagacillo presente en el jugo crudo de caña, reduce el color del jugo clarificado y a la larga también el color del azúcar crudo. Los azúcares viejos pueden presentar de dos a tres veces el color que tenían cuando estaban frescos.

El color del azúcar crudo se atribuye típicamente al oscurecimiento no enzimático y enzimático. El primero incluye 1) las reacciones entre aminoácidos y azúcares reductores que forman la melanoidina por la reacción de Maillard; 2) las reacciones de degradación y condensación térmicas de los azúcares que forman el caramelo y 3) la reacción alcalina de degradación y condensación de los azúcares. El segundo es la reacción oxidativa de los compuestos polifenólicos, que hacen las veces de enzimas como catalizadores. El calentamiento y el tratamiento con vapor de la caña antes de la molienda inhibirá el oscurecimiento enzimático y cambiará varias de las propiedades del azúcar crudo, es decir, disminución del nivel del color especialmente el derivado de los colorantes de elevado peso molecular, menos tendencia a que los colorantes queden incluidos en el cristal y un aumento en la sensibilidad del color al cambio de pH (Spencer y Meade, 1967).

Los colorantes del azúcar son sensibles al pH, esto es, aparecen más oscuros a un pH más elevado; por consiguiente, un azúcar que por alguna razón se halle a un pH más elevado tendrá una apariencia más oscura incluso si contiene la misma cantidad de colorantes que un azúcar a un pH más bajo. El color rojizo debido a la acción de la cal y el calor sobre el azúcar invertido no es necesariamente el tipo de color más difícil de eliminar; los azúcares de un color gris verdoso, cuyo color ha sido asociado con los complejos de hierro de los polifenólicos, son más difíciles de decolorar y los azúcares refinados resultantes tienen una apariencia gris poco atractiva.

Los niveles de los colorantes de elevado peso molecular se reducen considerablemente durante la clarificación y la evaporación, mientras que los niveles de los colorantes de bajo peso molecular disminuyen muy poco o nada en absoluto. No obstante, se ha encontrado que los colorantes de alto peso molecular constituyen las inclusiones predominantes en el cristal de azúcar.

El incremento del color durante el almacenamiento no sólo aumenta el color de la película de miel que rodea a los cristales, sino que aumenta también el color en el interior de los cristales (Chen, 2000).

1.4.1.3 Color del azúcar refinado

El propósito fundamental de la refinación del azúcar es elaborar productos azucareros esencialmente libres de color, turbiedad o de ambos a partir de azúcar crudo altamente coloreado. Puesto que la remoción y separación del color del azúcar crudo para fabricar el producto refinado constituyen las funciones clave de una refinería azucarera, es bien conocido el efecto que tiene el color del azúcar crudo sobre el costo de refinación. La importancia del color en productos de alta pureza esta fuera de discusión; tanto el vendedor como el consumidor demandan que los azúcares refinados tengan el mejor color posible. El control de la refinería gira alrededor de la necesidad de producir azúcares y productos líquidos con muy poco

color. La pureza de tales productos no se basa en el color, pero ciertamente un azúcar blanco con color por debajo de los estándares se le considera de baja calidad en todos sus aspectos.

Las moléculas de colorante en el licor de azúcar cubren una amplia gama de pesos moleculares (por ejemplo, de 500 a 50000). Hacia el extremo más alto de esta gama las moléculas están compuestas de fragmentos de carbohidratos repolimerizados y por esta razón el colorante está fuertemente hidratado y es extremadamente soluble en agua. Además, casi todo el colorante es aniónico y los grupos ácidos carboxílicos pueden estar situados en toda la longitud de la molécula del colorante. La capa de agua de hidratación alrededor de cada molécula hace que dichas moléculas sean muy difíciles de remover por adsorción, en comparación, por ejemplo, con las moléculas de los colorantes (Bojórquez *et al.*, 2009).

1.4.2 Mecanismo de la decoloración

La remoción de los colorantes por lo general resulta de uno o la combinación de los tres mecanismos siguientes (Fernández *et al.*, 2003): 1) adsorción mediante enlaces hidrofóbicos, por ejemplo, la remoción de un colorante aromático por carbón; 2) intercambio de iones por medio de un grupo iónico funcional, por ejemplo, los colorantes iónicos removidos por resinas de intercambio iónico; 3) precipitación seguida por oclusión y/o adsorción de fuerzas de Van der Waals. Estos tipos se resumen como sigue:

- Intercambio iónico: colorantes ácidos retenidos por resina en forma aniónica.
- Adsorción: enlaces hidrofóbicos (interacción aromático – aromático).
- Precipitación: se forman complejos con sustancias orgánicas como sales de amonio cuaternario / cationes inorgánicos como Ca^{2+} .
- Adsorción: atrapado dentro del cristal / adsorbente poroso.
- Combinación de los anteriores.

1.4.3 Tipos de agentes decolorantes

Una vez conocida tanto la naturaleza de los colorantes como el mecanismo de la remoción del color, la siguiente tarea es seleccionar el agente o agentes decolorantes comercialmente obtenibles a fin de maximizar la eficiencia decolorante con el mínimo de capital y costos de operación. Los siguientes agentes son los que se utilizan con mayor frecuencia:

- *Resinas de intercambio iónico*. Son materiales sintéticos, sólidos e insolubles en agua, que se presentan en forma de esferas o perlas de 0.3 a 1.2 mm de tamaño efectivo, aunque también las hay en forma de polvo (EcuRed, 2016). Pueden ser principalmente de dos tipos: 1) resinas poliestirénicas (remueven los colorantes tanto por el mecanismo de adsorción como de intercambio de iones) y 2) resinas poliacrílicas (remueven color por el proceso de intercambio de iones).
- *Carbón activado o carbón activo (granulado y pulverizado)*. Es un término genérico que describe una familia de adsorbentes carbonáceos altamente cristalinos y una porosidad interna altamente desarrollada. El carbón activado se utiliza en la extracción de metales, la purificación de agua potable (tanto para la potabilización a nivel público como doméstico), en medicina veterinaria y medicina humana para casos de intoxicación, en el tratamiento de aguas residuales, clarificación de jarabe de azúcar, purificación de glicerina, en máscaras antigás, en filtros de purificación y en controladores de emisiones de automóviles, entre otros muchos usos (CPL Carbon Link, 2016). Es con mucho el mejor agente para la adsorción de los colorantes de naturaleza aromática y con dobles enlaces conjugados; asimismo, se remueven colorantes de elevado peso molecular, particularmente los del tipo de ácido débil.
- *Carbón animal*. Obtenido a partir de la quema de huesos y partes óseas de animales; es impuro, denso y poroso, utilizado como adsorbente y pigmento

negro (González, 2010). Además de la remoción de color por la porción carbónica del carbón de huesos, la hidroxiapatita puede también adsorber colorantes. Esto es particularmente notable cuando los colorantes iónicos son precipitados por el calcio presente en el carbón animal.

- *Carbonatación.* Al provocar en el jugo o licor un precipitado de carbonato de cal, este envuelve las materias colorantes y las gomas, si la reacción es alcalina (Hugot, 1974). Es de esperar que el mecanismo de remoción del color se ajuste a la teoría de la precipitación seguida por absorción (oclusión). Asimismo, es posible la adsorción de colorantes de muy alto peso molecular.
- *Fosfatación con o sin sales de amonio cuaternario.* Es un proceso ligeramente más complejo que se consigue añadiendo ácido fosfórico al jugo o licor después de haber sido tratado de la misma forma (Food – Info, 1999). La remoción del color se realiza en su mayor parte por precipitación seguida de absorción / adsorción. El uso de las sales de amonio cuaternario es más efectivo cuando están presentes colorantes altamente ácidos.
- *Otros agentes.* Las decoloraciones químicas también se dan con agentes oxidantes como peróxido e hipoclorito, que destruyen de manera permanente el color, sin embargo, con un almacenamiento prolongado están propensos a la inversión, coloreando de nuevo el azúcar (Le y Hoang, 2015).

1.5 Diseño y análisis de experimentos

1.5.1 Diseño de bloques completos al azar (DBCA)

En muchos problemas de investigación es necesario diseñar experimentos en los que pueda controlarse sistemáticamente la variabilidad producida por diversas

fuentes extrañas. En un DBCA se consideran tres fuentes de variabilidad: el factor de tratamientos, el factor de bloque y el error aleatorio, es decir, se tienen tres posibles “culpables” de la variabilidad presente en los datos.

La palabra "completo" indica que todos los tratamientos son probados en cada bloque, o sea, los bloques están completos; si se usa este diseño, los bloques forman una unidad experimental más homogénea con la cual comparar los tratamientos. Esta estrategia de diseño mejora efectivamente la precisión en las comparaciones al eliminar la variabilidad entre los tratamientos, el orden en que éstos deben ser probados en cada bloque se determina aleatoriamente. La aleatorización se hace dentro de cada bloque, por lo tanto, no se realiza de manera total como en el diseño completamente al azar; el hecho de que existan bloques hace que no sea práctico o que incluso sea imposible aleatorizar en su totalidad.

El DBCA es quizás el diseño experimental más ampliamente utilizado. En la práctica, las situaciones en las que este diseño se aplica son muy numerosas y pueden detectarse fácilmente. Lotes de materia prima (como en este caso es la caña de azúcar molida), personas o tiempo, también constituyen fuentes de variabilidad en un experimento, las cuales pueden ser controladas sistemáticamente mediante el análisis por bloques (Montgomery, 2013).

1.5.1.1 Modelo estadístico

Cuando se decide utilizar un DBCA, el experimentador piensa que cada medición será el resultado del efecto del tratamiento donde se encuentre, del efecto del bloque al que pertenece y de cierto error que se espera sea aleatorio. El modelo estadístico para este diseño está dado por la Ecuación 1.1:

$$Y_{ij} = \mu + \tau_i + \gamma_j + \varepsilon_{ij}; \begin{cases} i = 1, 2, \dots, k \\ j = 1, 2, \dots, b \end{cases} \quad (1.1)$$

donde Y_{ij} es la medición que corresponde al tratamiento i y al bloque j ; μ es la media global poblacional; τ_i es el efecto debido al tratamiento i , γ_j es el efecto debido al bloque j , y ε_{ij} es el error aleatorio atribuible a la medición Y_{ij} . Se supone que los errores se distribuyen de manera normal con media cero y varianza constante $\sigma^2 [N(0, \sigma^2)]$, y que son independientes entre sí.

1.5.1.2 Hipótesis a probar

La hipótesis de interés es la misma para todos los diseños comparativos y está dada por la Ecuación 1.2:

$$\begin{aligned} H_0: \mu_1 = \mu_2 = \mu_3 = \dots = \mu_k = \mu \\ H_A: \mu_i \neq \mu_j \text{ para algún } i \neq j \end{aligned} \quad (1.2)$$

En esta hipótesis la afirmación a probar es que la respuesta media poblacional lograda con cada tratamiento es la misma para los k tratamientos y que, por lo tanto, cada respuesta media μ_i es igual a la media global poblacional, μ .

1.5.1.3 Efecto del bloque

La hipótesis dada por la Ecuación 1.2 se prueba con un análisis de varianza (ANOVA) con dos criterios de clasificación, porque se controlan dos fuentes de variación: el factor de tratamientos y el factor de bloque. Como el ANOVA también proporciona una prueba para el efecto de los bloques, se verifica la hipótesis de la Ecuación 1.3:

$$\begin{aligned} H_0: \gamma_1 = \gamma_2 = \gamma_3 = \dots = \gamma_b = 0 \\ H_A: \gamma_j \neq 0 \text{ para algún bloque } j \end{aligned} \quad (1.3)$$

que en caso de rechazarse se acepta que el efecto de un bloque es diferente de cero. Ésta no es una prueba F exacta, sino aproximada, debido a la restricción de aleatorización (sólo se aleatoriza dentro de bloque). Si resulta significativa implica

que el factor de bloques tiene influencia sobre la variable de respuesta y debe ser tomado en cuenta para mejorar la calidad de ésta, pero, si no se rechaza y se acepta que los bloques son iguales en respuesta media, entonces se tiene el argumento a favor de no controlar este factor en futuros experimentos sobre esta misma respuesta, además de que su influencia en la calidad de la respuesta no es significativa.

La restricción de aleatorización se debe al hecho de que no se aleatoriza el orden de las corridas experimentales con relación a los bloques; el experimento supone que sólo se aleatoriza el orden de las corridas dentro de cada bloque, lo cual evita sesgos en la comparación de los tratamientos, pero no los impide en la comparación de los bloques. El error de restricción no es estimable porque se confunde con el efecto de los bloques, por lo general se apuesta a que dicho error sea pequeño, de aquí que se recomiende interpretar la prueba F para los bloques dada en el ANOVA.

Otro supuesto del DBCA es que no existe efecto de interacción entre el factor de bloque y el factor de tratamientos; cuando este supuesto no se cumple, la variabilidad debida a la interacción se incorpora como parte del error que, al ser grande y artificial, enmascara el efecto de los tratamientos. La existencia del efecto de interacción se puede evaluar obteniendo una suma de cuadrados aproximada para dicho efecto en el ANOVA (Gutiérrez y De la Vara, 2008).

CAPÍTULO 2
MATERIALES Y MÉTODOS

CAPÍTULO 2 MATERIALES Y MÉTODOS

La Figura 2.1 describe de forma esquemática la metodología experimental con las actividades mediante las cuales se lograron los objetivos planteados para la obtención de azúcar blanco.

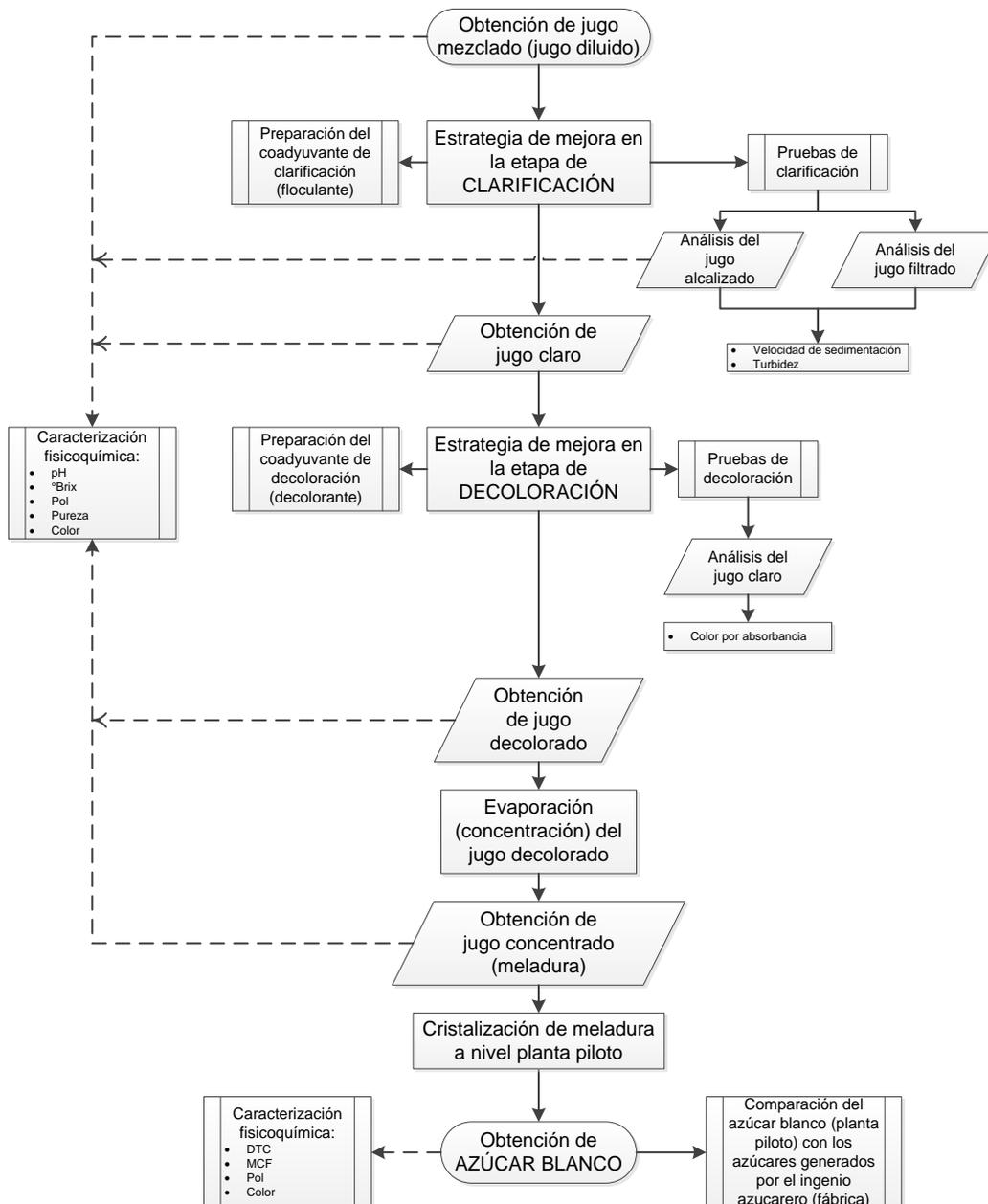


Figura 2.1 Diagrama general de la metodología para la obtención de azúcar blanco

2.1 Materiales

2.1.1 Coadyuvante de clarificación (QL FLOCS 273)

Es una Resina de Poliacrilamida Modificada (RPAMM) en polvo granular constituido por polímeros aniónicos de alto peso molecular (ver Tabla 2.1). Este ingrediente activo está aprobado como Coadyuvante de Elaboración en el “Acuerdo por el que se determinan las sustancias permitidas como aditivos y coadyuvantes, en alimentos, bebidas y suplementos alimenticios” emitido por la Comisión Federal para la Protección contra Riesgos Sanitarios (COFEPRIS), además de cumplir con las normas: ISO 9001:2008 (certificado No. FS-2040911), certificación Kosher Pareve (No. registro: 135) y certificación ante la Administración de Alimentos y Medicamentos (FDA, por sus siglas en inglés) (No. registro: 172277001 62) (Química LEE, 2017).

Tabla 2.1 Propiedades físicas del coadyuvante de clarificación

<i>Estado físico:</i>	Sólido
<i>Apariencia:</i>	Polvo
<i>Color:</i>	Blanco
<i>Olor:</i>	Inodoro
<i>Densidad:</i>	0.71 – 0.76 g/cm ³
<i>pH en solución al 1%:</i>	7.7 – 8.2
<i>Solubilidad en agua:</i>	Completa
<i>Concentración:</i>	99 %

No son necesarias precauciones especiales de manejo ya que se considera no es tóxico, sin embargo, deberá tenerse cuidado cuando el material se encuentre en estado acuoso, ya que es extremadamente resbaloso. Se debe almacenar en su envase original y en lugares frescos y ventilados a temperaturas entre 4 y 32 °C.

2.1.2 Coadyuvante de decoloración (QL WS 1000)

Es un coadyuvante a base de polímero catiónico removedor de color (ver Tabla 2.2). El ingrediente activo de este producto es el Copolímero de Epiclorhidrin – Dimetilamina (CECDAM) y está aprobado como Coadyuvante de Elaboración en el “Acuerdo por el que se determinan las sustancias permitidas como aditivos y coadyuvantes, en alimentos, bebidas y suplementos alimenticios” emitido por la COFEPRIS, además de cumplir con las normas: ISO 9001:2008 (certificado No. FS-2040911), certificación Kosher Pareve (No. registro: 135) y certificación ante la FDA (No. registro: 172277001 62) (Química LEE, 2017).

Tabla 2.2 Propiedades físicas del coadyuvante de decoloración

<i>Estado físico:</i>	Líquido
<i>Apariencia:</i>	Líquido viscoso
<i>Color:</i>	Ligeramente amarillo
<i>Olor:</i>	Característico
<i>Densidad:</i>	1.0 – 1.1 g/cm ³
<i>pH en solución al 1%:</i>	3.0 – 5.0
<i>Solubilidad en agua:</i>	Completa
<i>Concentración:</i>	39 – 42 %

Para su manejo es necesario usar guantes de látex, ropa de trabajo y mascarilla de protección facial; en caso de contacto prolongado con la piel y ojos se debe lavar inmediatamente con agua fresca por espacio de 15 min, de presentarse algún tipo de irritación es necesario consultar inmediatamente al médico. Se debe almacenar en su envase original, herméticamente cerrado y en lugares frescos y ventilados a temperaturas de 0 a 35 °C. Debido a las características fisicoquímicas de los ingredientes de esta formulación, tiende a presentar separación de fases por lo que es necesaria una previa agitación antes de su uso.

2.1.3 Medidor de sobremesa de pH/mV/°C (HI 2211)

El medidor de pH y temperatura de sobremesa con microprocesador de HANNA® instruments puede también ser usado para concentración iónica (ISE) y Potencial de Oxidación – Reducción (ORP) en el rango mV. Las mediciones de pH son compensadas por los efectos de la temperatura manualmente o automáticamente con una sonda de temperatura. El instrumento está equipado con un amplio LCD de fácil lectura, que muestra el pH (o mV) y la temperatura simultáneamente. Indicaciones claras en el LCD guían paso a paso en el proceso de calibración, un indicador de estabilidad hace que éste sea un procedimiento libre de errores.

2.1.4 Espectrofotómetro (GENESYS™ 20)

El espectrofotómetro visible de Thermo Scientific tiene capacidades multifuncionales para medir una amplia gama de analitos; es fiable, robusto, compacto, de fácil operación y sistema óptico confiable para garantizar resultados rápidos y precisos. Se maneja con sólo 10 teclas y tiene una pantalla LCD multilingüe con 2 líneas y 20 caracteres que permiten una visualización clara y directa de las lecturas. La fuente de luz es una lámpara de wolframio con sistema óptico de haz simple y un ancho de la ranura espectral de 8nm. Posee un amplio rango operativo: 325 – 1,100 nm con una exactitud de +/- 2.0 nm. Acepta cubetas estándar de 10 mm y tubos.

2.1.5 Refractómetro digital automático (RFM 80)

Fabricado por Bellingham y Stanley para un intervalo de 0 a 95 % de azúcar con una exactitud de ± 0.1 %; utiliza una fuente luminosa de 6 V 20 watt de halógeno y tungsteno y un límite alto de temperatura de 65 °C.

2.1.6 Medidor digital de densidad (DMA 4500)

El densímetro digital de Anton Paar es el primer medidor de densidad en tubo U oscilante que mide la mayor precisión en amplios rangos de viscosidad y temperatura. Tiene un oscilador de referencia único, además del oscilador de tubo en U, que proporciona estabilidad a largo plazo y hace que los ajustes a temperaturas que no sean 20 °C sean prácticamente innecesarios. Al medir el amortiguamiento de la oscilación del tubo en U causada por la viscosidad del llenado de la muestra, el equipo corrige automáticamente los errores relacionados con la viscosidad. Una señal acústica informa cuando haya finalizado la medición y los resultados se convierten automáticamente (incluyendo la compensación de la temperatura cuando sea necesario) en concentración, gravedad específica u otras unidades relacionadas con la densidad utilizando las tablas y funciones de conversión incorporadas.

2.1.7 Polarímetro automático (AUTOPOL IV)

Es un polarímetro digital automático por microprocesador fabricado por RUDOLPH RESEARCH ANALYTICAL. Posee como métodos de medición: rotación óptica, lectura en rotación específica y concentración. Cuenta con una pantalla LCD de gran tamaño con interfaz de usuario de pantalla táctil, indicador de temperatura con corrección y control de ésta (sistema Temptrol™ automático que enfría o calienta la muestra) y fuente de luz de tungsteno – halógeno de alta intensidad que permite la selección de múltiples longitudes de onda.

2.1.8 Cristalizador por lotes a vacío escala planta piloto

El cristalizador por lotes a vacío es de acero inoxidable con chaqueta de calentamiento – enfriamiento y está conectado a un sistema de adquisición de datos

e imágenes (SCADA). Tiene una capacidad de 12.7779 L en su interior y 11.1029 L en su chaqueta. El sistema está provisto de una bomba de vacío, un condensador de superficie, una caldera y un motor de agitación variable integrado. Dicho cristalizador se encuentra en el Laboratorio de Procesos de Cristalización y Generación de Biocombustibles ubicado en el Instituto Tecnológico de Orizaba. En la Figura 2.1 se muestra un diagrama del cristalizador por lotes vacío escala planta piloto descrito. La simbología de los componentes en el sistema de tuberías del cristalizador se señala en la Tabla 2.3 y las especificaciones de los dispositivos encargados del control del proceso y el equipo de cómputo del sistema se describen en la Tabla 2.4.

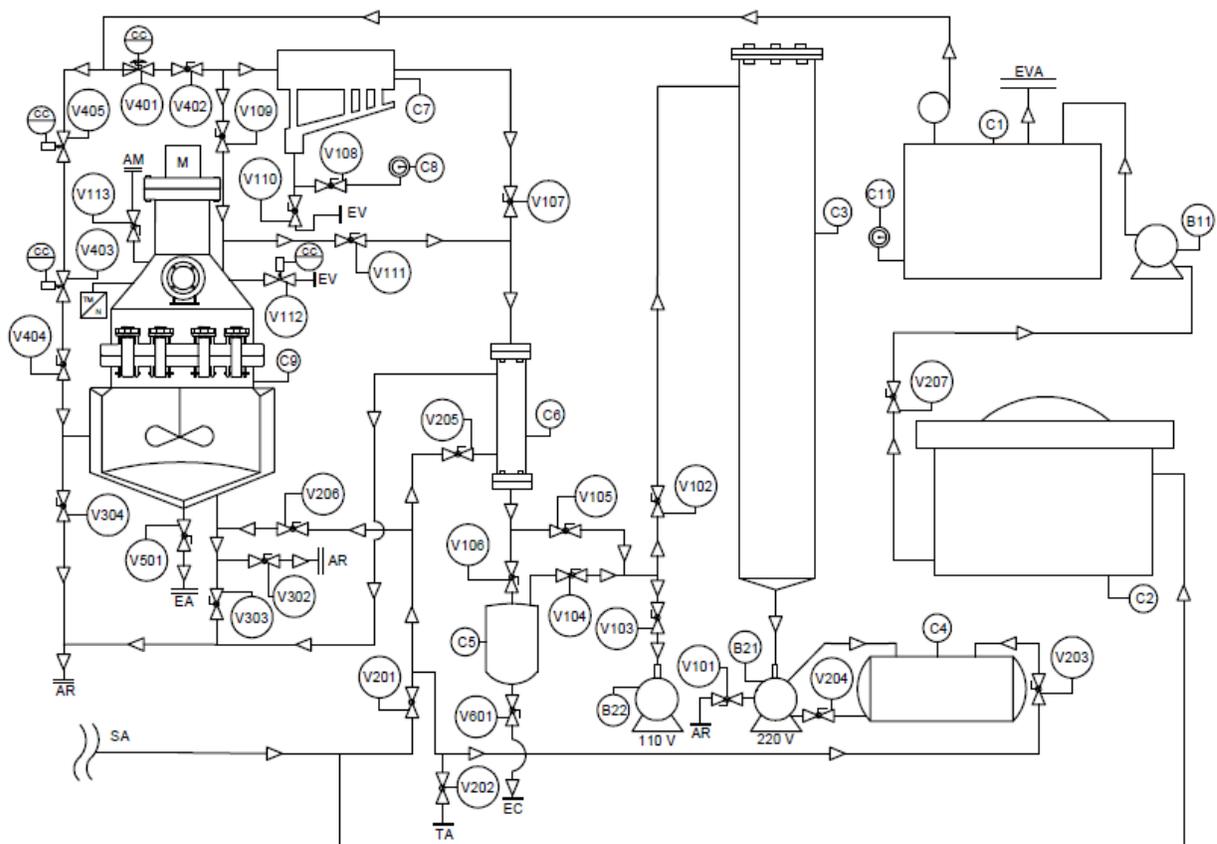


Figura 2.2 Diagrama del cristalizador por lotes a vacío escala planta piloto

Tabla 2.3 Simbología de los componentes en el sistema de tuberías del cristalizador por lotes a vacío

<i>CÓDIGO</i>	<i>Descripción</i>	<i>CÓDIGO</i>	<i>Descripción</i>
AM	Acceso a la muestra	EA	Extracción de azúcar
AR	Agua de recirculación	EC	Extracción de condensados
B11	Bomba de suministro de agua	EV	Extracción de vacío
B21, B22	Bomba de suministro de vacío	EVA	Extracción de vapor
CC	Conexión a computador	M	Motor
C1	Caldera, 220 V	SA	Suministro de agua potable
C2	Contenedor de agua para alimentación de la caldera	TA	Toma de agua
C3	Columna de condensados de la bomba (B21)	TM/N	Toma de muestra normal
C4	Contenedor de agua para alimentación de bomba (B21)	V100	Válvula de vacío
C5	Trampa para condensados	V200	Válvula de agua de suministro
C6	Condensador	V300	Válvula de agua de recirculación
C7	Trampa de mieles	V400	Válvula de vapor
C8	Vacuómetro para medición de la presión de vacío	V500	Válvula de extracción de producto
C9	Cristalizador por lotes a vacío	V600	Válvula de condensados
C11	Manómetro		

Tabla 2.4 Dispositivos e instrumentación del cristalizador por lotes a vacío

<i>Cantidad</i>	<i>Instrumento</i>
2	Termopar tipo J temperatura de 0 a 760 °C, longitud de cable de 1 m.
2	Termopozo de 1" de diámetro de entrada NPT, en acero inoxidable.
1	Bomba de vacío marca Felisa modelo FE-1400, potencia 0.33 HP.
1	Válvula solenoide de control proporcional para vapor de 2 vías, de latón, orificio 8 mm, conexión roscada de ½" NPT, temperatura media 140 °C. Con controlador digital, marca Burkert.
1	Válvula solenoide de control proporcional de 2 vías, para regulación de vacío, función normalmente cerrada, de acero inoxidable, orificio de 2.0 mm, conexión roscada de ¼" NPT, temperatura media 90 °C. Con controlador digital, marca Burkert.

Tabla 2.4 Dispositivos e instrumentación del cristalizador por lotes a vacío (continuación)

<i>Cantidad</i>	<i>Instrumento</i>
6	Válvula solenoide de 2 vías, normalmente cerrada de ½" de diámetro a 120 VCA, de acero, marca Parker.
3	Válvula solenoide de 2 vías, normalmente cerrada de ½" de diámetro a 120 VCA, de latón, servicio vapor, marca Parker.
6	Válvula de paso para permitir flujo de agua y vapor a través de las tuberías de ½" de diámetro.
1	Válvula reguladora de presión marca Norgren de México ½" con entrada máxima de 21 kg/cm ² y descarga de 9 kg/cm ² . Temperatura máxima 234 °C.
1	Transmisor de vacío, marca Cole-Parmer de acero inoxidable, modelo 07356-11, rango de operación de temperatura de -29 a 71 °C, rango de operación de presión de 30" inHg a 30 psig, conexión ¼", salida de 4 – 20 mA, conexión eléctrica 3 ft cable.
2	Transmisor de presión, marca Cole-Parmer de acero inoxidable, modelo 68072-08, rango de operación de temperatura -40 a 85 °C, rango de operación de presión de 0 a 100 psig, conexión ¼" NPT.
1	Generador de vapor marca SUSSMAN modelo MBA9. Presión máxima de trabajo 100 psi. Voltaje de trabajo 240 VAC. Voltaje de control 120 VAC.
1	Trampa termodinámica de ½" NPT. Rango de operación de 3.5 a 600 psi.
1	Bomba hidráulica modelo QB60 marca Clean Water Pump, potencia ½ HP, 127 VCA de 1 fase, 3,450 rpm, 35 L/min de capacidad.
1	Bomba de vacío marca DryFast, modelo 2044, potencia 0.20 HP.
1	Sistema de tubería galvanizada para la circulación del agua de calentamiento – enfriamiento de ½" de diámetro.
1	Aislamiento térmico para alta temperatura a base de 1 ½" de espesor de fibra de vidrio, acabado de lámina de aluminio calibre 26, lisa biselada, capacidad de 80 – 150 °C.
1	Manómetro de carátula marca ASHCROFT de 0 a 100 psi.
1	Condensador de superficie de acero inoxidable 316, con entrada de ½" y salida de ¼" con una longitud de 27" y 4" de diámetro.
1	Tanque de plástico de 1,100 L de capacidad, con tapa.
1	Trampa húmeda de acero inoxidable 316, con una longitud de 10" y 7" de diámetro, entrada, salida y purga de ½" de diámetro.
1	Cristalizador de acero inoxidable de 12.7779 L de capacidad, chaqueta de calentamiento – enfriamiento de 11.1019 L de capacidad, 4 deflectores de 17 cm de ancho por 3.5 cm de largo, flecha de agitación de 39 cm de largo.

Tabla 2.4 Dispositivos e instrumentación del cristalizador por lotes a vacío (continuación)

<i>Cantidad</i>	<i>Instrumento</i>
1	Agitador para tanque cerrado modelo NSDB de 1/8 HP (0.125 HP) de potencia, transmisión directa de 1,750 rpm de 1 fase 60 ciclos, 110 VCA, totalmente cerrado sin ventilación, de acero inoxidable 316, con brida de 4" de diámetro en acero inoxidable, con flecha agitadora de 26" de longitud y 1/2" de diámetro y un variador de velocidad con rango de 0 a 1,750 rpm con fusible integrado.
1	Impulsor tipo propela marina de 3" de diámetro con tres hojas de acero inoxidable 316.
1	Impulsor tipo de paletas planas de 3" de diámetro en acero inoxidable 316.
1	Tacómetro programable. Rango de 5 a 999,990 rpm.
1	Sensor óptico para distancias de 3 ft. Rango de 1 a 150,000 rpm.
1	Microscopio marca ZEISS Primo Star, modelo 37081. Objetivo 10X.
1	Cámara monocromática marca ZEISS, modelo AxioCam ERc5s, con video RS-170 con lente de 0.19 mm por píxel. Mínimo, 60 Hz.
1	PC, Intel Pentium IV. Sistema operativo XP, memoria RAM 768 MB, disco duro de 40 GB.
4	Tarjeta de adquisición de datos (NI PCI-6023E, NI PCI-6025E, NI PCI-6711 y NI PCI-232/2). Convertidores analógico – digital y digital – analógico que permiten la entrada/salida de señales analógicas y digitales.
2	Módulo de acondicionamiento de señal (NI SCC-TC02).
1	Tarjeta de adquisición de imágenes (NI PCI-1409).

2.1.9 Centrifuga de canasta

Está constituida por un motor de la marca Baldor de 1 1/2 HP, de velocidad variable permitiendo hasta 1,725 rpm. Cuenta con un soporte de metal y tiene una cubierta de acero inoxidable de 44 cm de alto por 46 cm de diámetro, donde se coloca dentro una canasta cilíndrica de 38 cm de alto por 25.5 cm de diámetro, diseñada para recibir la masa a centrifugar. La canasta esta perforada con numerosos orificios que permiten el paso de las mieles, logrando una separación uniforme, dejando la masa centrifugada en una malla previamente colocada en ésta; las mieles son recolectadas por medio de dos mangueras colocadas en la parte inferior.

2.2 Métodos

2.2.1 Planteamiento de la estrategia para la obtención de azúcar blanco

Se realizó una identificación de las instalaciones y los parámetros de operación en el Ingenio Beta San Miguel: Central San Miguelito, el cual es 100% productor de azúcar calidad estándar; se puso especial atención en la etapa de clarificación del jugo de caña de azúcar y se evaluaron las condiciones adecuadas de experimentación a nivel laboratorio y estrategia a implementar para mejora de la obtención de jugo claro. De igual forma se analizó teóricamente la etapa de decoloración del proceso de refinación de azúcar y se determinó la estrategia para la obtención de un jugo decolorado sin necesidad de partir de un licor proveniente del fundido de azúcar crudo. Finalmente, se obtuvieron datos generales de las demás etapas del proceso con el propósito de establecer la viabilidad del aporte tecnológico propuesto.

2.2.2 Obtención del jugo de caña de azúcar

Se obtuvo jugo a partir de la molienda de caña de azúcar madura con las características de calidad requeridas por el ingenio para su procesamiento, durante el ciclo de zafra 2016/17. Para ello, se emplearon diferentes técnicas de muestreo en distintos puntos de la fábrica de acuerdo al tipo de jugo requerido para cada prueba. Dichas operaciones se describen a continuación:

- *Muestreo de jugo mezclado (jugo diluido)*. Se colocó un balancín a la salida de la llave de muestreo de la línea de jugo mezclado en el área de molinos, el cual tiene un movimiento pendular que permite recolectar homogéneamente la muestra; al final del balancín se acomodó un recipiente limpio, en donde una vez transcurrida una hora, se recogía la muestra contenida en él. Si las pruebas

correspondientes para este jugo no se llevan a cabo de inmediato, es necesario mantener la muestra en refrigeración para evitar que se descomponga.

- *Muestreo de jugo alcalizado.* Se colocó directamente un recipiente limpio y resistente al calor, bajo la válvula de la línea de jugo alcalizado proveniente del tanque amortiguador o “tanque flash” (antes de entrar en el clarificador) en el área de clarificación. Cuidadosamente, la válvula se abrió y cerró con ayuda de unos guantes de carnaza, ya que el jugo alcalizado viene de los calentadores a alta temperatura; el recipiente se llenó a tres cuartas partes de su capacidad para manipular y transportar el jugo con seguridad. La muestra que se obtiene es totalmente homogénea, puesto que en el tanque flash se rompe la velocidad que trae el jugo, haciendo que dentro de él haya un buen mezclado del mismo.

- *Muestreo de jugo filtrado.* Se colocó directamente un recipiente limpio en la línea de recirculación de jugo filtrado que proviene de los filtros de cachaza y va al tanque de jugo alcalizado en el área de alcalización; se retiró el recipiente hasta obtener la cantidad de jugo deseada. La muestra tomada es homogénea ya que en la tubería de recirculación se mezcla el jugo resultante de cada filtro de cachaza que se encuentre en operación.

- *Muestreo de jugo claro.* Se colocó directamente un recipiente limpio y resistente al calor, en la línea de salida de jugo claro de la caja de derrame del clarificador en el área de clarificación. Para garantizar que la muestra fuera homogénea, se desplazó el recipiente de izquierda a derecha y viceversa a través de la caja, hasta llenarlo a tres cuartas partes de su capacidad, debido a que el jugo claro también posee una temperatura elevada y es necesario manipularlo y transportarlo con precaución.

2.2.3 Pruebas de clarificación

2.2.3.1 Preparación del coadyuvante de clarificación (floculante)

Dado que la RPAMM se encuentra en estado sólido y debe ser aplicada al proceso de clarificación en forma de disolución. Se preparó ésta al 0.1% p/v, pesando 1 g de RPAMM en balanza analítica y se disolvió en 1 L de agua potable limpia, de baja dureza, pH neutro y a temperatura ambiente; esto se realizó a una agitación lenta y constante de aproximadamente 30 rpm durante una hora. Para facilitar la disolución, se puede calentar el agua a 40 °C y agitar a máximo 100 rpm.

Cuando se homogenizó por completo la RPAMM con el agua, se le dio un tiempo de maduración al floculante entre 60 y 90 min más; cumplido el tiempo, se procedió a dosificar para cada prueba, en donde, 1 mL de la solución preparada correspondía a 1 ppm.

2.2.3.2 Velocidad de sedimentación del jugo alcalizado

Se implementó un método para estimar la velocidad de sedimentación del jugo alcalizado en fábrica, utilizando como agente floculante la solución de RPAMM preparada. Para ello se realizaron clarificaciones a escala (pruebas de jarras) de acuerdo con el arreglo experimental presentado en la Tabla 2.5. El desarrollo del procedimiento se describe a continuación.

Se tomó una muestra de 1,000 mL de jugo alcalizado y se vertió en una probeta graduada acomodada en posición totalmente vertical y recta. Inmediatamente después, se midieron la temperatura y el pH del jugo, considerando que éste se encontrara en los rangos de 80 – 100 °C y 6.8 – 7.8, respectivamente; para el funcionamiento adecuado del floculante. De otro modo los flóculos no se forman y

precipitan, dejando el jugo turbio. Cuando la muestra no contaba con dichas condiciones, se devolvía hasta obtener la que fuera adecuada.

Posteriormente, con una pipeta graduada se adicionó la dosis de floculante correspondiente al experimento indicado por la Tabla 2.5 y se agitó vigorosamente durante 30 s; al terminar se inició el cronómetro en el momento que el agitador se retiró de la probeta. Se registró el volumen de los lodos precipitados en 0, 0.5, 1.0, 1.5, 2.0, 2.5, 3.0, 3.5, 4.0, 4.5, 5.0 y 15 min. Los resultados obtenidos se presentan en el Anexo A.1, estos se graficaron y mediante un ajuste lineal se determinó la velocidad de sedimentación.

Finalmente, se tomó una muestra con la cantidad suficiente para realizar una medición de turbidez al jugo clarificado obtenido en cada prueba, apenas se terminó de registrar todos los volúmenes de lodos precipitados del ensayo.

Tabla 2.5 Diseño experimental para la medición de las velocidades de sedimentación en el jugo alcalizado

TRATAMIENTO	BLOQUE									
<i>Dosis de</i>	<i>Día</i>									
<i>Floculante (ppm)</i>	1		2		3		4		5	
2	1.1	1.5	2.3	2.4	3.2	3.3	4.4	4.5	5.2	5.3
4	1.2	1.4	2.2	2.6	3.4	3.6	4.2	4.6	5.1	5.6
6	1.3	1.6	2.1	2.5	3.1	3.5	4.1	4.3	5.4	5.5

El seguimiento de las velocidades de sedimentación en el jugo alcalizado se llevó a cabo durante un período de 5 días con el fin de recolectar datos suficientes y confiables para garantizar precisión en la medición. Las dosis de floculante que se analizaron fueron: 2, 4 y 6 ppm, según recomendación de proveedor y fábrica. Las pruebas para cada día se ejecutaron de acuerdo con un DBCA con una réplica, en el orden establecido que se muestra en la Tabla 2.5.

Se realizaron un total de 30 tratamientos aleatorizados y se efectuó un ANOVA empleando el software NCSS 2007 para obtener los efectos que tienen la dosis de RPAMM empleada y el día de muestro, sobre la velocidad de sedimentación ($\text{mL}_{\text{Sólidos}}/\text{min}$) de las impurezas presentes en el jugo alcalizado.

2.2.3.3 Velocidad de sedimentación del jugo filtrado

En el desarrollo de este trabajo, también se consideró realizar pruebas de clarificación del jugo filtrado en fábrica. Para estimar la velocidad de sedimentación, se empleó el método detallado en la Sección 2.2.3.2, sin embargo, por la naturaleza del jugo fue necesario efectuar ciertas modificaciones para que el floculante funcionara adecuadamente. El procedimiento resultante se describe a continuación.

Se tomó una muestra de 1,000 mL de jugo filtrado y se le midió el pH. El pH de la muestra se ajustó a un valor de 7.8 ± 0.1 adicionando lechada de cal y después se calentó el jugo hasta ebullición ($97\text{ }^{\circ}\text{C}$) en una parrilla eléctrica. Se aconseja que al encalar se homogenice bien y se deje reaccionar la mezcla por lo menos 5 min, permaneciendo en ebullición mínimo 15 s, para garantizar buenos resultados de coagulación – floculación.

Al terminar el calentamiento del jugo, se vertió cuidadosamente en una probeta graduada acomodada en posición totalmente vertical y recta. Posteriormente, con una pipeta graduada se adicionó la dosis de floculante correspondiente al experimento indicado por la Tabla 2.6 y se agitó vigorosamente durante 30 s; al terminar se inició el cronómetro en el momento que el agitador se retiró de la probeta. Se registró el volumen de los lodos precipitados en 0, 0.5, 1.0, 1.5, 2.0, 2.5, 3.0, 3.5, 4.0, 4.5, 5.0 y 15 min. Los resultados obtenidos se presentan en el Anexo A.2, estos se graficaron y mediante un ajuste lineal se determinó la velocidad de sedimentación.

Finalmente, se tomó una muestra con la cantidad suficiente para realizar una medición de turbidez al jugo clarificado obtenido en cada prueba, apenas se terminó de registrar todos los volúmenes de lodos precipitados del ensayo.

Tabla 2.6 Diseño experimental para la medición de las velocidades de sedimentación en el jugo filtrado

TRATAMIENTO	BLOQUE									
<i>Dosis de</i>	<i>Día</i>									
<i>Floculante (ppm)</i>	1		2		3		4		5	
2	1.2	1.5	2.1	2.6	3.1	3.5	4.1	4.3	5.1	5.5
4	1.1	1.4	2.4	2.5	3.2	3.4	4.2	4.6	5.3	5.4
6	1.3	1.6	2.2	2.3	3.3	3.6	4.4	4.5	5.2	5.6

El seguimiento de las velocidades de sedimentación en el jugo filtrado se llevó a cabo bajo las mismas condiciones del jugo alcalizado. Las pruebas para cada día también se ejecutaron de acuerdo con un DBCA con una réplica, en el orden establecido que se muestra en la Tabla 2.6.

Se realizaron un total de 30 tratamientos aleatorizados y se efectuó un ANOVA empleando el software NCSS 2007 para obtener los efectos que tienen la dosis de RPAMM empleada y el día de muestro, sobre la velocidad de sedimentación ($\text{mL}_{\text{Sólidos}}/\text{min}$) de las impurezas presentes en el jugo filtrado.

2.2.3.4 Determinación de la turbidez en jugo claro

La turbidez se considera como medida de la remoción de impurezas del jugo claro obtenido una vez que éste se separó de los lodos precipitados en cada una de las pruebas de clarificación. Tomando como referencia el Método ICUMSA GS 7-21 (2007), la metodología para la determinación de turbidez fue la siguiente:

Se pesaron 26 g de jugo claro en un matraz Kohlrausch de 100 mL, se aforó con

agua destilada y se homogenizó perfectamente la solución. Posteriormente, se colocó una membrana de nitrocelulosa de 0.45 μm en un embudo de filtración que se conectó a un matraz Kitasato y con ayuda de una bomba de vacío se obtuvo el filtrado.

Se verificó que el espectrofotómetro marcara 0 de absorbancia con la celda llena de agua destilada; se vació y enjuagó la celda con el filtrado para después llenarla con el resto de éste. La lectura de la muestra se efectuó a 420 nm y el valor de absorbancia adquirido se introdujo en la Ecuación 2.1 para calcular la turbidez:

$$\text{Turbidez del jugo claro (U.I.)} = \frac{A_s \times 3846}{100} \quad (2.1)$$

donde A_s es la absorbancia de la muestra a 420 nm; 3846 es el factor para convertir el índice de absorbancia directa a U. I. y 100 es el volumen de la muestra en mL.

La turbidez es una medida relativa establecida por cada ingenio azucarero principalmente con respecto al funcionamiento de sus clarificadores; el Ingenio Beta San Miguel: Central San Miguelito de acuerdo a datos históricos de zafra, tiene establecido un máximo de 22 y un mínimo de 7 U. I. de turbidez, como rango de operación adecuado en la etapa de clarificación.

2.2.4 Pruebas de decoloración

2.2.4.1 Preparación del coadyuvante de decoloración (decolorante)

A diferencia del coadyuvante de clarificación, el coadyuvante de decoloración se encuentra en estado líquido; sin embargo, para su dosificación en las pruebas fue necesario preparar 1 L de solución al 0.1% v/v, esto para que cada mL de ésta fuera equivalente a 1 ppm. Como se describió en la Sección 2.1.2, el decolorante presenta una concentración de 39 – 42 % de CECDAM, por lo que fue necesario calcular

mediante la Ecuación 2.2, el volumen de decolorante a adicionar en agua destilada para la preparación de la solución.

$$V_1 C_1 = V_2 C_2 \quad (2.2)$$

donde V_1 es el volumen de decolorante en mL necesario para la solución; C_1 es la concentración porcentual del CECDAM en el decolorante; V_2 es el volumen de la solución a preparar en mL y C_2 es la concentración porcentual deseada de la solución a preparar.

Despejando V_1 y sustituyendo en la Ecuación 2.2 los valores correspondientes a cada término, se determinó el volumen que se requirió de decolorante para preparar 1 L de solución al 0.1% v/v de CECDAM:

$$V_1 = \frac{(1,000 \text{ mL})(0.1\%)}{(40\%)} = 2.5 \text{ mL} \quad (2.3)$$

Por lo tanto, para la preparación de la solución, se midieron con una pipeta graduada, 2.5 mL de decolorante y se disolvieron en 997.5 mL de agua destilada; se homogenizó perfectamente la solución y se procedió a dosificar.

2.2.4.2 Decoloración del jugo claro

Para evaluar la remoción de color con el uso del coadyuvante de decoloración propuesto, se decidió realizar las pruebas en el jugo claro de fábrica; esto para evitar tener una gran cantidad de impurezas o sólidos como los que posee el jugo alcalizado y fuera necesario clarificar cada muestra nuevamente. Se desarrolló un método para la obtención de jugo decolorado a partir del jugo claro, mediante pruebas de jarras de acuerdo con el arreglo experimental presentado en la Tabla 2.7. El proceso empleado se describe a continuación.

Se tomó una muestra de 1,000 mL de jugo claro y se vertió cuidadosamente en una probeta. Adicionalmente se tomaron 100 mL de la misma muestra para medirle el °Brix y se calculó el color de acuerdo a lo descrito en la Sección 2.2.4.3. Los resultados obtenidos se presentan en el Anexo B.1.

Con una pipeta graduada se adicionó la dosis de decolorante correspondiente al experimento indicado por la Tabla 2.7 y se agitó suavemente durante 3 min para garantizar el total contacto de la muestra con el decolorante. Posteriormente, se le dio un tiempo de contacto al decolorante de 15 min de reposo en la probeta.

Finalmente, se tomó una muestra con la cantidad suficiente para realizar una medición de °Brix y se calculó el color al jugo decolorado (Sección 2.2.4.3) obtenido en cada prueba. Los resultados se presentan en el Anexo B.2.

Una vez determinado el color tanto del jugo claro como del jugo decolorado para cada prueba, se calculó el porcentaje de remoción de color mediante la Ecuación 2.4; los resultados obtenidos se presentan en el Anexo B.3.

$$\text{Remoción de color (\%)} = \frac{C_i - C_f}{C_i} \times 100 \quad (2.4)$$

donde C_i es el color inicial o color del jugo claro y C_f es el color final o color del jugo decolorado, ambos calculados en U. I.

Tabla 2.7 Diseño experimental para la medición de la decoloración en el jugo claro

TRATAMIENTO	BLOQUE					
<i>Dosis de</i>	<i>Día</i>					
<i>Decolorante (ppm)</i>	1		2		3	
30	1.5	1.4	2.2	2.4	3.6	3.4
40	1.1	1.6	2.3	2.5	3.5	3.2
50	1.3	1.2	2.6	2.1	3.3	3.1

Se dio un seguimiento a la decoloración del jugo claro durante un período de 3 días, considerando que los parámetros de calidad de éste son más o menos uniformes a lo largo de toda la zafra, a diferencia de los jugos obtenidos antes de la clarificación. Las dosis de decolorante que se analizaron fueron: 30, 40 y 50 ppm, según recomendación de proveedor. Las pruebas para cada día se ejecutaron de acuerdo con un DBCA con una réplica, como se muestra en la Tabla 2.7.

Se realizaron un total de 18 tratamientos aleatorizados y se efectuó un ANOVA empleando el software NCSS 2007 para obtener los efectos que tienen la dosis de CECDAM empleado y el día de muestro, sobre la remoción (%) de los agentes presentes que aportan el color al jugo claro.

2.2.4.3 Determinación de color por absorbancia en jugos

Puesto que no se cuenta una técnica reportada que describa el análisis de color de los diferentes jugos obtenidos del proceso, se desarrolló una metodología para la determinación de color en jugos, fundamentada en la Norma Mexicana NMX-F-526-SCFI-2012 y en los Métodos ICUMSA GS 1/3-7 (2011), GS 2/3-9 (2005) y GS 2/3-10 (2011). La técnica utilizada para la medición del color en el jugo claro y en el jugo decolorado, fue la siguiente:

Se pesaron 50 g de jugo en un matraz Kohlrausch de 100 mL y se aforó con agua destilada. Se homogenizó la muestra y después se filtró con una membrana de nitrocelulosa de 0.45 μm en un embudo de filtración conectado a un matraz Kitasato y con ayuda de una bomba de vacío se obtuvo el filtrado.

Se verificó que el espectrofotómetro a 420 nm marcara 0 de absorbancia con la celda llena de agua destilada; se vació y enjuagó la celda con el filtrado para después llenarla con el resto de éste y efectuar la lectura. Posteriormente, se procedió a medir el °Brix de la muestra en el refractómetro.

El color determinado por absorbancia en los jugos se calculó con la Ecuación 2.5:

$$\text{Color del jugo (U.I.)} = \frac{A_s}{(b)(c)} \times 1000 \quad (2.5)$$

donde A_s es la absorbancia de la muestra a 420 nm; b es la longitud de la celda en cm; c es la concentración de sólidos de la muestra en g/cm³ y 1000 es el factor para convertir el índice de absorbancia directa a U. I.

La concentración de los sólidos de la muestra en solución, “c”, se calculó con la Ecuación 2.6, a partir del °Brix medido y el peso específico a 20/20 °C obtenido mediante Tablas que presenten el °Brix, peso específico y °Baumé de las soluciones de azúcar a 20 °C. El resultado, se sustituyó en la Ecuación 2.5 para finalmente determinar el color ICUMSA del jugo.

$$c = \frac{(^{\circ}\text{Bx})(\text{Peso específico } 20/20 \text{ }^{\circ}\text{C})}{100} \quad (2.6)$$

2.2.5 Evaporación (concentración) del jugo decolorado

Una vez conocidos los mejores parámetros de clarificación y decoloración del jugo de caña de azúcar, se procedió a tratar la cantidad de jugo mezclado necesaria con los coadyuvantes correspondientes, para posteriormente mediante evaporación, concentrar el jugo decolorado y prepararlo para cristalización.

La evaporación se llevó a cabo en un recipiente de aluminio, sobre una parrilla de calentamiento, a presión atmosférica y agitando constantemente para favorecer la convección y evitar así la caramelización del jugo. Mediante el refractómetro se monitoreó el °Brix del jugo para saber en qué momento ya se había alcanzado el punto de concentración deseado.

Para conocer la cantidad de agua a evaporar del jugo decolorado y consecuentemente la cantidad necesaria de éste a concentrar para la cristalización a nivel planta piloto, se emplearon las Ecuaciones 2.7 – 2.9 desarrolladas por Hugot (1974).

Partiendo de la Ecuación 2.7, que indica que el volumen de los materiales disueltos es el mismo antes y después de la evaporación:

$$J \cdot B_j = M \cdot B_m \quad (2.7)$$

de donde el volumen de la meladura está dado por la Ecuación 2.8:

$$M = J \cdot \frac{B_j}{B_m} \quad (2.8)$$

por lo tanto, el volumen del agua por evaporar se calculó con la Ecuación 2.9:

$$E = J - S = J \left(1 - \frac{B_j}{B_m} \right) \quad (2.9)$$

Siendo E el volumen en L del agua por evaporar; J el volumen en L del jugo decolorado; M el volumen en L del jugo concentrado o meladura; B_j los °Bx del jugo decolorado y B_m los °Bx del jugo concentrado o meladura.

2.2.6 Caracterización de las propiedades fisicoquímicas de los diferentes jugos obtenidos en el proceso

A nivel industrial, el laboratorio de fábrica monitorea constantemente diversas propiedades fisicoquímicas de los productos obtenidos en cada etapa del proceso para tener un control estricto y garantizar así la calidad final del azúcar. Considerando el mismo objetivo para este proyecto; se llevó a cabo la determinación de dichas propiedades para los diferentes jugos resultantes de cada prueba realizada al jugo de caña de azúcar; específicamente se seleccionaron 5 de estas como las principales a analizar: pH, °Brix, Pol (sacarosa aparente), pureza y color.

Basándose en los manuales de operación de los equipos utilizados y las normas y técnicas analíticas vigentes, la caracterización de los jugos se llevó a cabo para las dos corridas experimentales de cristalización (original y réplica).

2.2.6.1 Determinación de pH

El monitoreo del pH se realizó de acuerdo al método para determinar el pH en muestras de jugos de caña de azúcar que se encuentra establecido en la Norma Mexicana NMX-F-266-SCFI-2012. El potenciómetro utilizado proporciona automáticamente mediciones de pH compensadas por los efectos de la temperatura a través de una sonda, por lo que se obtuvieron lecturas confiables, ya que los jugos fueron sometidos a diversos cambios de temperatura para producir las reacciones de clarificación deseadas. Al término de cada medición es necesario que el electrodo y la sonda de temperatura del equipo se limpien e introduzcan en agua destilada, para garantizar lecturas precisas y constantes de muestras posteriores.

2.2.6.2 Determinación de °Brix

Los análisis se realizaron con base en la Norma Mexicana NMX-F-436-SCFI-2011, la cual establece el método del refractómetro para determinar el °Brix en muestras de jugos de caña de azúcar. El refractómetro digital empleado corrige automáticamente la temperatura a 20 °C, por lo que la lectura indicada por el equipo es directamente el °Brix de la muestra.

Para algunas pruebas el °Brix fue determinado en el medidor digital de densidad, donde adicionalmente se obtuvieron lecturas de densidad de las muestras analizadas; para evitar correcciones de temperatura las determinaciones se realizaron a 20 °C, gracias a que el equipo cuenta con un sistema de control para realizar los análisis a la temperatura fijada por el usuario. Para ello, por medio de una jeringa Luer se tomaron 2 mL de muestra y se inyectaron lentamente a la celda de

medición (tubo en U), verificando que no existieran burbujas de aire en la celda y que la muestra no las contuviera; se esperó a que la temperatura se estabilizara en el equipo y se procedió a tomar la lectura registrada en la pantalla digital del mismo. Al término de cada medición se procedió a lavar y secar la celda y la jeringa para evitar así la contaminación de la muestra siguiente.

2.2.6.3 Determinación de Pol

La determinación de Pol (sacarosa aparente) en las muestras de jugos de caña de azúcar fue de acuerdo a la Norma Mexicana NMX-F-271-1991, por el método del peso normal. Sin embargo, el procedimiento fue modificado debido a que actualmente el uso de subacetato de plomo se encuentra prohibido para realizar análisis de alimentos, por su alto riesgo a la salud y al medio ambiente; en sustitución se empleó octapol, que es un producto químico en polvo que se usa como clarificante o floculante en muestras de agua y productos contaminados con sustancias solubles, teniendo una acción que le permite en pocos segundos obtener una muestra clara (ATS, 2016), suficientemente libre de color y turbiedad como es requerida la solución para esta determinación.

Antes de cada medición se calibró el polarímetro a 0% Pol con el tubo polarimétrico lleno de agua destilada a 20 °C, el cual se vació y enjuagó de una a dos veces con la solución preparada y posteriormente se llenó con la misma, verificando que no existieran burbujas de aire a lo largo del tubo; entonces se procedió a realizar la medición colocando el tubo en el porta muestras del polarímetro y una vez que la lectura en la pantalla digital del equipo dejó de oscilar, se registró directamente el valor obtenido. Todas las polarizaciones de las diferentes muestras deben ser efectuadas a 20 °C para evitar cualquier corrección de temperatura.

2.2.6.4 Determinación de pureza

La pureza de los jugos de caña de azúcar es un valor calculado que corresponde a la razón porcentual de sacarosa (o Pol) respecto al total de sólidos solubles (°Brix) contenidos en un producto azucarado. Determinados el %Pol (Sección 2.2.6.3) y el °Brix (Sección 2.2.6.2) del jugo, el coeficiente de pureza se obtuvo usando la Ecuación 2.10 (Chen, 2000):

$$\text{Pureza (\%)} = \frac{\% \text{Pol}}{^{\circ} \text{Bx}} \times 100 \quad (2.10)$$

2.2.6.5 Determinación de color

La determinación de color en los jugos se realizó con la metodología ya descrita en la Sección 2.2.4.3, en donde específicamente se describe la técnica utilizada para la medición de color en el jugo claro y en el jugo decolorado; pero para los jugos obtenidos antes de la clarificación, en este caso jugo mezclado y jugo alcalizado, así como para la meladura, al ser productos de color oscuro, fue necesario inicialmente ajustar su pH hasta 7.0 ± 0.2 con NaOH 0.1 N y se pesaron 26 g de jugo en vez de 50 g, debido a que los jugos claro y decolorado no se deben solubilizar de más por su claridad, ya que esto puede hacer que la lectura de absorbancia sea errónea. También fue necesario realizar una doble filtración para este tipo de productos, primero con una membrana de nitrocelulosa de 0.8 μm y después con otra de 0.45 μm y el filtrado obtenido se leyó en el espectrofotómetro a 560 nm de absorbancia. Una vez que se atendieron dichas modificaciones a la metodología, se calculó el color con las Ecuaciones 2.5 y 2.6, previamente descritas.

2.2.7 Cristalización de jugo de caña de azúcar a nivel planta piloto

Para la obtención del azúcar blanco, se llevó a cabo la cristalización del jugo decolorado concentrado (meladura) obtenido como describe la Sección 2.2.5; esto con la finalidad de reproducir a nivel planta piloto el proceso industrial de

cristalización de azúcar de caña, pero a través de un jugo con mejores condiciones de color y pureza. La corrida experimental junto con una réplica se realizaron en el cristalizador por lotes a vacío escala planta piloto, usando un perfil de regulación dinámica de presión de vacío (“enfriamiento natural adiabático”), según lo reportado por Bolaños *et al.* (2008). Se consideraron las condiciones de operación presentadas en la Tabla 2.8, empleadas por Díaz (2011) para la cristalización de meladura a nivel planta piloto.

Tabla 2.8 Condiciones de operación para cristalizar meladura

PARÁMETRO	MELADURA
<i>Concentración inicial</i>	$\rho = 1.36934 \text{ g/cm}^3$
<i>Temperatura inicial</i>	72 °C
<i>Carga</i>	12 L
<i>Presión de vacío</i>	21.5 a 25 inHg
<i>Masa de semilla sembrada</i>	8 g
<i>Tamaño de semilla sembrada</i>	180 μm
<i>Tiempo de sembrado</i>	1 min
<i>Tiempo de batch</i>	120 min
<i>Velocidad de agitación</i>	250 rpm

Al término de cada corrida experimental se procedió a descargar completamente el cristalizador, la masa cocida obtenida (cristales más licor madre) se introdujo a una centrifuga de canasta por un tiempo aproximado de 10 min a 900 rpm y aplicando manualmente pequeñas cantidades de agua dosificadas mediante un rociador, lo que permitió una eficiente separación de los cristales del licor madre o miel. Posteriormente, el azúcar obtenido fue llevado en charolas a una estufa de laboratorio, en donde se sometió a un secado intermitente a una temperatura entre 70 y 95 °C para evitar el daño que sufre el azúcar a altas temperaturas.

2.2.8 Caracterización de las propiedades fisicoquímicas del azúcar blanco obtenido a nivel planta piloto

A nivel industrial, el laboratorio de fábrica en el área de control de calidad, analiza las propiedades fisicoquímicas del azúcar obtenido al final del proceso para garantizar que cumpla con las especificaciones de calidad requeridas por el cliente. Considerando el mismo objetivo para este proyecto; se llevó a cabo la determinación de ciertas propiedades para evaluar si el azúcar blanco obtenido cumple particularmente con las especificaciones de la Norma Mexicana NMX-F-516-SCFI-2004; se seleccionaron 4 de estas como las principales a analizar: Distribución de Tamaño de Cristal (DTC), Masa de Cristal Formada (MCF), Pol y color.

Basándose en los manuales de operación de los equipos utilizados y las normas y técnicas analíticas vigentes, se llevó a cabo la caracterización del azúcar blanco obtenido en cada corrida experimental (original y réplica).

2.2.8.1 Determinación de la DTC

Se analizó la DTC mediante micrografías de las muestras extraídas en cada tiempo de muestreo durante las corridas experimentales, esto de acuerdo a la técnica reportada por Ramos y Valdés (2016). Para ello fue necesario la extracción de 3 mL de solución sin filtrar, los cuales se depositaron en un porta objetos para poder realizar la toma de las imágenes desde el microscopio mediante la cámara digital que se encuentra conectada a éste; estas imágenes se procesaron en el software NI Vision Assistant 2014, para obtener las áreas en píxeles de los cristales formados a través del proceso de cristalización y poder así calcular los momentos de la DTC (% número, % longitud, % superficie y % volumen).

2.2.8.2 Determinación de la MCF

Se calculó la MCF para cada tiempo de muestreo de las corridas experimentales, mediante el procedimiento empleado por Bolaños (2000), haciendo uso de un

dispersante que no modifique las propiedades fisicoquímicas del azúcar ni de su solución acuosa, en este caso cloroformo.

2.2.8.3 Determinación de Pol

Se determinó la polarización del azúcar blanco cristalizado por el método establecido en la Norma Mexicana NMX-F-079-SCFI-2012.

2.2.8.4 Determinación de color por absorbancia en azúcares

La determinación de color en el azúcar blanco se realizó mediante la técnica reportada en la Norma Mexicana NMX-F-526-SCFI-2012.

2.2.9 Comparación de los productos de azúcar blanco (planta piloto) con los generados por el ingenio azucarero (fábrica)

Se recopilaron las especificaciones fisicoquímicas de consumo, establecidas en las Normas Mexicanas vigentes, para cada tipo de azúcar producido en los ingenios del país, siendo estos de cuatro calidades principales: crudo, estándar, blanco especial y refinado. Específicamente se compararon los resultados de polarización y color obtenidos en el proceso de elaboración de azúcar blanco propuesto, con respecto a los determinados por normatividad para cada tipo de azúcar.

Una vez evaluado si el azúcar blanco obtenido cumple particularmente con las características de calidad de la Norma Mexicana NMX-F-516-SCFI-2004, referente al azúcar blanco especial; se establecieron las ventajas y diferencias del proceso propuesto con respecto a las técnicas existentes de obtención de azúcar blanco, así como también las referentes a la fabricación de los otros tipos de azúcar. Finalmente, se determinó la viabilidad de aplicación de la estrategia desarrollada en este trabajo.

CAPÍTULO 3
RESULTADOS Y DISCUSIÓN

CAPÍTULO 3 RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1 Estrategia para la obtención de azúcar blanco

Una vez evaluado el proceso de elaboración de azúcar estándar en el Ingenio Beta San Miguel: Central San Miguelito y el proceso de refinación de azúcar en forma teórica; se analizaron las condiciones de operación de cada etapa de procesamiento, así como también de los equipos básicos existentes en un ingenio azucarero, para establecer una estrategia de adecuación al proceso ya instaurado para la obtención de azúcar blanco. En la Figura 3.1 se presenta el diagrama general de proceso de la estrategia desarrollada (señalada en color verde), correspondiente a las etapas necesarias para la instalación de una línea de producción de azúcar blanco.

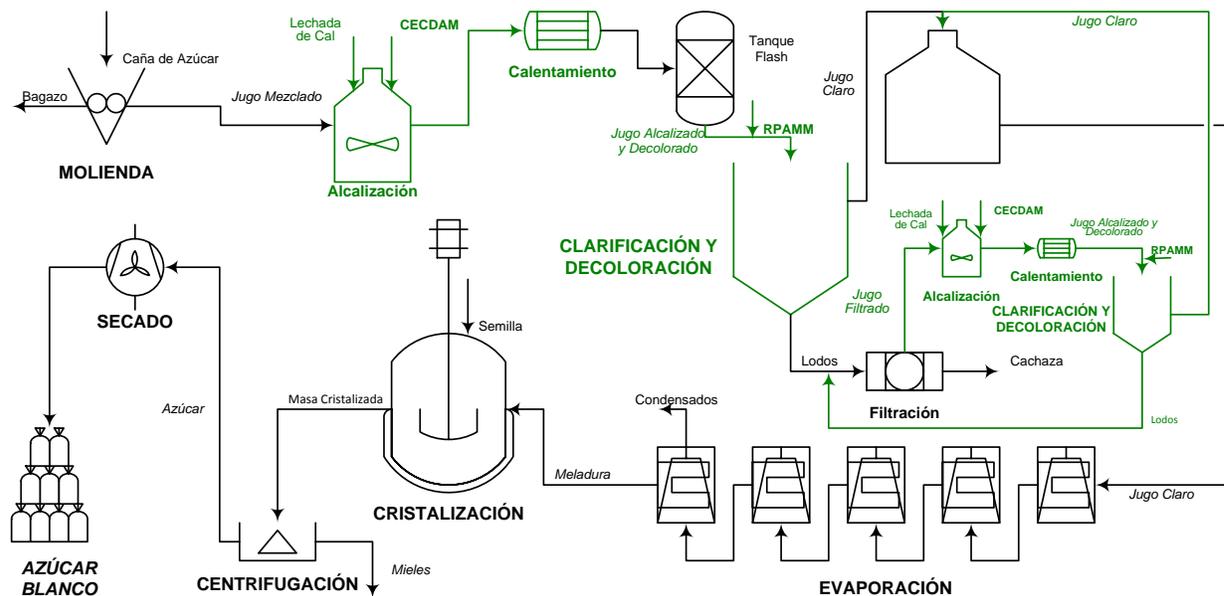


Figura 3.1 Estrategia de proceso para la obtención de azúcar blanco

Como se observa, el proceso propuesto contempla todas las operaciones básicas para la obtención habitual de azúcar crudo, sin embargo, éste tiene modificaciones en la etapa de clarificación y también se adicionó la etapa de decoloración, la cual únicamente se presenta en el proceso de refinación. Dichas etapas se deben operar

en forma consecutiva y las estrategias tomadas para cada una, junto con sus particularidades, se describen en las Secciones 3.1.1 y 3.1.2.

Una de las ventajas más significativas del planteamiento del proceso de obtención de azúcar blanco, corresponde al menor requerimiento de infraestructura (etapas y equipos) respecto a la instalación de una refinería; incluso sin mayor problema puede implementarse en ingenios productores de azúcar estándar, ya que en comparación con el proceso de elaboración de azúcar refinada, no es necesario que se elabore azúcar crudo para que sea fundido y entonces después pueda ser decolorado, lo que evidentemente requiere un amplio número de operaciones, implicando con ello un mayor costo de producción.

3.1.1 Estrategia para la etapa de clarificación

La Figura 3.2 detalla la estrategia desarrollada (señalada en color azul) para la implementación de una etapa más eficiente de clarificación del jugo de caña de azúcar.

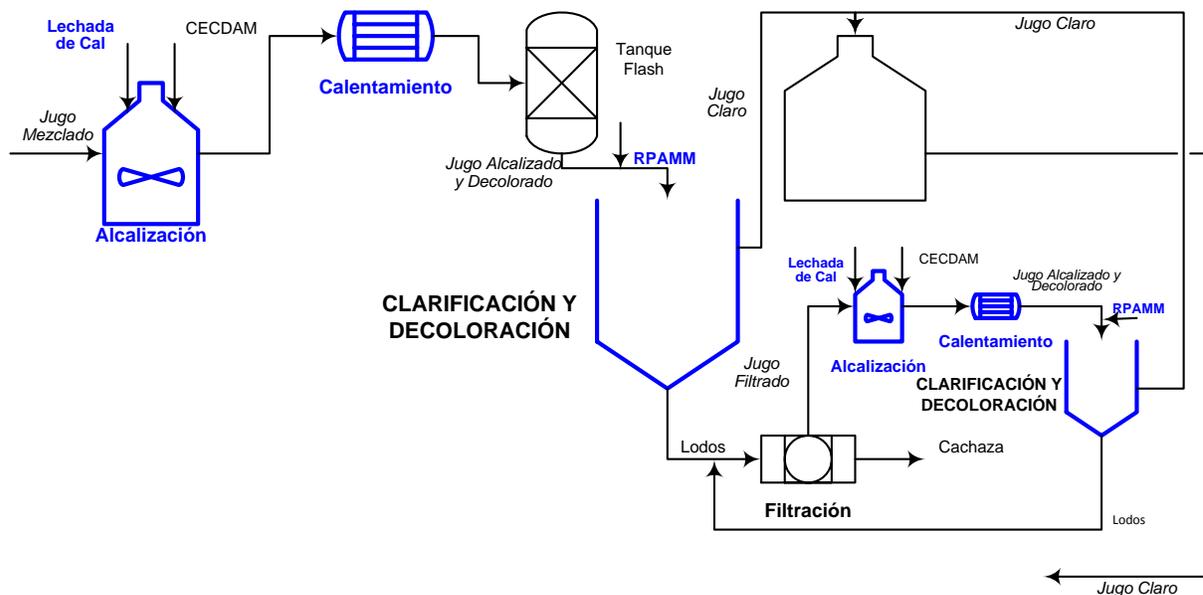


Figura 3.2 Estrategia de proceso para la etapa de clarificación

Se consideró la configuración usual empleada por la mayoría de los ingenios azucareros, pero con la modificación principal de que el jugo filtrado obtenido de los filtros de cachaza, no se recirculará al tanque de alcalización del jugo mezclado como comúnmente se realiza; sino se sumará al proceso una línea de clarificación en menor volumen que pueda tratar éste jugo por separado, para evitar que altere las propiedades del jugo mezclado extraído en el área de molinos, ya que el jugo filtrado al ser obtenido de la compresión de los lodos decantados del clarificador, ya no presenta las mismas características de calidad de un jugo recién obtenido.

Lo anterior, deriva para evitar algunas problemáticas comunes en el proceso continuo; como que la capacidad del tanque de alcalización se ve rebasada muy rápido por manejar los dos volúmenes de jugos (mezclado y filtrado), haciendo que en ocasiones sea necesario pausar la molienda para alcalizar y clarificar adecuadamente todo el jugo contenido tanto en el tanque de alcalización como en el clarificador, provocando con ello, un tiempo perdido en fábrica que afecta las cifras de producción del ingenio. Así, al clarificar por separado el jugo filtrado, se agiliza la etapa principal de clarificación, aumentando hasta en un 15% la capacidad de molienda, ya que ése es el porcentaje aproximado del jugo recirculado que es recuperado de los lodos filtrados; con esto, el tanque de alcalizado se llenará únicamente con jugo mezclado, que además no afectará su pureza por combinarse con otro jugo de menor calidad. También, en dado caso que sea más tardado clarificar el jugo filtrado, no se requerirá realizar ninguna demora en la producción, puesto que el suministro de jugo claro a los evaporadores será constante.

Asimismo, la estrategia planteó una mejora con respecto a las técnicas tradicionales manejadas por los ingenios azucareros, en donde por lo general, utilizan cal y calentamiento como únicos medios para clarificar el jugo mezclado; la mejora implica el uso de la RPAMM como coadyuvante de clarificación (floculante) para precipitar las impurezas más significativas que posee el jugo (basura y bagazo), obteniendo en poco tiempo de retención una muestra clara del mismo.

Para el buen funcionamiento de la RPAMM, es necesario realizar en primer lugar una adecuada alcalización del jugo mezclado; para ello, no se descartó el proceso de defecación simple puesto que por rendimiento y economía es el mejor, pero se deben considerar ciertas especificaciones de operación en él para asegurar buenos resultados, éstas son:

- Añadir la cal como lechada (cal disuelta en agua) con 15 °Bé ($\rho = 1.116$), sin pasar de 20 °Bé que corresponden al máximo permitido y más allá del cual las bombas y las tuberías ya se taponan frecuentemente.
- La calidad de la cal empleada debe tener del 90 al 95% de CaO y este parámetro debe analizarse frecuentemente.
- La regulación de la cantidad de cal debe ser de alimentación automática mediante el control del pH el cual debe oscilar de 7.2 a 7.8.
- La alcalización debe realizarse antes de calentar el jugo (“en frío”) para prevenir reacciones tempranas en éste que hagan que comience a degradarse por acción del calor y que no se coagulen debidamente las impurezas.
- El tanque de alcalización debe tener una agitación lenta y constante que permita una adecuada homogenización del jugo con la lechada de cal, favoreciendo el tiempo de reacción.

En segundo lugar, el calentamiento del jugo también tiene influencia en la reacción con la RPAMM, ya que si éste no tiene una temperatura de 80 °C o mayor, no se producirá una apropiada floculación. La temperatura a la cual se debe llevar el jugo ya alcalizado debe ser la de ebullición (105 – 110 °C), en ése rango basta para una buena coagulación de las impurezas; se tiene que evitar el sobrecalentamiento del jugo, puesto que las elevadas temperaturas además de degradar la sacarosa, pueden disolver impurezas ya coaguladas, lo que generará una mala clarificación.

Finalmente, el mejor método de decantación considerado es el llevado a cabo en decantadores continuos y cerrados que favorecen la velocidad de sedimentación de las impurezas y no permiten que el jugo pierda temperatura antes de la evaporación.

3.1.2 Estrategia para la etapa de decoloración

La Figura 3.3 detalla la estrategia desarrollada (señalada en color morado) para la adición de una etapa de decoloración para el proceso de obtención de azúcar blanco. Esto representa una mejora o novedad ya que la etapa de decoloración se lleva a cabo únicamente en el proceso de refinación de azúcar, pero una vez que ya es obtenido un azúcar crudo que se funde, para clarificarlo nuevamente y después decolorarlo. En esta estrategia se consideró que no es necesario elaborar el azúcar crudo, sino que el tratamiento de decoloración en las condiciones adecuadas, puede ser aplicado directamente al jugo permitiendo remover los componentes que le aportan el color al mismo.

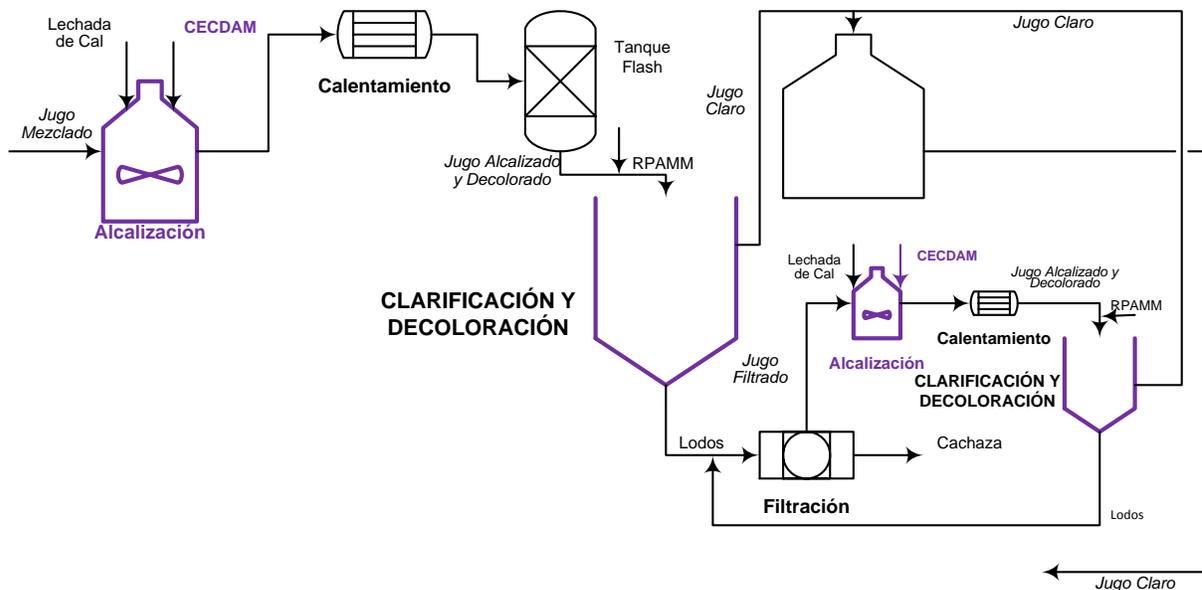


Figura 3.3 Estrategia de proceso para la etapa de decoloración

Como se observa, no se requiere la instalación de nueva infraestructura para implementar la etapa de decoloración, únicamente basta una adecuación en la línea de clarificación establecida en el proceso de fabricación de azúcar crudo o estándar para lograr dicho objetivo. La decoloración del jugo considera el uso del CECDAM

como coadyuvante de decoloración (decolorante), por ser un excelente absorbente catiónico de colorantes de elevado peso molecular como los del jugo de caña.

La adecuación a la etapa de clarificación se debe realizar en el tanque de alcalización, en donde además de adicionar la lechada de cal, se debe agregar el CECDAM en solución a flujo lento y regulado. Se eligió el tanque de alcalización debido a sus características, ya que al contar con agitación constante permitirá un buen contacto del decolorante con el jugo, favoreciendo la reacción de decoloración, la cual adicionará a los coágulos formados por la cal, parte de los colorantes presentes en el jugo.

El calentamiento posterior del jugo, el cual además de alcalizado estará en gran parte decolorado, beneficiará el efecto decolorante del CECDAM, el cual terminará su reacción total de decoloración en el clarificador junto con la RPAMM, haciendo que en éste equipo no sólo se esté llevando a cabo una clarificación sino también una decoloración. El jugo obtenido como producto del clarificador, se denominará jugo claro como habitualmente se hace, sin embargo, éste jugo ya habrá sido separado no nada más de los lodos o impurezas, sino de igual forma de los colorantes que hasta esa etapa del proceso pueda contener.

Se deben realizar las mismas operaciones para la modificación implementada en el tratamiento del jugo filtrado, para que cuando se mezclen los jugos claros de ambas líneas de clarificación, estos tengan las mismas propiedades.

3.2 Clarificación del jugo de caña de azúcar

3.2.1 Velocidad de sedimentación del jugo alcalizado

En la Tabla 3.1 se muestran las velocidades de sedimentación del jugo alcalizado (expresadas en $mL_{Sólidos}/min$) obtenidas en cada prueba ejecutada (Ver Anexo A.1).

Tabla 3.1 Velocidades de sedimentación calculadas del jugo alcalizado

Dosis de Floculante (ppm)	Día									
	1		2		3		4		5	
2	740	500	690	560	590	710	660	690	650	630
4	480	620	600	670	730	800	680	710	680	760
6	700	630	670	670	660	730	710	700	710	740

Tomando en cuenta únicamente la concentración de la RPAMM para evaluar su eficiencia, se tiene que en promedio la mayor velocidad de sedimentación de las impurezas se logró a 6 ppm con 692 mL_{Sólidos}/min, sobre 673 mL_{Sólidos}/min a 4 ppm y 642 mL_{Sólidos}/min a 2 ppm; indicando que es necesario manejar concentraciones altas de floculante para lograr buenos resultados. Lo anterior pudiera significar una desventaja económica considerable al implicar un mayor gasto en insumos y con esto elevar el costo de producción, sin embargo, la RPAMM es hasta 70% más económica en comparación con varios floculantes como el sulfato de alúmina, el cual persigue el mismo objetivo en el proceso, pero su uso representa una gran inversión, además que incrementa la cantidad de sulfitos presentes en el producto final, los cuales son perjudiciales para la salud y provocarán que no se cumpla con las especificaciones de calidad requeridas.

El ANOVA de los resultados obtenidos, se detalla en la Tabla 3.2. Como se observa la concentración de floculante (tratamiento), no presentó un efecto significativo en la velocidad de sedimentación de las impurezas del jugo alcalizado. Por otro lado, pareciera haber una diferencia significativa en el día de operación (bloque) porque la media de cuadrado es relativamente grande comparada con la del error, sin embargo F se anula ya que no es una prueba exacta, sino aproximada, debido a que sólo se aleatorizó dentro del bloque. El efecto que tiene el día de operación en la variable de respuesta se debe a que la calidad de la caña de azúcar varía no sólo con el día, sino también con el lote y el mes de trabajo, haciendo que la cantidad de impurezas presentes en ella sea cambiante, por lo que los sólidos pueden tener mayor o menor

peso molecular, afectando así directamente la velocidad de su remoción.

Tabla 3.2 ANOVA de las velocidades de sedimentación del jugo alcalizado

<i>Fuente de variación</i>	<i>Grados de libertad</i>	<i>Suma de cuadrados</i>	<i>Cuadrados medios</i>	<i>F</i>	<i>Valor-P</i>	<i>Potencia (Alfa=0.05)</i>
A: C_FLOCULANTE	2	12740	6370	1.54	0.236045	0.292907
B: DIA	4	37886.67	9471.667			
S	23	95243.34	4141.015			
Total (Ajustado)	29	145870				
Total	30					

* Término significativo en alfa = 0.05

En la Figura 3.4 se presenta la gráfica de medias correspondiente al efecto de la concentración de floculante en la variable de respuesta. Se observa que a una baja concentración de RPAMM (2 ppm) hay una menor velocidad de sedimentación, en cambio, al aumentar la concentración se ve incrementada la rapidez de precipitación de los sólidos; sin embargo, como la concentración no presenta influencia sobre la velocidad de sedimentación, puede utilizarse cualquiera de las concentraciones analizadas o cantidades entre éstas.

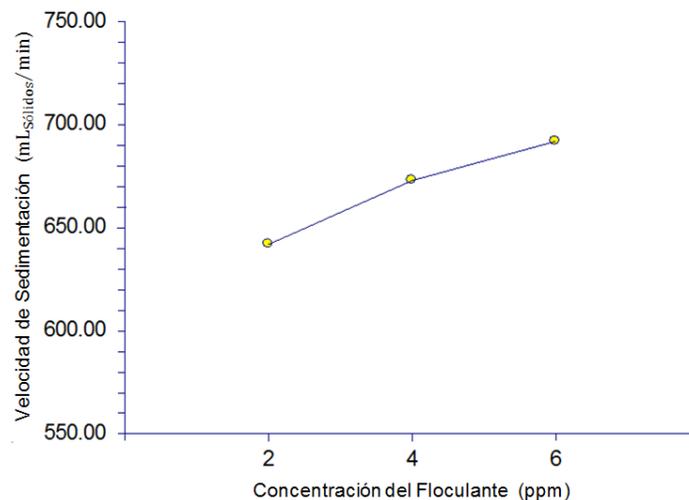


Figura 3.4 Efecto de la concentración de floculante sobre la velocidad de sedimentación del jugo alcalizado

El criterio para definir la concentración más eficiente de trabajo, se determinó en base a que el ingenio considera como parámetro de operación industrial que una velocidad de sedimentación de 500 mL_{Sólidos}/min es el promedio óptimo de precipitación de los sólidos en el clarificador, resultando con esto que los tiempos de producción en fabrica sean eficaces y no se vean perjudicadas ninguna de las etapas posteriores a la clarificación. Por lo tanto, 4 ppm se define como la mejor concentración de trabajo del floculante, ya que favorece la precipitación de los sólidos en aproximadamente 35%; previniendo así que no haya una buena clarificación por utilizar concentraciones bajas (2 ppm) y evitando que a concentraciones altas (6 ppm), además de un posible mayor costo de operación, se utilice más concentración de lo permitido para el uso de RPAMM como aditivo en procesos alimentarios que es de 8 ppm, según lo establecido por el Código Alimentario de la Organización de las Naciones Unidas para la Alimentación y la Agricultura (FAO, por sus siglas en inglés) y la Organización Mundial de la Salud (OMS), junto con las regulaciones de organismos como la FDA y COFEPRIS, estando así dentro de las buenas prácticas de manufactura.

3.2.1.1 Turbidez en el jugo claro obtenido del jugo alcalizado

La Tabla 3.3 presenta las medidas de turbidez en el jugo claro obtenido una vez que se decantaron los lodos en cada experimentación realizada al jugo alcalizado. Una vez adquiridas las lecturas de absorbancia de las diferentes muestras (Sección 2.2.3.4), se hicieron los cálculos correspondientes usando la Ecuación 2.1, en donde la turbidez se encuentra expresada en U. I. (Ver Anexo A.1.1).

Se observa que todos los resultados obtenidos de turbidez se encuentran dentro del rango que el ingenio señala como el adecuado para medir la eficiencia de la etapa de clarificación (7 – 22 U. I.), teniendo en promedio de todas las experimentaciones realizadas, una turbidez de 19.25 U. I., siendo este un parámetro aceptable de calidad del jugo claro, ya que 22 U. I. es el valor óptimo hasta ahora registrado.

Tabla 3.3 Medidas de turbidez en el jugo claro obtenido del jugo alcalizado

Dosis de Floculante (ppm)	Día									
	1		2		3		4		5	
2	18.73	19.19	19.42	18.85	21.96	21.92	20.96	19.08	18.92	19.58
4	18.31	20.27	17.85	20.99	21.77	23.11	18.54	19.38	16.42	15.49
6	18.19	19.65	15.58	19.96	21.19	22.31	17.88	18.69	16.96	16.27

En la Tabla 3.4 se presenta el ANOVA de los resultados obtenidos; teniendo que la concentración de floculante (tratamiento) no presenta un efecto significativo en la turbidez medida en el jugo claro.

Tabla 3.4 ANOVA de la turbidez en el jugo claro obtenido del jugo alcalizado

Fuente de variación	Grados de libertad	Suma de cuadrados	Cuadrados medios	F	Valor-P	Potencia (Alfa=0.05)
A: C_FLOCULANTE	2	7.133927	3.566963	2.38	0.115194	0.431085
B: DIA	4	71.99416	17.99854			
S	23	34.50631	1.500274			
Total (Ajustado)	29	113.6344				
Total	30					

* Término significativo en alfa = 0.05

En la Figura 3.5, se presenta la gráfica de medias correspondiente al efecto de la concentración de floculante en la variable de respuesta. Se observa que la concentración de RPAMM no influye en la turbidez que tiene el jugo claro, esto significa que el floculante únicamente afecta a la precipitación de las impurezas del jugo para clarificarlo adecuadamente. Por otro lado, aunque el día de operación parece ser significativo, F se anula por la restricción de aleatorización; dicha significancia también corresponde a la calidad de la caña de azúcar, ya que al ser diversa genera diferentes tipos de jugo, unos más complejos que otros según su composición, por lo que aunque se clarifiquen apropiadamente, puede haber aún algunos componentes que afecten el grado de turbidez.

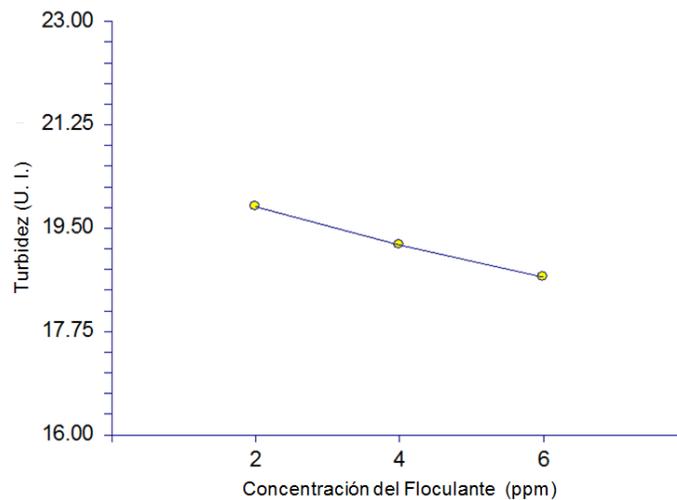


Figura 3.5 Efecto de la concentración de floculante sobre la turbidez en el jugo claro obtenido del jugo alcalizado

3.2.2 Velocidad de sedimentación del jugo filtrado

En la Tabla 3.5 se muestran las velocidades de sedimentación del jugo filtrado (expresadas en mL_{Sólidos}/min) obtenidas en cada prueba ejecutada (Ver Anexo A.2).

Tabla 3.5 Velocidades de sedimentación calculadas del jugo filtrado

Dosis de Floculante (ppm)	Día									
	1		2		3		4		5	
2	0	115.09	79.936	80.364	72.545	86	0	0	57.047	165.64
4	135.24	132.36	90.545	103.27	546	540	185.71	150.29	770	274.29
6	0	117.82	300	93.273	600	258	440	184	380	780

Tomando en cuenta únicamente la concentración de la RPAMM para evaluar su eficiencia, se tiene que en promedio la mayor velocidad de sedimentación de las impurezas se logró a 6 ppm con 315.31 mL_{Sólidos}/min, sobre 292.77 mL_{Sólidos}/min a 4 ppm y 65.66 mL_{Sólidos}/min a 2 ppm; indicando que es necesario manejar concentraciones altas de floculante para lograr buenos resultados. Lo anterior se presenta debido a que el jugo filtrado al provenir de los filtros de cachaza, contiene

una enorme cantidad de sólidos, por lo que para la sedimentación de estos es necesaria una mayor concentración de floculante; sin embargo, como se detalló en la Sección 3.1.2, la estrategia para la etapa de clarificación del jugo filtrado contempla un clarificador de menor capacidad, por lo que aunque se trabaje el floculante a la concentración más alta, el volumen de éste a dosificar no será tan grande como el requerido para la sedimentación de las impurezas en el jugo alcalizado.

El ANOVA de los resultados obtenidos, se detalla en la Tabla 3.6. Como se observa la concentración de floculante (tratamiento), presenta un efecto significativo en la velocidad de sedimentación de las impurezas del jugo filtrado. También, hay posibilidad de una diferencia significativa en el día de operación (bloque), pero de igual modo F se anula por no ser una prueba exacta. El efecto que tiene el día de operación en la variable de respuesta se debe a que los sólidos o cachaza que se extraen del clarificador para filtrarlos y obtener así el jugo filtrado, varían considerablemente en cada carga de jugo alcalizado que éste recibe, debido principalmente a la calidad del lote de caña de azúcar que se muele y la eficiencia que tenga la etapa de clarificación en sedimentar la mayor cantidad de impurezas que contenga el jugo; por lo que en cachazas más densas será más fácil la extracción de un jugo filtrado con una cantidad no tan elevada de sólidos.

Tabla 3.6 ANOVA de las velocidades de sedimentación del jugo filtrado

<i>Fuente de variación</i>	<i>Grados de libertad</i>	<i>Suma de cuadrados</i>	<i>Cuadrados medios</i>	<i>F</i>	<i>Valor-P</i>	<i>Potencia (Alfa=0.05)</i>
A: C_FLOCULANTE	2	381366.2	190683.1	7.69	0.002767*	0.917528
B: DIA	4	493841	123460.3			
S	23	570141.9	24788.78			
Total (Ajustado)	29	1445349				
Total	30					

* Término significativo en alfa = 0.05

En la Figura 3.6 se presenta la gráfica de medias correspondiente al efecto de la concentración de floculante en la variable de respuesta. Se observa que a una alta

concentración de RPAMM (6 ppm) hay una mayor y mejor velocidad de sedimentación, en cambio, al disminuir la concentración se ve muy reducida la rapidez de precipitación de los sólidos, lo que provocaría que la clarificación del jugo filtrado no fuera efectiva.

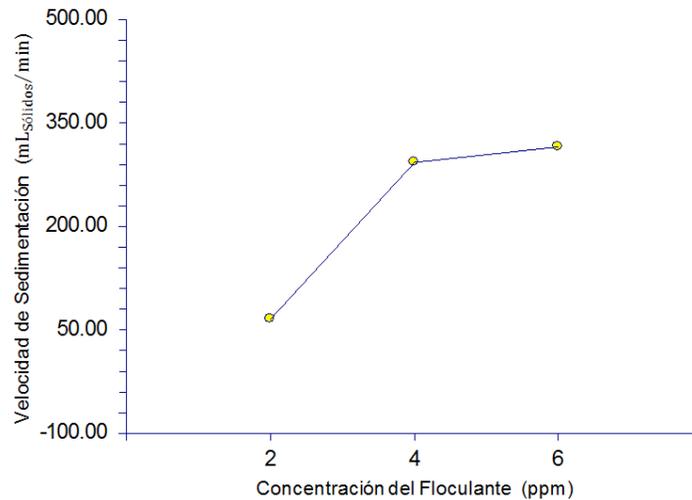


Figura 3.6 Efecto de la concentración de floculante sobre la velocidad de sedimentación del jugo filtrado

El criterio para definir la concentración más eficiente de trabajo, se determinó en base a que como la etapa de clarificación del jugo alcalizado varía constantemente, es mejor garantizar que la etapa de clarificación del jugo filtrado sea eficiente, empleando una concentración elevada de floculante. Por lo tanto, 6 ppm se define como la mejor concentración de trabajo, ya que como se observó en las pruebas, es la que más favorece la precipitación de los sólidos, previniendo así que no haya una buena clarificación por utilizar concentraciones bajas. Respecto al costo de operación que se pueda generar por utilizar una alta cantidad de floculante, es importante recordar que la línea de clarificación del jugo filtrado es de menor volumen, la RPAMM es económica y dicha estrategia trae grandes beneficios al proceso, además de que esa concentración está dentro de las buenas prácticas de manufactura.

3.2.2.1 Turbidez en el jugo claro obtenido del jugo filtrado

La Tabla 3.7 presenta las medidas de turbidez en el jugo claro obtenido una vez que se decantaron los lodos en cada experimentación realizada al jugo filtrado. Una vez adquiridas las lecturas de absorbancia de las diferentes muestras (Sección 2.2.3.4), se hicieron los cálculos correspondientes usando la Ecuación 2.1, en donde la turbidez se encuentra expresada en U. I. (Ver Anexo A.2.1).

Tabla 3.7 Medidas de turbidez en el jugo claro obtenido del jugo filtrado

Dosis de Floculante (ppm)	Día									
	1		2		3		4		5	
2	0	22.42	21.81	22.61	24.08	27.61	0	0	19.23	20.61
4	24.96	24.42	25.04	25.69	26.53	26.61	19.88	22.31	19.81	20.34
6	0	23.77	23.42	25.19	26.08	26.31	20.61	21.04	18.04	21.19

Se observa que la mayoría de los resultados obtenidos de turbidez superan ligeramente el rango que el ingenio señala como el adecuado para medir la eficiencia de la etapa de clarificación (7 – 22 U. I.), esto se debe al hecho de que el jugo filtrado es sometido a una reclarificación, por lo que la turbidez disminuirá en mayor proporción que en una sola etapa de remoción de los sólidos. Lo anterior, confirma que la aplicación de la estrategia planteada favorecerá la calidad del jugo claro que se obtenga de la nueva línea de clarificación, a diferencia de que si el jugo filtrado es recirculado para ser reprocesado y obtener el mismo resultado en un mayor tiempo. El promedio de todas las experimentaciones realizadas, presenta una turbidez de 19.99 U. I., siendo este un parámetro muy aceptable de calidad del jugo claro, validando así la eficiencia de clarificar por separado al jugo filtrado.

En la Tabla 3.8 se presenta el ANOVA de los resultados obtenidos; teniendo que la concentración de floculante (tratamiento) si presenta un efecto significativo en la turbidez medida en el jugo claro.

Tabla 3.8 ANOVA de la turbidez en el jugo claro obtenido del jugo filtrado

Fuente de variación	Grados de libertad	Suma de cuadrados	Cuadrados medios	F	Valor-P	Potencia (Alfa=0.06)
A: C_FLOCULANTE	2	303.1577	151.5788	3.24	0.057571*	0.593978
B: DIA	4	642.4691	160.6173			
S	23	1075.927	46.77941			
Total (Ajustado)	29	2021.553				
Total	30					

* Término significativo en alfa = 0.06

En la Figura 3.7, se presenta la gráfica de medias correspondiente al efecto de la concentración de floculante en la variable de respuesta. Se observa que la concentración de RPAMM influye en la turbidez que tiene el jugo claro obtenido del jugo filtrado, resultando que no sólo afectará la precipitación de las impurezas para éste tipo de jugo sino también mejorará la turbidez, clarificándolo adecuadamente; 4 y 6 ppm (la cual fue la concentración de trabajo seleccionada), mostraron los mejores resultados para este parámetro. Por otro lado, aunque el día de operación puede ser significativo, F también es anulada por la restricción de aleatorización; dicha significancia corresponde a lo previamente discutido respecto a la diversidad de composición de las cachazas que se obtengan en la clarificación del jugo alcalizado.

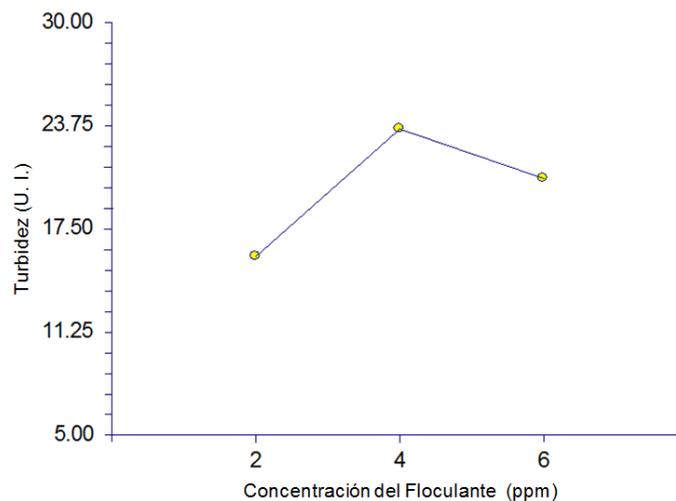


Figura 3.7 Efecto de la concentración de floculante sobre la turbidez en el jugo claro obtenido del jugo filtrado

3.3 Decoloración del jugo de caña de azúcar

En la Tabla 3.9 se muestran los porcentajes de remoción de color del jugo decolorado, obtenidos en cada prueba ejecutada (Ver Anexo B.3).

Tabla 3.9 Porcentajes de remoción de color calculados del jugo decolorado

<i>Dosis de Decolorante (ppm)</i>	<i>Día</i>					
	1		2		3	
30	9.57	6.56	7.07	9.29	12.27	10.11
40	14.74	10.46	8.64	16.83	14.97	18.01
50	19.88	27.67	21.41	21.04	18.70	24.51

Tomando en cuenta únicamente la concentración del CECDAM para evaluar su eficiencia, se tiene que en promedio el mayor porcentaje de remoción de color se logró a 50 ppm con 22.2%, sobre 13.94% a 40 ppm y 9.15% a 30 ppm; indicando que es necesario manejar concentraciones altas de decolorante para lograr buenos resultados. Lo anterior pudiera significar una desventaja económica al implicar un mayor gasto en insumos y con esto elevar el costo de producción, sin embargo, el CECDAM es 20% más económico que el ácido fosfórico, el cual es el reactivo generalmente utilizado cuando se requiere una mejor clarificación del jugo y que en ocasiones remueve algunas unidades de color en éste, pero sin conseguir el mismo efecto de decoloración que tiene el CECDAM en el proceso; además de que su uso representa una gran inversión por manejarse hasta a 200 ppm de concentración.

El ANOVA de los resultados obtenidos, se detalla en la Tabla 3.10. Como se observa la concentración de decolorante (tratamiento), presenta un efecto significativo en el porcentaje de remoción de color del jugo decolorado. Por otro lado, aunque la prueba *F* en el día de operación (bloque) es anulada por la restricción de aleatorización, esta fuente de variación no presentó un efecto significativo en la variable de respuesta, debido a que el color en el jugo claro obtenido de la etapa de clarificación, es generalmente uniforme durante toda la zafra.

Tabla 3.10 ANOVA de los porcentajes de remoción de color del jugo decolorado

Fuente de variación	Grados de libertad	Suma de cuadrados	Cuadrados medios	F	Valor-P	Potencia (Alfa=0.05)
A: C_DECOLORANTE	2	523.4243	261.7122	27.04	0.000023*	0.999981
B: DIA	2	17.73668	8.868339			
S	13	125.827	9.679003			
Total (Ajustado)	17	666.988				
Total	18					

* Término significativo en alfa = 0.05

En la Figura 3.8 se presenta la gráfica de medias correspondiente al efecto de la concentración de decolorante en la variable de respuesta. Se observa que a una baja concentración de CECDAM (30 ppm) hay un mínimo porcentaje de remoción de color (9.15%), en cambio, al aumentar la concentración se ve incrementado dicho porcentaje (hasta 22.2%), resultando que la concentración más alta analizada (50 ppm) en este trabajo, presenta los resultados más favorables de remoción de los agentes que aportan el color al jugo de caña.

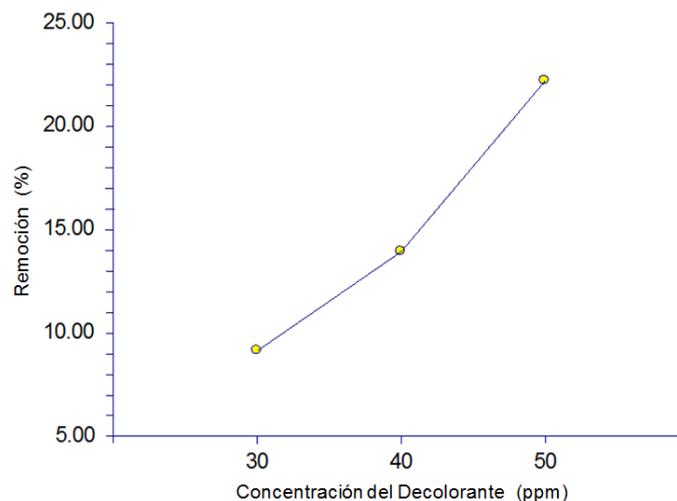


Figura 3.8 Efecto de la concentración de decolorante sobre el porcentaje de remoción de color del jugo decolorado

El criterio para definir la concentración más eficiente de trabajo, se determinó en base a lo anteriormente discutido; por lo tanto, 50 ppm se define como la mejor

concentración de trabajo del decolorante, ya que favorece la remoción del color en aproximadamente 25%. Con esto, se validó la viabilidad de introducir una etapa de decoloración al proceso para la obtención de azúcar blanco como se describe en la Sección 3.1.2, en donde el uso del CECDAM, mejora considerablemente el color del jugo de caña de azúcar, lo que derivará en un producto final que disminuya su color sin necesidad de requerir de un proceso de refinado.

La implementación de esta estrategia de decoloración puede generar un costo de inversión, sin embargo, se unificará con la etapa de clarificación y las mejoras aquí determinadas, lo que producirá un proceso integral que resulte en beneficios económicos y de operación. Asimismo, es importante mencionar que la concentración del CECDAM, se encuentra muy por debajo de lo permitido para su uso como aditivo en procesos alimentarios que es de 150 ppm, según lo establecido por el Código Alimentario de la FAO y la OMS, junto con las regulaciones de la FDA y COFEPRIS, estando así no sólo dentro de las buenas prácticas de manufactura, sino también obteniendo buenos resultados a concentraciones favorables que no comprometan la calidad ni la economía del producto final.

3.4 Evaporación del jugo decolorado

Se concentró el jugo decolorado para su cristalización a nivel plata piloto, por medio del proceso de evaporación descrito en la Sección 2.2.5, para eliminarle la mayor cantidad de agua que contenía. Se consideró la capacidad del cristizador por lotes a vacío y se decidió que era necesario obtener 12 L de jugo concentrado (meladura) a 60 °Bx para cada corrida experimental de cristalización (original y réplica).

Dichas consideraciones iniciales permitieron conocer teóricamente el volumen de jugo decolorado necesario a concentrar para obtener la cantidad de meladura requerida por corrida; se despejó J de la Ecuación 2.8 y con la medición del °Brix del

jugo decolorado, se realizaron los cálculos correspondientes que se muestran en la Tabla 3.11.

Tabla 3.11 Cálculo del volumen de jugo decolorado a concentrar

<i>Parámetro</i>	<i>C. Original</i>	<i>C. Réplica</i>
<i>M (L)</i>	12	12
<i>B_m (°Bx)</i>	60	60
<i>B_j (°Bx)</i>	15.6	17.3
<i>J (L)</i>	46.15	41.62

Como se observa, se concentraron 46.15 L y 41.62 L de jugo decolorado para cada corrida, respectivamente; sin embargo, experimentalmente la concentración final de la meladura fue ligeramente mayor de lo calculado en teoría. Medido el °Brix de la meladura, se realizó el cálculo con la Ecuación 2.9 del volumen de agua evaporada en cada volumen de jugo decolorado empleado para cristalizar. La Tabla 3.12 muestra los resultados obtenidos.

Tabla 3.12 Cálculo del volumen de agua evaporada

<i>Parámetro</i>	<i>C. Original</i>	<i>C. Réplica</i>
<i>J (L)</i>	46.15	41.62
<i>B_j (°Bx)</i>	15.6	17.3
<i>B_m (°Bx)</i>	66.4	66.5
<i>E (L)</i>	35.31	30.79

Se observa que para la corrida original se evaporaron 35.31 L de agua, mientras que para la réplica fueron 30.79 L de agua evaporada; esto representa el 76.5% y 73.9% respectivamente, del volumen total de jugo decolorado, denotando enseguida la importancia de la evaporación en la fabricación de azúcar, puesto que si el jugo no se concentra adecuadamente, no será posible la cristalización.

El punto de cristalización del jugo de caña se encuentra entre los 78 y los 80 °Bx. Teóricamente podría elevarse la evaporación hasta lograr concentrar a 72 o 75 °Bx;

sin embargo, en la práctica se tienen necesidades de una meladura capaz de disolver cristales, para el caso en se formen falsos granos al principio de la templa, esta condición es indispensable para obtener un buen cocimiento. Por este motivo, no se recomienda pasar de 70 °Bx en la etapa de evaporación.

3.5 Caracterización de las propiedades fisicoquímicas de los diferentes jugos obtenidos en el proceso

En la Sección 3.4 se detallaron los cálculos teóricos y experimentales del proceso de evaporación del jugo decolorado; en donde de inicio se partió de jugo mezclado, al cual se le realizaron los procesos correspondientes de clarificación y decoloración con las concentraciones de trabajo más eficientes determinadas de RPAMM (4 ppm) y CECDAM (150 ppm).

En total se emplearon 100 L de jugo mezclado, 50 L para cada corrida experimental, donde a cada volumen de jugo se le realizaron los diferentes tratamientos requeridos hasta la obtención de meladura; todo en el orden de proceso marcado por la estrategia propuesta para la obtención de azúcar blanco. Se evaluaron las propiedades fisicoquímicas de los jugos obtenidos en las diferentes etapas del proceso, esto según los procedimientos indicados en la Sección 2.2.6 para cada determinación correspondiente. El resumen de los valores medidos de las propiedades fisicoquímicas, para cada tipo de jugo tratado y en cada corrida experimental, se presentan en la Tabla 3.13.

El pH es un parámetro muy importante para el monitoreo general del proceso, mantenerlo dentro de los rangos indicados por norma es de suma importancia para lograr las reacciones de clarificación deseadas y en este caso también las de decoloración, ya que tanto el floculante como el decolorante trabajan mejor en un pH alcalino. Se observa que las lecturas obtenidas para cada tipo de jugo son muy

Tabla 3.13 Caracterización de los diferentes jugos obtenidos en el proceso de azúcar blanco

Parámetro	Jugo mezclado		Jugo alcalizado		Jugo claro		Jugo decolorado		Jugo concentrado	
	O	R	O	R	O	R	O	R	O	R
<i>pH</i>	5.08	5.20	7.80	7.25	7.40	6.83	7.22	6.72	6.94	6.31
<i>°Bx</i>	13.8	15.9	14.0	16.5	15.2	16.9	15.6	17.3	66.4	66.5
<i>Pol (%)</i>	11.77	13.73	12.19	14.48	13.28	15.02	13.95	16.06	59.81	62.26
<i>Pureza (%)</i>	85.29	86.35	87.07	87.75	87.37	88.87	89.42	92.83	90.07	93.62
<i>Color (U. I.)</i>	2477.43	2043.46	3575.59	3145.24	3044.55	2235.73	2223.90	1527.42	2230.86	1531.13

O: Corrida original

R: Corrida de réplica

adecuadas; porque de un pH ácido característico de todo jugo mezclado, al realizar la adición de la lechada de cal éste se alcalizó adecuadamente a un pH menor de 8, como se recomienda. Una vez adicionados la RPAMM y el CECDAM, se registró una mínima caída del pH, pero dicha reacción es normal, puesto que el CECDAM es de naturaleza ácida (3.0 – 5.0 en solución al 1%), sin embargo, esto se ve compensado con la RPAMM que presenta un grado importante de alcalinidad (7.7 – 8.2 en solución al 1%), con lo que se garantizó que no se llevarán a cabo inversiones de sacarosa no deseadas.

El °Brix es el porcentaje en peso de la sacarosa en una solución de azúcar pura, pero en la industria azucarera se suele considerar que el °Brix es el porcentaje de materia sólida por peso, sea azúcar o no, que contenga la solución; esta consideración implica que los sólidos no sacarinos poseen la misma gravedad específica que el azúcar de caña. Para los jugos caracterizados de cada corrida, se tiene que la tendencia del °Brix va en aumento conforme se le realizan los tratamientos de clarificación y decoloración del proceso propuesto hasta su concentración final a meladura; por lo que se puede decir que dichos tratamientos generaron resultados favorables y en ningún momento perjudican la concentración del jugo de caña de azúcar, disminuyendo el °Brix.

Las determinaciones de Pol (sacarosa aparente) en las muestras de los diferentes jugos obtenidos en el proceso; se observan en rangos constantes y de calidad adecuada para cada tratamiento, por lo que la adición de la RPAMM y el CECDAM no ocasionan pérdidas de sacarosa en los procesos de clarificación y decoloración.

Del mismo modo, las condiciones de pureza de los jugos no se ven reducidas por la aplicación de los reactivos mencionados, todo lo contrario, muestran una ligera tendencia de aumento, lo que garantiza que el jugo se encuentre con la calidad requerida para llegar a la obtención de un azúcar cristalizado de alta pureza. Básicamente la pureza de un producto azucarero es el azúcar de caña presente en términos de porcentaje de la materia sólida, una mayor pureza indica que existe un contenido mayor de sacarosa que de sólidos solubles en el jugo.

Una propiedad muy importante en el desarrollo de este trabajo, principalmente para la evaluación de la eficiencia del CECDAM como decolorante, fue la determinación de color en cada tipo de jugo; cabe mencionar que a nivel industrial el monitoreo de esta propiedad en jugos no es considerado como básico en el control de calidad, ya que se sabe por experiencia que el jugo únicamente mejorará su color con la clarificación debido a la remoción de impurezas y de ahí únicamente es de interés conocer el color en los azúcares cristalizados, en donde dicha determinación es fundamental para conocer la calidad del producto final. Los cálculos de color para cada tipo de jugo se detallan en la Tabla 3.14, que presenta las lecturas de °Brix, absorbancia obtenidas a 420 y 560 nm, pesos específicos a 20/20 °C y los resultados de los cálculos realizados con las Ecuaciones 2.6 y 2.5 para la determinación de los valores de concentración en g/cm^3 y color en U. I., respectivamente; donde la longitud de la celda es de 1 cm.

En cada corrida experimental se observó la misma tendencia; las U. I. aunque son altas en el jugo mezclado, se elevan considerablemente en más de 1000 unidades al alcalizar el jugo, esto puede considerarse normal por el efecto del pH en el color. Sin

Tabla 3.14 Cálculo del color en los diferentes jugos obtenidos en el proceso de azúcar blanco

JUGO	CORRIDA	°Bx	A_s	Peso específico a 20/20 °C	c (g/cm ³)	Color (U. I.)
Mezclado	O	13.8	0.361	1.05591	0.1457	2477.43
	R	15.9	0.346	1.06491	0.1693	2043.46
Alcalizado	O	14.0	0.529	1.05677	0.1479	3575.59
	R	16.5	0.554	1.06751	0.1761	3145.24
Claro	O	15.2	0.491	1.06100	0.1613	3044.55
	R	16.9	0.404	1.06924	0.1807	2235.73
Decolorado	O	15.6	0.369	1.06362	0.1659	2223.90
	R	17.3	0.283	1.07098	0.1853	1527.42
Concentrado (Meladura)	O	66.4	1.966	1.32722	0.8813	2230.86
	R	66.5	1.352	1.32783	0.8830	1531.13

embargo, con los tratamientos de clarificación y decoloración es evidente que el color comienza a decrecer y cuando el jugo decolorado es concentrado, el incremento natural que se genera por la presencia de melanoidinas, únicamente produce un aumento de menos de 10 U. I., lo cual representa un importante beneficio, ya que por lo generar el jugo claro al concentrarse, eleva su color en más de 100 unidades.

3.6 Cristalización de meladura a nivel planta piloto

Una vez tratado y caracterizado cada volumen de jugo de caña de azúcar como se describió en las Secciones 3.4 y 3.5, se procedió a realizar las corridas experimentales de cristalización a nivel planta piloto para la meladura obtenida, esto de acuerdo con las condiciones de operación señaladas en la Sección 2.2.7; lo anterior, con el objetivo de evaluar el efecto de los tratamientos de clarificación y decoloración en las propiedades fisicoquímicas del producto final (azúcar blanco).

En la Tabla 3.15 se muestran los datos experimentales obtenidos durante la cristalización de la meladura para ambas corridas experimentales (original y réplica); se presentan las temperaturas censadas en el interior del cristalizador, el °Brix y la densidad para cada tiempo de muestreo.

Tabla 3.15 Datos experimentales del proceso de cristalización de meladura

Tiempo (min)	C. ORIGINAL			C. RÉPLICA		
	Temperatura (°C)	°Bx	ρ (g/cm ³)	Temperatura (°C)	°Bx	ρ (g/cm ³)
0	72	75.4	1.36926	72	76.3	1.36948
30	69.83	78.3	1.35456	65.81	79.9	1.35610
60	58.21	81.5	1.36603	60.30	85.7	1.36673
90	48.72	86.9	1.36682	49.65	94.6	1.36844
120	39.19	92.0	1.36734	41.77	97.1	1.36867

Se observaron condiciones normales en el descenso de la temperatura (“enfriamiento natural adiabático”) por el efecto de la presión de vacío, para ambas corridas experimentales; sin embargo, por la naturaleza de la meladura, el comportamiento de la densidad respecto a la temperatura presentó fluctuaciones que tuvieron un efecto considerable en la sobresaturación de la solución, afectando la DTC y MCF finales.

En la Figura 3.9 se muestran imágenes representativas de la secuencia de crecimiento del tamaño de cristal obtenido durante la cristalización de meladura para las dos corridas experimentales (original y réplica) en cada tiempo de muestreo.

Se observaron comportamientos similares de crecimiento de los cristales de sacarosa en ambas corridas experimentales, pero derivado del control de sobresaturación de la solución durante el proceso, la DTC presentó resultados estándar de rendimiento. En la Sección 3.7 se detalla la caracterización de la DTC del azúcar blanco obtenido a nivel planta piloto.

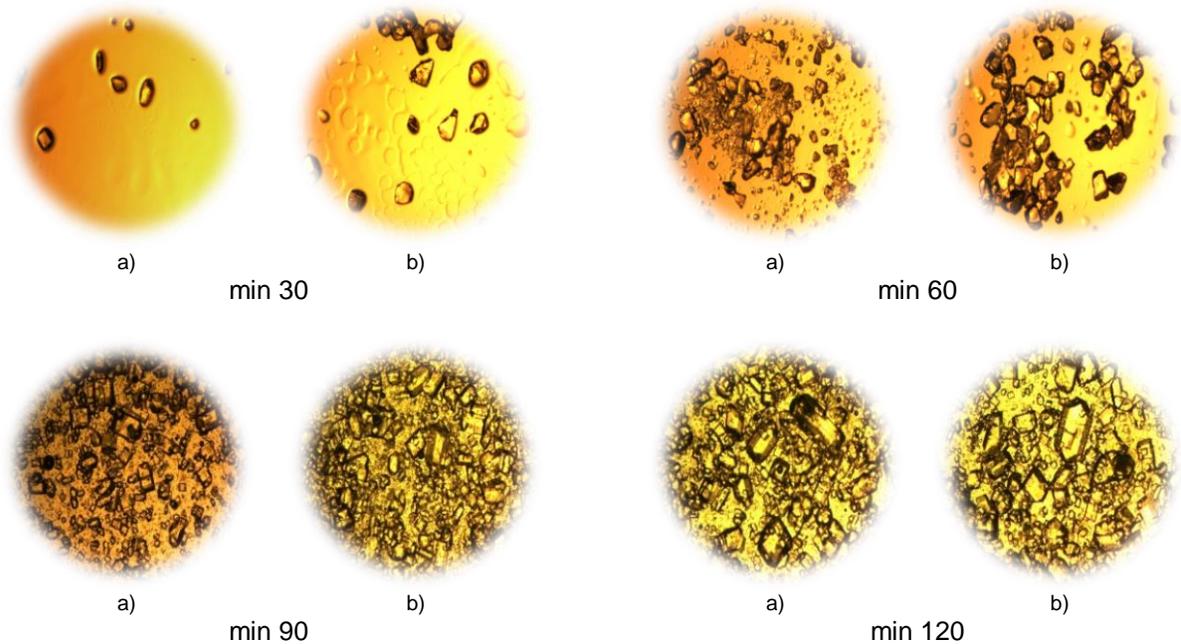


Figura 3.9 Cristales de azúcar en cada tiempo de muestreo; corrida: a) original y b) réplica

3.7 Caracterización de las propiedades fisicoquímicas del azúcar blanco obtenido a nivel planta piloto

Obtenido el producto final en cada corrida experimental de cristalización, se caracterizó éste de acuerdo a los procedimientos descritos en la Sección 2.2.8. En la Tabla 3.16 se resumen los resultados finales de las determinaciones realizadas al azúcar blanco.

Tabla 3.16 Caracterización del azúcar blanco obtenido a nivel planta piloto

CORRIDA	PARÁMETRO				
	$D(4,3)$ (μm)	$S(4,3)$ (μm)	MCF (g)	Pol (%)	$Color$ (U. I.)
<i>Original</i>	292.51	56.30	3695.44	99.73	226.97
<i>Réplica</i>	330.85	125.76	2936.16	99.56	250.15

En la corrida experimental original; se observa que se obtuvo una DTC final de 292.51 μm con desviación estándar de 56.30 μm para una MCF de 3695.44 g, teniendo que del total de la carga inicial únicamente se generó poco más del 30% de MCF con un tamaño pequeño, lo que puede ser atribuible a factores como que se presentaron problemas de control en la sobresaturación debido a la naturaleza de la meladura, repercutiendo en el tamaño de cristal obtenido, pudiendo haberse generado procesos de nucleación espontánea. Sin embargo, en lo que respecta al Pol, el resultado fue satisfactorio con 99.73%, cumpliendo el azúcar blanco obtenido con la especificación de calidad de la Norma Mexicana NMX-F-516-SCFI-2004. Por otro lado, el color se desfasa 26.97 U. I. del máximo establecido en la norma que son 200 U. I., pero dicho incumplimiento se atribuye a los procesos de centrifugación y secado a nivel planta piloto.

En la corrida experimental de réplica; se observa que se obtuvo una DTC final de 330.85 μm con desviación estándar de 125.76 μm para una MCF de 2936.16 g, teniendo que del total de la carga inicial únicamente se generó aproximadamente el 25% de MCF con un tamaño también pequeño aunque ligeramente mayor que el de la corrida original, esto como consecuencia de los problemas ya mencionados. Respecto al Pol, el resultado fue de 99.56%, ubicándose 0.14% por debajo del mínimo requerido por la Norma Mexicana NMX-F-516-SCFI-2004, que es del 99.7%. Por otro lado, el color se desfasa 50.15 U. I. del máximo establecido en la norma (200 U. I.), atribuible también a la poca eficiencia de los procesos de centrifugación y secado a nivel planta piloto.

Es importante señalar que las mieles finales del proceso de cristalización para ambas corridas experimentales, presentaron purezas considerables de 51.05% y 60.24%, respectivamente; por lo que sería conveniente trabajar con el método de agotamiento de purezas empleado a nivel industrial, para maximizar el aprovechamiento de la meladura, obteniendo una mayor MCF, lo cual es el objetivo principal de rendimiento.

3.8 Comparación de los productos de azúcar blanco (planta piloto) con los generados por el ingenio azucarero (fábrica)

La Tabla 3.17 presenta las especificaciones de calidad de los parámetros de polarización y color para los cuatro tipos de azúcares fabricados en México.

Tabla 3.17 Especificaciones de calidad establecidas por norma para cada tipo de azúcar

PARÁMETRO	NIVEL	TIPO DE AZÚCAR			
		<i>Azúcar crudo (mascabado)</i>	<i>Azúcar estándar</i>	<i>Azúcar blanco especial</i>	<i>Azúcar refinada</i>
<i>Pol (%)</i>	Mínimo	96.0	99.4	99.7	99.9
<i>Color (U. I.)</i>	Máximo	6000	600	200	45

De acuerdo a la caracterización determinada en la Sección 3.7 para el azúcar blanco obtenido a nivel planta piloto para las dos corridas experimentales realizadas (original y réplica), se tienen valores promedio de polarización de 99.645% y 238.56 U. I. de color; donde el %Pol se encuentra dentro del parámetro de calidad del azúcar blanco especial, mientras que el color sólo difiere por no más de 50 U. I. del mismo. Por lo tanto, las estrategias desarrolladas de clarificación y decoloración del jugo de caña de azúcar, resultaron en un importante beneficio para la obtención de azúcar blanco, por medio de una técnica económica y eficiente con respecto al proceso de fabricación de azúcar blanco ya instaurado.

Resulta evidente que las ventajas sobre el azúcar mascabado y el azúcar estándar son significativas para ambos parámetros; resultando que el proceso propuesto presenta 3.645% y 0.245% de mayor polarización con respecto a los azúcares mascabado y estándar, respectivamente. Referente al color, el proceso desarrollado mejora en 5761.44 U. I. (96.024%) el color máximo establecido del azúcar mascabado y en 361.44 U. I. (60.24%) el del azúcar estándar.

Respecto al azúcar refinada, el resultado es inferior en 0.255% de polarización y superior en 193.56 U. I. (436.8%) de color; sin embargo, es importante mencionar que el sistema de clarificación – decoloración desarrollado en el presente trabajo, no puede ser capaz de satisfacer las necesidades que tiene una refinería, puesto que en el proceso de refinado se parte de un fundido y no de un jugo crudo, lo que hace completamente diferentes las condiciones de operación de todo el proceso. No obstante, la calidad final del azúcar blanco obtenido es muy adecuada para ser competitiva y favorecer a los ingenios que no cuentan con una línea de refinación, como lo son la mayoría.

CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

CONCLUSIONES

- ◆ La estrategia planteada para la obtención de azúcar blanco presenta una ventaja significativa con respecto a la fabricación de azúcar refinado y los requerimientos de proceso sólo son ligeramente mayores que los de la elaboración de azúcar crudo, por lo que es muy viable su implementación a nivel industrial.

- ◆ La correcta preparación de la RPAMM es un factor importante para obtener los rendimientos esperados del coadyuvante, ya que si la solución no se realiza bajo condiciones controladas y específicas, su acción como floculante no será influyente en la clarificación, puesto que las cadenas del polímero no se encuentran totalmente establecidas y activas. Además, si la solución no se deja madurando el tiempo necesario, se puede dar la formación de grumos blanquecinos, los cuales son masas de polímero cuyas cadenas no han sido totalmente abiertas y representan ineficiencias en la floculación y sedimentación de los sólidos; asimismo pueden ocasionar problemas en las etapas posteriores.

- ◆ El efecto de la concentración de la RPAMM tanto en la velocidad de sedimentación de las impurezas del jugo alcalizado, como en la turbidez del jugo claro obtenido de éste, no presentó una diferencia significativa. Se definió 4 ppm como la mejor concentración de trabajo, ya que favorece la precipitación de los sólidos en aproximadamente 35%. Por otro lado, el efecto del día de molienda (bloque) aunque se anula en el ANOVA del DBCA, es de importancia para ambas variables de respuesta, por lo que siempre se tendrá que poner atención en los análisis de calidad de la materia prima para determinar si es necesario modificar la dosificación del coadyuvante de clarificación para favorecer al proceso.

- ◆ El efecto de la concentración de la RPAMM tanto en la velocidad de sedimentación de las impurezas del jugo filtrado, como en la turbidez del jugo claro obtenido de éste, sí presentó una diferencia significativa. Se definió 6 ppm

como la mejor concentración de trabajo, ya que es la que muestra la mayor eficiencia en la precipitación de los sólidos. El efecto del día de operación (bloque) aunque se anula en el ANOVA del DBCA, es de importancia para ambas variables de respuesta, observándose que las variaciones existentes corresponden a la eficiencia que tenga la etapa de clarificación del jugo alcalizado, porque determinará la composición de las cachazas de las cuales se extraiga el jugo filtrado.

- ◆ Utilizar RPAMM como coadyuvante de clarificación representa muchas ventajas para el proceso de obtención de azúcar de caña; ya que al favorecer la velocidad de sedimentación de las impurezas del jugo, el clarificador puede operarse a tiempos de retención cortos, provocando menor destrucción de sacarosa y formación de color en el jugo, mayor rendimiento de la capacidad del equipo, menor costo de mantenimiento y consumo de insumos (cal y floculante), fácil limpieza y por lo tanto posibilidad de hacerlo en forma regular.
- ◆ La preparación del CECDAM no representó una operación compleja o demasiado controlada para su buen funcionamiento; sin embargo, es importante conocer perfectamente su concentración inicial para preparar adecuadamente la solución a dosificar en el proceso y no desperdiciar éste insumo ya que es costoso, aunque 20% más económico en comparación con el ácido fosfórico, el cual es el reactivo empleado comúnmente para favorecer la remoción de algunos agentes colorantes en el jugo de caña de azúcar.
- ◆ El efecto de la concentración del CECDAM en el porcentaje de remoción de color en el jugo decolorado, presenta una diferencia significativa; observándose que a concentraciones altas dicho porcentaje se incrementa, sin embargo, se debe tomar a consideración el costo del reactivo y evaluar el beneficio que representa dosificar el decolorante a una mayor concentración. Se definió 50 ppm como la mejor concentración de trabajo, ya que es la que muestra la mayor eficiencia

(22.2%) en la remoción de los agentes que aportan el color al jugo de caña de azúcar. Por otro lado, aunque el efecto del día de operación (bloque) se anula en el ANOVA del DBCA, éste resultó no significativo para la variable de respuesta, por lo que para futuras investigaciones puede descartarse como un factor de influencia; esto debido a que el color del jugo crudo de caña de azúcar es uniforme, ya que es una característica determinada por su composición, así que es poco probable que exista mucha variabilidad.

- ◆ Utilizar CECDAM como coadyuvante de decoloración representa una gran ventaja para el proceso de obtención de azúcar blanco, ya que al favorecer la remoción de color en el jugo de caña de azúcar, permite obtener un producto final con una mejor calidad en cuestión de color. Pese a que no existe ningún proceso o agente individual capaz de satisfacer todas las necesidades de decoloración de una refinería azucarera en el proceso de fabricación de azúcar crudo, el CECDAM en conjunto con la RPAMM forman un sistema de decoloración efectivo y económico en el área de clarificación.

- ◆ La calidad del jugo de caña de azúcar a través del proceso y los tratamientos con ambos coadyuvantes (floculante y decolorante), no se ve afectada; esto de acuerdo a la caracterización de las propiedades fisicoquímicas, donde el pH, °Bx, Pol y pureza, se mantienen en valores adecuados y con tendencias ascendentes que favorecen la concentración del jugo, mientras que el color se ve ampliamente favorecido al reducir su valor en más de 90 U. I. antes de la cristalización.

- ◆ La cristalización de meladura a nivel planta piloto presentó resultados estándar de rendimiento en cuestión de DTC y MCF; teniendo en promedio una D(4,3) de 311.68 μm y una MCF de 3315.8 g, observándose que por la naturaleza de la meladura, el crecimiento del cristal no se vio favorecido en el proceso y consecuentemente la masa obtenida tampoco, derivando en mieles finales de alta pureza (hasta 60%) que pueden ser utilizadas en otro proceso de cristalización.

- ◆ El azúcar blanco obtenido a nivel planta piloto presentó resultados satisfactorios de Pol y color; teniendo en promedio 99.645% de Pol cumpliendo con la especificación de calidad que marca la Norma Mexicana NMX-F-516-SCFI-2004, mientras que el color presenta en promedio 238.56 U. I., presentando un desfase del 19.28% de la especificación máxima que establece la norma, sin embargo, se tiene que considerar que las condiciones de centrifugación y secado no fueron las más apropiadas debido a que no se contaba con los equipos adecuados para dichos procesos, los cuales también son influyentes en el color final del azúcar.
- ◆ En comparativa con los procesos de elaboración ya establecidos en los ingenios para la obtención de los diferentes tipos de azúcar; el proceso propuesto es favorecedor en condiciones de infraestructura sobre estos, ya que tiene un menor requerimiento de etapas y equipos que el de azúcar refinada y sólo requiere de ligeras modificaciones en los procedimientos de fabricación de azúcar mascado y estándar para ser implementado. Respecto a los procesos de sulfitación y carbonatación para la obtención del azúcar blanco especial, también representa una importante ventaja; ya que los coadyuvantes se pueden dosificar fácilmente en los equipos existentes, a diferencia de tener que construir una línea de sulfitación de considerable tamaño o la instalación de una batería de tanques de carbonatación que requieren no sólo espacio, sino grandes consideraciones de diseño de procesos. Además, los coadyuvantes empleados, son económicos y poco contaminantes en comparación con el azufre o el gas carbónico utilizados en los procesos antes mencionados; al mismo tiempo que cuentan con las certificaciones de inocuidad en alimentos reguladas por importantes instituciones como COFEPRIS o la FDA, garantizando el cumplimiento de los esquemas de calidad actualmente demandados a la industria azucarera mexicana.

RECOMENDACIONES

- De ser implementada la estrategia a nivel industrial, se requerirá de una automatización total en el área de clarificación para tener un control riguroso en las condiciones de operación de esta etapa y lograr los resultados esperados. Del mismo modo, se tiene que monitorear constantemente la calidad de la caña de azúcar, para saber si es necesario realizar alguna modificación en la operatividad de los coadyuvantes.
- Diseñar la línea de clarificación para el jugo filtrado a nivel industrial, mediante la consideración de balances de materia y energía, flujos operativos, escalamiento de equipos, etc.
- Elaborar un estudio composicional de cuáles agentes colorantes y en qué proporciones son removidos del jugo de caña de azúcar, por el efecto del CECDAM en la decoloración.
- Realizar un mantenimiento integral a la planta piloto de cristalización, implementando los resultados de investigaciones recientes con el objetivo de garantizar experimentaciones confiables.
- Experimentar con más corridas de cristalización de meladura en el cristizador por lotes a vacío, para comprender mejor las zonas de concentración, el comportamiento de la densidad con respecto a la temperatura, implementación del proceso industrial de agotamiento de purezas, entre otros factores que estandaricen las condiciones de operación a nivel planta piloto.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

Alavés, B. M. Método para obtener azúcar blanca de jugos de caña. México, WO2010131937 A1. (C13B20/00; C13B20/12; C13B20/10; C13B20/06; C13B20/06), 18 Nov 2010. PCT/MX2010/000002, 11 Ene 2010.

ATS (Asesorías, Transportes y Servicios). 2016. OCTAPOL, reactivo clarificante para la Industria Azucarera. Disponible en: <http://www.atsguate.com/> (Consultada Septiembre, 2016).

Azucarera. 2016. Tipos Básicos de Azúcar. Disponible en: http://www.azucarera.es/descubre_tipos_basicos.php (Consultada Agosto, 2016).

Bojórquez, V. M. C., Pérez, M. F. J. y Flores. M. J. L. Proceso de purificación de azúcar líquida preparada a partir de azúcar cruda granulada de caña. México, WO2009136778 A1. (C13B20/14; C13B20/00; C13B50/00; A23L3/28; B01D15/36; C13B20/12; B01D15/363; C13B20/142; C13B20/14B; B01D15/36B4), 12 Nov 2009. PCT/MX2008/000138, 13 Oct 2008.

Bolaños, R. E. 2000. Control y optimización de las condiciones de operación de cristalizadores batch por enfriamiento. Tesis de grado. Doctorado en Ciencias. I. T. de Celaya. México.

Bolaños, R. E., Xaca, X. O., Álvarez, R. J. and López, Z. L. 2008. Effect analysis from dynamic regulation of vacuum pressure in an adiabatic batch crystallizer using data and image acquisition. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, **47**(23):9426-9436.

CENICAÑA (Centro de Investigación de la Caña de Azúcar de Colombia). 2004. Proceso de obtención y refinación de azúcar. www.cenicana.org (Consultada Agosto, 2016)

Chen, J. C. P. 2000. Manual del azúcar de caña. Editorial Limusa, S. A. de C. V. México, D.F.

CONADESUCA (Comité Nacional para el Desarrollo Sustentable de la Caña de Azúcar). 2016. Tipo de Azúcar producido por cada Ingenio (Sistema INFOCaña). www.conadesuca.gob.mx (Consultada Agosto, 2016)

Costa, G. G. H., Masson, D. S. I., De Freitas, L. A., Roviero, P. J. and Mutton, R. M. J. 2014. Use of *Moringa oleífera* Lamarck leaf extract as sugarcane juice clarifier: effects on clarified juice and sugar. *Food Science and Technology (Campinas)*, **34**(1):204-209.

CPL Carbon Link. 2016. Properties of Activated Carbon. Disponible en: <http://www.activated-carbon.com/> (Consultada Septiembre, 2016).

Díaz, N. R. 2011. Estudio comparativo del tamaño y masa de cristal formado provenientes del proceso de cristalización industrial (área de crudo y refinado) y de una planta piloto. Tesis de grado. Maestría en Ciencias en Ingeniería Química. I. T. de Orizaba. México.

Dionisi, R. F. A. and Calabrese, J. R. Sugar cane juice clarification process. USA, US20090126720 A1. (127/57; C13B20/12; C13B20/16; C13B20/02; C13B20/123; C13B20/12B), 21 May 2009. US 12/203,238, 3 Sep 2008.

Dos Santos, G. P., Dos Santos, G. P., Davantel, D. B. S. T. and Curvelo, P. N. 2014. Pretreatment with ceramic membrane microfiltration in the clarification process of sugarcane juice by ultrafiltration. *Acta Scientiarum. Technology*, **36**(2):303-306.

EcuRed. 2016. Resina de Intercambio Iónico. Disponible en: https://www.ecured.cu/Resina_de_Intercambio_I%C3%B3nico (Consultada Septiembre, 2016).

Fernández, G. L. A., Pérez, R. R. A., Bataller, V. M. O., Álvarez, A. C., Veliz, L. E. y Molerio, M. J. Sistema de decoloración de licores clarificados de la industria azucarera con ozono. Cuba, WO 2003050313 A2. (C13B20/00; C13B20/08; C13B20/005; C13B20/00K), 19 Jun 2003. PCT/CU2002/000009, 2 Dic 2002.

Food – Info, 1999. Producción de caña de azúcar. Disponible en: <http://www.food-info.net/es/products/sugar/prodcane.htm> (Consultada Septiembre, 2016).

González, M. 2010. El Carbón Animal. Disponible en: <https://quimica.laguia2000.com/conceptos-basicos/el-carbon-animal> (Consultada Septiembre, 2016).

Gutiérrez, P. H. y De la Vara, S. R. 2008. Análisis y diseño de experimentos. Segunda edición. McGraw-Hill / Interamericana. México, D.F.

Hugot, E. 1974. Manual para Ingenieros Azucareros. Tercera impresión. Continental, S. A. México, D.F.

ICUMSA Method GS 1/3-7 (2011). Determination of the Solution Colour of Raw Sugars, Brown Sugars and Coloured Syrups at pH 7.0 – Official.

ICUMSA Method GS 2/3-9 (2005). The Determination of Sugar Solution Colour at pH 7.0 – Accepted.

ICUMSA Method GS 2/3-10 (2011). The Determination of White Sugar Solution Colour – Official.

ICUMSA Method GS 7-21 (2007). The Determination of Turbidity in Clarified Cane Juice, Syrups and Clarified Syrups – Accepted.

Kimatu, B. M., Faraj, A. K. and Mahungu, S. M. 2015. Effect of incorporating alum in cane juice clarification efficiency and sucrose losses. *International Journal of Food Studies*, 4(1):61-77.

Laksameethanasana, P., Somla, N., Janprem, S. and Phochuen, N. 2012. Clarification of sugarcane juice for syrup production. *Procedia Engineering*, **32**:141-147.

Le V. H. and Hoang, Q. T. 2015. Changes in colour index of clarified sugarcane syrup during storage in pan supply tanks. *J. Sci. & Devel*, **13**(2):259-263.

Lee, S. C., Chong, F. M., Robinson, P. J. and Binner, E. 2014. A review on development and application of plant – based bioflocculants and grafted bioflocculants. *Industrial and Engineering Chemistry Research*, **53**(48):18357-18369.

León, F. V., Hernández, S. R., Monduí, R., Peña, S. E., Camara, P. A. y Hernández, C. Y. 2015. Bagazo modificado, su potencialidad como decolorante en la industria azucarera. *Revista Centro Azúcar*, **42**(2):31-38.

Marín, O. L. V. 2012. Determinación de las condiciones apropiadas de preparación de un floculante como componente fundamental en el proceso de clarificación de jugo en Riopaila Castilla S. A., Planta Riopaila. Tesis de grado. Licenciatura en Tecnología Química. Universidad Tecnológica de Pereira. Colombia.

Montgomery, D. C. 2013. Design and analysis of experiments. Sixth edition. John Wiley & Sons, Inc. USA.

NMX-F-003-SCFI-2004. Industria Azucarera – Azúcar Refinada – Especificaciones.

NMX-F-079-SCFI-2012. Industria Azucarera y Alcohólica – Determinación de la Polarización a 20 °C.

NMX-F-084-SCFI-2004. Industria Azucarera – Azúcar Estándar – Especificaciones.

NMX-F-085-SCFI-2004. Industria Azucarera – Azúcar Crudo (Mascabado) – Especificaciones.

NMX-F-266-SCFI-2012. Industria Azucarera y Alcohólica – Determinación del pH en muestras de jugos de caña de azúcar, meladura y mieles.

NMX-F-271-1991. Industria Azucarera – Determinación de Pol (sacarosa aparente) en muestras de jugos de especies vegetales productoras de azúcar – Método del peso normal.

NMX-F-436-SCFI-2011. Industria Azucarera y Alcohólica – Determinación de grados Brix en jugos de especies vegetales productoras de azúcar y materiales azucarados – Método del refractómetro.

NMX-F-516-SCFI-2004. Industria Azucarera – Azúcar Blanco Especial – Especificaciones.

NMX-F-526-SCFI-2012. Industria Azucarera y Alcohólica – Determinación de color por absorbancia en azúcares.

Quezada, M. W. y Gallardo, A. I. 2014. Clarificación del jugo de caña mediante el empleo de plantas mucilaginosas. *Revista ICIDCA sobre los Derivados de la Caña de Azúcar*, **48**(3):41-48.

Química LEE. 2017. Certificaciones y Autorizaciones. www.quimicalee.com.mx (Consultada Marzo, 2017)

Ramos, C. J. D. y Valdés, R. C. A. 2016. Estudio para la estandarización de técnicas de medición de tamaño de cristal DTC mediante fotomicrografías. Tesis de grado. Licenciatura en Ingeniería Química. I. T. de Orizaba. México.

Sánchez, S. K. B., Bolaños, R. E., Elizondo, S. M., Cervantes, F. A. y Urrea, G. G. R. 2015. Distribución de tamaño de cristal (DTC) a partir de velocidad de sedimentación. *Revista Coloquio de Investigación Multidisciplinaria*, **60**(11):2916-2923.

Spencer, E. F. y Meade, G. P. 1967. Manual del azúcar de caña. Montaner y Simon, S. A. Barcelona.

Thai, C. C. D., Bakir, H. and Doherty, W. O. S. 2012. Insights to the clarification of sugar cane juice expressed from sugar cane stalk and trash. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, **60**(11):2916-2923.

Thai, C. C. D., Moghaddam, L. and Doherty, W. O. S. 2015. Calcium phosphate flocs and the clarification of sugar cane juice from whole of crop harvesting. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, **63**(5):1573-1581.

The Sugar Association. 2016. What Are the Different Types of Sugar? Disponible en: <https://www.sugar.org/all-about-sugar/types-of-sugar/> (Consultada Agosto, 2016).

Zhuang, X., Wang, Y., Li, Q., Yan, S. and He, N. 2012. The production of bioflocculants by *Bacillus licheniformis* using molasses and its application in the sugarcane industry. *Biotechnology and Bioprocess Engineering*, **17**(5):1041-1047.

ANEXOS

ANEXO A

RESULTADOS DE LA CLARIFICACIÓN DEL JUGO DE CAÑA DE AZÚCAR

A.1 Velocidad de sedimentación del jugo alcalizado

El registro del volumen de los lodos precipitados para cada una de las clarificaciones a escala del arreglo experimental presentado en la Tabla 2.5, se detalla en las Tablas A.1 – A.5.

Tabla A.1 Registro de las pruebas de clarificación en el jugo alcalizado del día 1

<i>Día 1</i>	<i>Prueba / Lodos sedimentados (mL)</i>					
<i>Tiempo (min)</i>	<i>1.1</i>	<i>1.2</i>	<i>1.3</i>	<i>1.4</i>	<i>1.5</i>	<i>1.6</i>
0	1000	1000	1000	1000	1000	1000
0.5	480	700	620	500	630	520
1	260	520	300	380	500	370
1.5	230	480	290	330	460	330
2	200	460	270	300	400	320
2.5	180	450	260	290	370	300
3	170	440	250	280	350	290
3.5	170	430	240	270	330	280
4	160	420	240	270	320	280
4.5	160	420	240	270	310	280
5	160	410	240	270	310	280
15	150	350	240	240	240	240
<i>T (°C)</i>	90	84	89	87	85	88
<i>pH</i>	6.84	6.82	6.86	6.87	6.84	6.81

Tabla A.2 Registro de las pruebas de clarificación en el jugo alcalizado del día 2

<i>Día 2</i>	<i>Prueba / Lodos sedimentados (mL)</i>					
<i>Tiempo (min)</i>	<i>2.1</i>	<i>2.2</i>	<i>2.3</i>	<i>2.4</i>	<i>2.5</i>	<i>2.6</i>
0	1000	1000	1000	1000	1000	1000
0.5	800	570	800	750	700	750
1	330	400	310	440	330	330
1.5	290	350	270	350	280	280
2	280	330	250	330	270	260
2.5	270	320	240	310	260	250
3	260	310	230	300	250	250
3.5	250	300	230	300	250	240
4	250	290	220	280	240	230
4.5	240	290	220	270	240	230
5	240	280	210	270	240	230
15	220	240	190	220	230	220
<i>T (°C)</i>	87	87	89	89	90	87
<i>pH</i>	7.07	7.28	7.15	7.06	7.26	7.31

Tabla A.3 Registro de las pruebas de clarificación en el jugo alcalizado del día 3

<i>Día 3</i>	<i>Prueba / Lodos sedimentados (mL)</i>					
<i>Tiempo (min)</i>	3.1	3.2	3.3	3.4	3.5	3.6
0	1000	1000	1000	1000	1000	1000
0.5	600	600	500	400	700	300
1	340	410	290	270	270	200
1.5	300	400	250	250	240	180
2	280	350	240	230	220	170
2.5	260	310	230	220	200	160
3	250	300	220	220	200	160
3.5	250	290	210	200	200	160
4	240	280	210	200	190	150
4.5	240	270	210	200	180	150
5	240	270	200	200	180	150
15	190	220	170	190	160	130
<i>T (°C)</i>	83	89	83	88	89	89
<i>pH</i>	7.20	7.38	7.09	7.45	7.22	7.53

Tabla A.4 Registro de las pruebas de clarificación en el jugo alcalizado del día 4

<i>Día 4</i>	<i>Prueba / Lodos sedimentados (mL)</i>					
<i>Tiempo (min)</i>	4.1	4.2	4.3	4.4	4.5	4.6
0	1000	1000	1000	1000	1000	1000
0.5	350	380	350	430	430	380
1	290	320	300	340	310	290
1.5	270	300	280	280	270	270
2	250	280	270	260	250	250
2.5	250	270	260	250	240	250
3	240	270	250	240	230	240
3.5	240	260	250	230	220	240
4	240	260	250	220	220	230
4.5	240	250	250	220	220	230
5	240	250	250	220	220	230
15	210	250	230	180	180	200
<i>T (°C)</i>	87	89	88	89	89	80
<i>pH</i>	6.85	6.98	6.91	6.84	6.96	6.81

Tabla A.5 Registro de las pruebas de clarificación en el jugo alcalizado del día 5

<i>Día 5</i>	<i>Prueba / Lodos sedimentados (mL)</i>					
<i>Tiempo (min)</i>	5.1	5.2	5.3	5.4	5.5	5.6
0	1000	1000	1000	1000	1000	1000
0.5	400	540	510	340	310	290
1	320	350	370	290	260	240
1.5	290	310	320	280	250	220
2	280	280	300	280	250	220
2.5	270	270	290	270	250	210
3	260	260	280	260	240	210
3.5	250	250	270	250	240	200

Tabla A.5 Registro de las pruebas de clarificación en el jugo alcalizado del día 5
(continuación)

<i>Día 5</i>	<i>Prueba / Lodos sedimentados (mL)</i>					
<i>Tiempo (min)</i>	<i>5.1</i>	<i>5.2</i>	<i>5.3</i>	<i>5.4</i>	<i>5.5</i>	<i>5.6</i>
4	250	240	260	250	240	190
4.5	240	240	260	250	230	190
5	240	230	250	250	230	190
15	220	210	220	230	210	190
<i>T (°C)</i>	89	87	90	89	88	89
<i>pH</i>	6.86	6.97	6.94	6.82	6.96	6.80

Posteriormente, los datos experimentales obtenidos para cada prueba se graficaron y mediante un ajuste lineal a la curva resultante, se determinó la velocidad de sedimentación de los sólidos presentes en el jugo alcalizado. La Tabla A.6 muestra las Ecuaciones A.1 – A.30 y su respectivo coeficiente de determinación, calculados para cada prueba, en donde la pendiente de cada curva representa dicha velocidad.

Tabla A.6 Ajuste lineal de las pruebas de clarificación en el jugo alcalizado

<i>Prueba</i>	<i>Ecuación</i>	<i>R²</i>	
1.1	$VS = -740 \cdot t + 950$	0.9481	A.1
1.2	$VS = -480 \cdot t + 980$	0.9796	A.2
1.3	$VS = -700 \cdot t + 990$	0.9976	A.3
1.4	$VS = -620 \cdot t + 936.67$	0.8887	A.4
1.5	$VS = -500 \cdot t + 960$	0.9287	A.5
1.6	$VS = -630 \cdot t + 945$	0.9162	A.6
2.1	$VS = -670 \cdot t + 1045$	0.9486	A.7
2.2	$VS = -600 \cdot t + 956.67$	0.9411	A.8
2.3	$VS = -690 \cdot t + 1048.3$	0.9444	A.9
2.4	$VS = -560 \cdot t + 1010$	0.9962	A.10
2.5	$VS = -670 \cdot t + 1011.7$	0.9964	A.11
2.6	$VS = -670 \cdot t + 1028.3$	0.9790	A.12
3.1	$VS = -660 \cdot t + 976.67$	0.9852	A.13
3.2	$VS = -590 \cdot t + 965$	0.9595	A.14
3.3	$VS = -710 \cdot t + 951.67$	0.9473	A.15
3.4	$VS = -730 \cdot t + 921.67$	0.8786	A.16

Tabla A.6 Ajuste lineal de las pruebas de clarificación en el jugo alcalizado (continuación)

<i>Prueba</i>	<i>Ecuación</i>	R^2	
3.5	$VS = -730 \cdot t + 1021.7$	0.9895	A.17
3.6	$VS = -800 \cdot t + 900$	0.8421	A.18
4.1	$VS = -710 \cdot t + 901.67$	0.8129	A.19
4.2	$VS = -680 \cdot t + 906.67$	0.8156	A.20
4.3	$VS = -700 \cdot t + 900$	0.8033	A.21
4.4	$VS = -660 \cdot t + 920$	0.8501	A.22
4.5	$VS = -690 \cdot t + 925$	0.8758	A.23
4.6	$VS = -710 \cdot t + 911.67$	0.8434	A.24
5.1	$VS = -680 \cdot t + 913.33$	0.8369	A.25
5.2	$VS = -650 \cdot t + 955$	0.9456	A.26
5.3	$VS = -630 \cdot t + 941.67$	0.9067	A.27
5.4	$VS = -710 \cdot t + 898.33$	0.8025	A.28
5.5	$VS = -740 \cdot t + 893.33$	0.8004	A.29
5.6	$VS = -760 \cdot t + 890$	0.7991	A.30

A.1.1 Determinación de la turbidez en el jugo claro obtenido del jugo alcalizado

Se efectuaron mediciones de turbidez al jugo claro obtenido en cada prueba de clarificación del jugo alcalizado, esto de acuerdo al procedimiento descrito en la Sección 2.2.3.4; la Tabla A.7 presenta las lecturas de absorbancia obtenidas a 420 nm y los resultados de los cálculos realizados con la Ecuación 2.1 para la determinación del valor de turbidez en U. I.

Tabla A.7 Cálculo de la turbidez en las pruebas de clarificación del jugo alcalizado

<i>Prueba</i>	A_s	<i>Turbidez (U. I.)</i>	<i>Prueba</i>	A_s	<i>Turbidez (U. I.)</i>
1.1	0.487	18.73	1.6	0.511	19.65
1.2	0.476	18.31	2.1	0.405	15.58
1.3	0.473	18.19	2.2	0.464	17.85
1.4	0.527	20.27	2.3	0.505	19.42
1.5	0.499	19.19	2.4	0.490	18.85

Tabla A.7 Cálculo de la turbidez en las pruebas de clarificación del jugo alcalizado
(continuación)

<i>Prueba</i>	A_s	<i>Turbidez (U. l.)</i>	<i>Prueba</i>	A_s	<i>Turbidez (U. l.)</i>
2.5	0.519	19.96	4.3	0.486	18.69
2.6	0.546	20.99	4.4	0.545	20.96
3.1	0.551	21.19	4.5	0.496	19.08
3.2	0.571	21.96	4.6	0.504	19.38
3.3	0.570	21.92	5.1	0.427	16.42
3.4	0.566	21.77	5.2	0.492	18.92
3.5	0.580	22.31	5.3	0.509	19.58
3.6	0.601	23.11	5.4	0.441	16.96
4.1	0.465	17.88	5.5	0.423	16.27
4.2	0.482	18.54	5.6	0.403	15.49

A.2 Velocidad de sedimentación del jugo filtrado

El registro del volumen de los lodos precipitados para cada una de las clarificaciones a escala del arreglo experimental presentado en la Tabla 2.6, se detalla en las Tablas A.8 – A.12.

Tabla A.8 Registro de las pruebas de clarificación en el jugo filtrado del día 1

<i>Día 1</i>	<i>Prueba / Lodos sedimentados (mL)</i>					
<i>Tiempo (min)</i>	1.1	1.2	1.3	1.4	1.5	1.6
0	1000	1000	1000	1000	1000	1000
0.5	800	1000	1000	900	1000	960
1	640	1000	1000	720	1000	770
1.5	580	1000	1000	660	980	650
2	540	1000	1000	580	910	590
2.5	520	1000	1000	550	870	540
3	500	1000	1000	490	750	520
3.5	460	1000	1000	430	700	480
4	460	1000	1000	360	610	480
4.5	450	1000	1000	350	540	410
5	450	1000	1000	310	480	400
15	370	1000	1000	290	420	330
T_i (°C)	54	47	59	45	49	50
pH_i	5.21	5.19	5.80	5.33	5.26	5.75
T_{Ai} (°C)	82	87	85	90	89	83
pH_{Ai}	7.25	7.40	7.16	7.42	7.51	7.67

Tabla A.9 Registro de las pruebas de clarificación en el jugo filtrado del día 2

<i>Día 2</i>	<i>Prueba / Lodos sedimentados (mL)</i>					
<i>Tiempo (min)</i>	2.1	2.2	2.3	2.4	2.5	2.6
0	1000	1000	1000	1000	1000	1000
0.5	900	950	900	950	960	1000
1	810	480	700	800	810	900
1.5	750	380	650	720	670	860
2	710	350	600	670	610	820
2.5	680	330	570	630	570	770
3	650	320	540	610	550	740
3.5	620	310	520	580	530	710
4	600	300	510	570	510	690
4.5	580	300	490	550	500	660
5	570	290	480	530	480	590
15	420	270	360	350	370	480
T_i (°C)	58	66	62	53	65	56
pH_i	5.30	5.97	5.50	5.41	5.60	5.32
T_{Ai} (°C)	80	80	80	80	80	81
pH_{Ai}	7.58	7.40	7.80	7.76	7.80	7.51

Tabla A.10 Registro de las pruebas de clarificación en el jugo filtrado del día 3

<i>Día 3</i>	<i>Prueba / Lodos sedimentados (mL)</i>					
<i>Tiempo (min)</i>	3.1	3.2	3.3	3.4	3.5	3.6
0	1000	1000	1000	1000	1000	1000
0.5	1000	900	480	520	920	730
1	900	300	400	460	810	640
1.5	850	290	350	430	740	600
2	800	290	340	420	700	590
2.5	770	280	320	400	660	570
3	740	280	300	380	630	550
3.5	720	270	300	370	600	530
4	700	270	290	360	580	530
4.5	670	270	290	350	560	520
5	650	250	290	290	550	500
15	430	250	240	280	440	350
T_i (°C)	61	60	57	42	33	58
pH_i	5.49	5.68	5.50	5.37	5.52	5.18
T_{Ai} (°C)	86	82	85	83	85	88
pH_{Ai}	7.38	7.82	7.52	7.29	7.80	7.61

Tabla A.11 Registro de las pruebas de clarificación en el jugo filtrado del día 4

<i>Día 4</i>	<i>Prueba / Lodos sedimentados (mL)</i>					
<i>Tiempo (min)</i>	4.1	4.2	4.3	4.4	4.5	4.6
0	1000	1000	1000	1000	1000	1000
0.5	1000	800	1000	600	700	760
1	1000	580	1000	560	600	680
1.5	1000	500	1000	540	550	630

Tabla A.11 Registro de las pruebas de clarificación en el jugo filtrado del día 4 (continuación)

<i>Día 4</i>	<i>Prueba / Lodos sedimentados (mL)</i>					
<i>Tiempo (min)</i>	<i>4.1</i>	<i>4.2</i>	<i>4.3</i>	<i>4.4</i>	<i>4.5</i>	<i>4.6</i>
2	1000	460	1000	500	510	600
2.5	1000	430	1000	490	480	580
3	1000	420	1000	480	460	560
3.5	1000	400	1000	470	440	550
4	1000	390	1000	460	450	540
4.5	1000	380	1000	450	420	530
5	1000	370	1000	450	420	520
15	1000	300	1000	330	340	420
T_i (°C)	53	41	45	56	51	42
pH_i	5.45	5.29	5.42	5.18	5.27	5.36
T_{A_i} (°C)	80	97	90	90	88	90
pH_{A_i}	7.25	7.31	7.74	7.83	7.55	7.45

Tabla A.12 Registro de las pruebas de clarificación en el jugo filtrado del día 5

<i>Día 5</i>	<i>Prueba / Lodos sedimentados (mL)</i>					
<i>Tiempo (min)</i>	<i>5.1</i>	<i>5.2</i>	<i>5.3</i>	<i>5.4</i>	<i>5.5</i>	<i>5.6</i>
0	1000	1000	1000	1000	1000	1000
0.5	1000	600	450	700	1000	320
1	1000	350	230	420	950	220
1.5	1000	240	220	340	800	190
2	1000	230	210	310	600	180
2.5	1000	200	200	290	450	180
3	1000	200	190	280	390	170
3.5	1000	200	180	270	350	170
4	1000	190	170	260	340	160
4.5	1000	180	170	250	320	160
5	1000	180	170	240	310	160
15	150	170	150	180	200	140
T_i (°C)	65	63	62	60	41	41
pH_i	5.37	5.56	5.44	5.26	5.40	5.33
T_{A_i} (°C)	89	87	90	89	88	89
pH_{A_i}	7.45	7.39	7.55	7.41	7.68	7.27

Posteriormente, los datos experimentales obtenidos para cada prueba se graficaron y mediante un ajuste lineal a la curva resultante, se determinó la velocidad de sedimentación de los sólidos presentes en el jugo filtrado. La Tabla A.13 muestra las Ecuaciones A.31 – A.60 y su respectivo coeficiente de determinación, calculados para cada prueba, en donde la pendiente de cada curva representa dicha velocidad.

Tabla A.13 Ajuste lineal de las pruebas de clarificación en el jugo filtrado

<i>Prueba</i>	<i>Ecuación</i>	R^2	
1.1	$VS = -135.24 \cdot t + 866.67$	0.8193	A.31
1.2	$VS = 0$	N/A	A.32
1.3	$VS = 0$	N/A	A,33
1.4	$VS = -132.36 \cdot t + 908.18$	0.9439	A.34
1.5	$VS = -115.09 \cdot t + 1091.4$	0.9392	A.35
1.6	$VS = -117.82 \cdot t + 912.73$	0.8829	A.36
2.1	$VS = -79.636 \cdot t + 914.55$	0.9052	A.37
2.2	$VS = -300 \cdot t + 956.67$	0.8226	A,38
2.3	$VS = -93.273 \cdot t + 865.91$	0.8077	A.39
2.4	$VS = -90.545 \cdot t + 918.18$	0.8713	A.40
2.5	$VS = -103.27 \cdot t + 911.82$	0.8432	A.41
2.6	$VS = -80.364 \cdot t + 995.45$	0.9755	A.42
3.1	$VS = -72.545 \cdot t + 981.36$	0.9472	A,43
3.2	$VS = -546 \cdot t + 1032$	0.8585	A.44
3.3	$VS = -600 \cdot t + 926.67$	0.8480	A.45
3.4	$VS = -540 \cdot t + 930$	0.8322	A.46
3.5	$VS = -86 \cdot t + 919.55$	0.9045	A.47
3.6	$VS = -258 \cdot t + 936$	0.8554	A,48
4.1	$VS = 0$	N/A	A.49
4.2	$VS = -185.71 \cdot t + 877.14$	0.8288	A.50
4.3	$VS = 0$	N/A	A.51
4.4	$VS = -440 \cdot t + 940$	0.8176	A.52
4.5	$VS = -184 \cdot t + 870$	0.7989	A.53
4.6	$VS = -150.29 \cdot t + 896.19$	0.8041	A.54
5.1	$VS = -57.047 \cdot t + 1131.2$	0.8389	A.55
5.2	$VS = -380 \cdot t + 864$	0.8560	A.56
5.3	$VS = -770 \cdot t + 945$	0.9423	A.57
5.4	$VS = -274.29 \cdot t + 852.86$	0.8196	A.58
5.5	$VS = -165.64 \cdot t + 1005.9$	0.8972	A.59
5.6	$VS = -780 \cdot t + 903.33$	0.8444	A.60

A.2.1 Determinación de la turbidez en el jugo claro obtenido del jugo filtrado

Se efectuaron mediciones de turbidez al jugo claro obtenido en cada prueba de clarificación del jugo filtrado, esto de acuerdo al procedimiento descrito en la Sección 2.2.3.4; la Tabla A.14 presenta las lecturas de absorbancia obtenidas a 420 nm y los resultados de los cálculos realizados con la Ecuación 2.1 para la determinación del valor de turbidez en U. l.

Tabla A.14 Cálculo de la turbidez en las pruebas de clarificación del jugo filtrado

<i>Prueba</i>	A_s	<i>Turbidez (U. l.)</i>	<i>Prueba</i>	A_s	<i>Turbidez (U. l.)</i>
1.1	0.649	24.96	3.4	0.692	26.61
1.2	N/A	0	3.5	0.718	27.61
1.3	N/A	0	3.6	0.684	26.31
1.4	0.635	24.42	4.1	N/A	0
1.5	0.583	22.42	4.2	0.517	19.88
1.6	0.618	23.77	4.3	N/A	0
2.1	0.567	21.81	4.4	0.536	20.61
2.2	0.609	23.42	4.5	0.547	21.04
2.3	0.655	25.19	4.6	0.580	22.31
2.4	0.651	25.04	5.1	0.500	19.23
2.5	0.668	25.69	5.2	0.469	18.04
2.6	0.588	22.61	5.3	0.515	19.81
3.1	0.626	24.08	5.4	0.529	20.34
3.2	0.690	26.53	5.5	0.536	20.61
3.3	0.678	26.08	5.6	0.551	21.19

Se observa que las pruebas 1.2, 1.3, 4.1 y 4.3 no registraron un valor de absorbancia, ya que como se presentó en el Anexo A.2, no hubo sedimentación de lodos con las concentraciones de floculante empleadas en dichas pruebas, por lo que la turbidez del jugo claro era muy elevada y no fue posible calcularla.

ANEXO B

RESULTADOS DE LA DECOLORACIÓN DEL JUGO DE CAÑA DE AZÚCAR

B.1 Determinación de color en el jugo claro

Antes de decolorar el jugo claro, es necesario conocer la caracterización inicial de color para cada prueba, esto de acuerdo al procedimiento descrito en la Sección 2.2.4.3; la Tabla B.1 presenta las lecturas de °Bx, absorbancia obtenidas a 420 nm, pesos específicos a 20/20 °C y los resultados de los cálculos realizados con las Ecuaciones 2.6 y 2.5 para la determinación de los valores de concentración en g/cm³ y color en U. I., respectivamente; donde la longitud de la celda es de 1 cm.

Tabla B.1 Cálculo del color en las muestras de jugo claro

<i>Prueba</i>	<i>°Bx</i>	<i>A_s</i>	<i>Peso específico a 20/20 °C</i>	<i>c (g/cm³)</i>	<i>Color (U. I.)</i>
1.1	14.9	0.906	1.06061	0.1580	5733.06
1.2	15.5	0.977	1.06319	0.1648	5928.60
1.3	15.8	0.793	1.06448	0.1682	4714.97
1.4	16.3	1.143	1.06664	0.1739	6574.17
1.5	16.1	1.021	1.06577	0.1716	5950.27
1.6	15.1	0.919	1.06147	0.1603	5733.65
2.1	15.7	0.898	1.06405	0.1671	5375.45
2.2	17.0	1.101	1.06968	0.1818	6054.59
2.3	15.0	0.944	1.06104	0.1592	5931.29
2.4	15.8	1.111	1.06448	0.1682	6605.71
2.5	14.4	1.113	1.05847	0.1524	7302.21
2.6	15.5	1.023	1.06319	0.1648	6207.73
3.1	16.0	0.972	1.06534	0.1705	5702.40
3.2	16.5	1.041	1.06751	0.1761	5910.10
3.3	16.4	0.866	1.06707	0.1750	4948.59
3.4	14.5	1.235	1.05890	0.1535	8043.48
3.5	14.7	1.015	1.05975	0.1558	6515.46
3.6	14.6	1.162	1.05933	0.1547	7513.15

B.2 Determinación de color en el jugo decolorado

Una vez decolorado el jugo claro, es necesario conocer la caracterización final de color para cada prueba, esto de acuerdo al procedimiento descrito en la Sección 2.2.4.3; la Tabla B.2 presenta las lecturas de °Bx, absorbancia obtenidas a 420 nm, pesos específicos a 20/20 °C y los resultados de los cálculos realizados con las Ecuaciones 2.6 y 2.5 para la determinación de los valores de concentración en g/cm³ y color en U. l., respectivamente; donde la longitud de la celda es de 1 cm.

Tabla B.2 Cálculo del color en las muestras de jugo decolorado

<i>Prueba</i>	<i>°Bx</i>	<i>A_s</i>	<i>Peso específico a 20/20 °C</i>	<i>c (g/cm³)</i>	<i>Color (U. l.)</i>
1.1	14.6	0.756	1.05933	0.1547	4888.07
1.2	14.7	0.668	1.05975	0.1558	4288.01
1.3	14.9	0.597	1.06061	0.1580	3777.74
1.4	16.1	1.054	1.06577	0.1716	6142.59
1.5	15.8	0.905	1.06448	0.1682	5380.89
1.6	14.6	0.794	1.05933	0.1547	5133.77
2.1	14.8	0.666	1.06018	0.1569	4244.56
2.2	16.5	0.991	1.06751	0.1761	5626.23
2.3	14.5	0.832	1.05890	0.1535	5418.77
2.4	15.7	1.001	1.06405	0.1671	5992.01
2.5	13.8	0.885	1.05591	0.1457	6073.48
2.6	14.7	0.760	1.05975	0.1558	4878.57
3.1	15.1	0.690	1.06147	0.1603	4304.91
3.2	16.0	0.826	1.06534	0.1705	4845.87
3.3	15.5	0.663	1.06319	0.1648	4023.19
3.4	14.3	1.094	1.05804	0.1513	7230.68
3.5	14.2	0.832	1.05762	0.1502	5539.94
3.6	14.5	1.012	1.05890	0.1535	6591.09

B.3 Remoción de color en el jugo decolorado

Una vez conocidos los resultados de determinación de color, antes y después de que el jugo fuera decolorado (Secciones B.2 y B.3), se procedió a realizar el cálculo del porcentaje de remoción de color que logró el CECDAM en el jugo claro, esto por medio de la Ecuación 2.4; la Tabla B.3 presenta los cálculos realizados, los cuales son la variable de respuesta en el arreglo experimental de la Tabla 2.7.

Tabla B.3 Cálculo de la remoción de color en el jugo decolorado

<i>Prueba</i>	C_i (U. l.)	C_f (U. l.)	<i>Remoción de color</i> (U. l.)	<i>Remoción de color</i> (%)
1.1	5733.06	4888.07	844.99	14.74
1.2	5928.60	4288.01	1640.59	27.67
1.3	4714.97	3777.74	937.23	19.88
1.4	6574.17	6142.59	431.58	6.56
1.5	5950.27	5380.89	569.38	9.57
1.6	5733.65	5133.77	599.88	10.46
2.1	5375.45	4244.56	1130.89	21.04
2.2	6054.59	5626.23	428.36	7.07
2.3	5931.29	5418.77	512.52	8.64
2.4	6605.71	5992.01	613.7	9.29
2.5	7302.21	6073.48	1228.73	16.83
2.6	6207.73	4878.57	1329.16	21.41
3.1	5702.40	4304.91	1397.49	24.51
3.2	5910.10	4845.87	1064.23	18.01
3.3	4948.59	4023.19	925.4	18.70
3.4	8043.48	7230.68	812.8	10.11
3.5	6515.46	5539.94	975.52	14.97
3.6	7513.15	6591.09	922.06	12.27