Mon
664.122
C263
2013

UNIVERSIDAD NACIONAL DE INGENIERIA

FACULTAD DE INGENIERIA QUIMICA

ESTUDIO DE LOS FACTORES QUE INCIDEN EN LA REMOCION DE TURBIDEZ EN EL PROCESO DE CLARIFICACION DE MELADURA EN SER-San Antonio

TRABAJO DE DIPLOMA PRESENTADO POR:

Br. Magdiel Isaac Carballo Lacayo

PREVIO PARA OPTAR AL TITULO DE:

INGENIERO QUIMICO

TUTOR

Ing. Leonardo Chavarría

ASESOR

Ing. Erickson Cano

Managua, Nicaragua

Septiembre 2013

AGRADECIMIENTOS

Por la culminación de este trabajo investigativo de suma importancia para mi crecimiento personal y profesional le doy un grato agradecimiento:

- A Dios por darnos fuerzas, la inteligencia, salud y paciencia para seguir adelante y enfrentar los retos que se presentaron día a día.

- Al Ing. Leonardo Chavarría quien dedicó tiempo brindando sus conocimientos para hacer posible la culminación de este trabajo.

- A Ing. Farlley de León, quien me dio la oportunidad de laborar para SER-San Antonio, por permitir y facilitar las condiciones para el desarrollo de esta investigación.

- Al asesor Ing. Erickson Cano por su apoyo completo, donde me brindó información valiosa e importante para el desarrollo de la investigación.

DEDICATORIA

Le dedico con mucho amor este trabajo a esos seres queridos que han sido pilares para mí:

- A Dios principalmente por darme, la sabiduría y la paciencia de realizar con esfuerzo, amor y esmero el trabajo de investigación.

- A mi padre William Carballo por su apoyo incondicional, su amor, su buen ejemplo como hombre, por llenarme de aspiraciones y hacerme saber que la vida es siempre una oportunidad para mejorar y poder llegar lejos, hasta donde uno se lo propone, quien hizo de mí el hombre que hoy soy. ¡*Que Dios lo tenga en su santa gloria*!

- A mi madre Yadira Lacayo quien ha estado conmigo dándome todo su amor y apoyo hasta el día de hoy. Quien me inspira con su confianza, paciencia y el deseo de superación.

- A mi hijo William Carballo, quien hoy es mi mayor inspiración para superarme y seguir creciendo profesionalmente para darle lo mejor y hacer de él un hombre de bien para la sociedad.

- A Angélica González quien tuvo paciencia y confianza durante mis estudios universitarios.

- A todas aquellas personas que de una u otra forma han aportado su ayuda y conocimiento relacionado al trabajo investigativo.

OPINION DEL CATEDRATICO

La agroindustria en Nicaragua está teniendo un alto esfuerzo en el desarrollo de herramientas que permitan aumentar la eficiencia de los procesos actuales, esto implica la utilización de modelos de investigación que permitan alcanzar los objetivos deseados.

Encaminado en este escenario el joven Magdiel Isaac Carballo Lacayo y contando con el apoyo decisivo del Ingenio San Antonio fue que se estableció este estudio de mucha importancia para la proyección de las mejoras que se puedan llevar a cabo en el proceso de clarificación de la meladura a través del estudio de los factores que inciden en la remoción de la turbidez.

Esto marca una premisa para futuros estudios que se delimiten en esta área del proceso de producción de Azúcar, donde el titulante ha depositado sus mejores esfuerzos para la culminación de sus estudios, es por tanto señores miembros del jurado que solicito se le otorgue al Br. Carballo Lacayo la aprobación de este trabajo de monografía y se le confiera el título de Ingeniero Químico.

_____

MEng. Leonardo Chavarría Carrión
Tutor

RESUMEN

La producción de azúcar blanco en los ingenios azucares representa procesos físicos y químicos complejo en donde se ven involucradas distintas etapas (extracción de jugo, clarificación de jugo, evaporación, clarificación de meladura, cristalización, centrifugación y envasado) para la obtención del producto agroindustrial.

Dos de las etapas sin ser suficientes, son esencialmente necesarias para producir azúcar blanco de calidad para el agrado del mercado. Estas etapas son la clarificación de jugo y posteriormente la clarificación de meladura, donde el principal objetivo es la reducción de turbidez generada por materiales en suspensión.

Aunque es posible alcanzar una buena clarificación del jugo, se presenta un importante incremento de turbiedad de aproximadamente 80% a través de los evaporadores. Lo que indica que el proceso de clarificación de meladura debería ser de mayor beneficio que otras acciones tomadas para mejorar la clarificación del jugo. Además el clarificador de meladura debe actuar como una malla de seguridad, removiendo el material suspendido proveniente de periodos donde la clarificación haya sido perturbada y haya ocurrido arrastres de lodos.

Estos materiales de no ser removidos provocan problemas de operación en los equipos debido a alta viscosidad en la meladura y mieles que hacen disminuir la cristalización y purga en centrifugas, alterando el color del azúcar y traduciéndose esto a baja calidad en azúcar blanco final. Por lo que se realizó el estudio de los factores coagulantes (dosis de ácido fosfórico, pH de alcalinización y temperatura) y dosis de floculante a escala de laboratorio con el objetivo de identificar como influyen estos en la remoción de turbidez de la meladura.

Lo primero fue diseñar una matriz de experimentos, compuesta de 27 corridas experimentales, que contiene a los cuatros factores y niveles de prueba escogidos para lograr la reducción de la turbidez. Posterior a la obtención de los datos de respuesta, se determinó la incidencia que estos tienen sobre la remoción de la turbidez determinando mediante análisis y cálculos la turbidez de la meladura cruda y clarificada. A dichos resultados se les aplico análisis de varianza para determinar la significancia de los factores sobre la respuesta.

Los resultados a escala de laboratorio muestran que las dosificaciones manejadas actualmente en el proceso (350 ppm de ácido fosfórico base solidos disueltos, SD, 10 ppm de floculante base SD, pH en 7 y temperatura en 84°C) son aptas para lograr una remoción de turbidez en meladura cruda por encima del 40%. Encontrándose también que si se reduce la concentracion de ácido a 300 ppm base SD junto con el pH a 6.8 y se mantiene constante el floculante y la temperatura en 10 ppm base SD y 84°C respectivamente la remoción es alta, en un 65%, con lo que se reduce el consumo de ácido fosfórico y sacarato de calcio para ajuste de pH en el proceso de clarificación de meladura.

CONTENIDO

AGRADECIMIENTOS i
DEDICATORIA ii
OPINION DEL CATEDRATICO iii
RESUMEN iv
I. INTRODUCCION 1
II. OBJETIVOS 3
Objetivo General 3
Objetivos Específicos 3
III. MARCO TEORICO 4
3.1 Conceptos 4
3.2 Breve descripción del proceso de fabricación de azúcar 8
3.2.1 Extracción de jugo 8
3.2.2 Purificación del jugo o guarapo, Clarificación 9
3.2.3 Evaporación 9
3.2.4 Clarificación de jarabe crudo (meladura cruda) 9
3.2.5 Cristalización 9
3.2.6 Centrifugación o purga 10
3.2.7 Re-ebullición de las mieles 10
3.3 Clarificación de meladura 10
3.3.1 Turbidez de la meladura 11
3.3.2 Remoción de Turbidez 11
Temperatura 12
Ácido fosfórico 13
Control de pH 14
Floculante 16
3.4 Especificaciones de la Meladura Clarificada 19
3.5 Diseño de experimento por el método de superficie de respuesta 20
IV. METODOLOGIA 21
4.1. Método de investigación 21
4.2 Universo 21
4.3 Tipo de investigación 21
4.4 Muestra 21
4.5 Área de trabajo 21
4.6 Selección de los factores 22

4.7 Identificación de los niveles para cada factor 22
4.8 Desarrollo de la matriz experimental 24
4.9 procedimiento usado en el laboratorio para el tratamiento experimental de la muestra 26
4.9.1 Medición de Brix 27
4.9.2 Medición de pH 28
4.9.3 Medición de la turbiedad 29
V. RESULTADOS Y ANALISIS DE RESULTADOS 31
5.1 Introducción 31
5.2 Matriz experimental implementada en la investigación 31
5.3 Resultados del proceso de clarificación de meladura cruda realizado en el laboratorio 31
5.4 Determinación de la representatividad de las muestras de meladura cruda en el universo 38
VI. CONCLUSIONES 40
VII. RECOMENDACIONES 41
VIII. REFERENCIA BIBLIOGRAFICA 43
IX. ANEXOS 45
9.1 ANEXO 1-Tablas 46
Tabla 1. Análisis de turbidez de la meladura desde el 12 de noviembre hasta el 29 de diciembre del 2012. (Durante zafra 2012/2013). 47
Tabla 2. Volumen de ácido fosfórico y floculante a agregar según los sólidos disueltos o Brix de la meladura, usando 1 000 mL de meladura, ácido fosfórico a 85% de P_2O_5 y floculante preparado a 0.05%. 48
Tabla 3. Matriz de diseño desarrollada por MINITAB 16 según el método de superficie de respuesta, Diseño de Box-Behnken. 49
Tabla 4. Valores de densidad para soluciones puras de sacarosa a 20°C. 50
9.2 ANEXO 2-Figuras 51
Figura 1. Fotografía de los toma muestra de meladura en los meladores 52
Figura 2. Tanque de preparación de sacarato de calcio 53
Figura 3. Tanque de preparación de floculante diluido a 0.05%. 53
Figura 4. Tanque de ácido fosfórico a una concentracion de 85%. 54
Figura 5. Plancha de calentamiento para la soluciones 54
Figura 6. Bomba de vacío usada para ayudar a filtrar soluciones azucaradas 55
Figura 7. Flujograma general del proceso de producción de azúcar 56

I. INTRODUCCION

La calidad del azúcar, es la que confiere a cada uno de los diferentes ingenios la competitividad en el mercado nacional e internacional, la captación de más clientes cautivos y además la obtención de un mayor precio de venta del producto agroindustrial.

El color blanco de los azucares representan una característica de calidad de mucha importancia para las industrias azucareras ya que influyen en la decisión de compra de la gran mayoría de individuos que buscan obtener el producto para diversos propósitos. Por tal razón se produce azúcar tipo blanco.

Para la producción industrial de azúcar blanco, la caña de azúcar debe pasar por diversas etapas de un proceso, estas de forma ordenada son: extracción de jugo, clarificación de jugo, evaporación, clarificación de meladura, cristalización, centrifugación y envasado. De las cuales, la clarificación de meladura sin ser suficiente, es necesaria para producir azúcar blanco con las características deseadas.

El objetivo fundamental de la clarificación de la meladura es la reducción de los sólidos en suspensión que hay contenidos en la disolución azucarada que generan turbidez. Esto es debido a que siendo posible alcanzar una buena clarificación del jugo, se presenta un importante incremento de turbidez de aproximadamente 80% a través de los evaporadores (Scoot R.P, 1988), debido a esto, expertos en el tema recomiendan que se tiene que alcanzar un 80 % de remoción de turbidez en meladura cruda para alcanzar la calidad deseada en el producto final.

Lo anterior indica, que el proceso de clarificación de meladura debería ser de mayor beneficio que otras acciones tomadas para mejorar la clarificación del jugo. Además el clarificador de meladura debe actuar como una malla de seguridad, removiendo el material suspendido proveniente de periodos donde la clarificación haya sido perturbada y haya ocurrido arrastres de lodos. De no ser así, en etapas posteriores, ocurrirían problemas de operación en los equipos debido a alta viscosidad en la meladura y mieles que hacen disminuir la tasa de cristalización en tachos así como la tasa de purga en centrifugas y alterando el color del azúcar, traduciéndose esto en baja calidad del azúcar blanco.

En la clarificación de meladura el material azucarado es tratado físico-químicamente mediante la aplicación de insumos químicos como ácido fosfórico, sacarato de calcio para ajuste de pH y floculante, además también es importante el control de temperatura para la formación de grumos de impurezas en suspensión, que serán posteriormente retiradas por flotación al introducir burbujas de aire a la disolución. Los insumos junto con el control de temperatura constituyen los factores a controlar si lo que se busca es remover la mayor cantidad de sólidos en suspensión.

SER-San Antonio, es una empresa dedicada a transformar la caña de azúcar; y sus derivados en energía para el aprovechamiento máximo de las bondades que la planta ofrece. Entre los varios tipos de azúcar que la empresa produce se encuentra el azúcar blanco; durante el tiempo del proceso de producción se ha logrado observar que cuando la caña de azúcar entra al proceso en niveles bajos de sacarosa o la clarificación de meladura es deficiente, el producto final no logra cumplir con los estándares de calidad.

Durante la zafra 2012-2013, el sistema de clarificación de meladura según datos históricos del laboratorio estuvo presentando problemas en la remoción de turbidez, *(ver tabla 1 del anexo 1 en la página 47)*. Por lo que, el trabajo se encaminó a la búsqueda de una mayor remoción de solidos suspendidos que provocan turbidez.

Además, el estudio de los factores podrá generar información necesaria que permita comprender el comportamiento de la turbidez, cuando se afecta el proceso mediante las variaciones en las dosificaciones de los insumos químicos (ácido fosfórico, floculante, sacarato de calcio) y la temperatura en la meladura cruda. Lo que ayudará a tener con anticipación rápidas estimaciones de lo que podría ocurrir con la variable de estudio del proceso (porcentaje de remoción de turbidez) al operar fuera de valores normales en situaciones futuras de fabricación de azúcar blanco.

II. OBJETIVOS

❖ Objetivo General

Estudiar la influencia de los factores tales como la Dosis de ácido fosfórico, Dosis de floculante, pH de alcalinización y Temperatura en la remoción de turbidez de la meladura cruda en el proceso de clarificación de meladura a escala de laboratorio.

❖ Objetivos Específicos

Diseñar una matriz de experimento que permita identificar los factores coagulantes y floculantes en el proceso de clarificación de meladura cruda a escala de laboratorio que influyen en la remoción de turbidez.

Determinar la incidencia de los factores (dosis de ácido fosfórico, pH de alcalinización, dosis de floculante, y temperatura) o su respectivas interacciones sobre la variable turbidez.

Optimizar las dosificaciones y temperatura para obtener la mejor remoción de turbidez en la meladura cruda a escala de laboratorio.

III. MARCO TEORICO

3.1 Conceptos

- *Turbidez o turbiedad*: es la medida de la dispersión de la luz atribuible a partículas en suspensión, presentes en una solución de azúcar, determinada espectrofotométricamente.

- *Azúcar blanco y azúcar blanco especial*: es el producto cristalizado obtenido del cocimiento del jugo de la caña de azúcar, constituido esencialmente por cristales sueltos de sacarosa obtenidos mediante procedimientos industriales apropiados y que pueden o no haber sido sometidos a proceso de refinación y que tienen que cumplir con un color máx. de 400 UI (UI= unidades ICUMSA) y color de 180 UI para azúcar blanco y azúcar blanco especial respectivamente, entre otros requisitos.

- *Calidad*: la calidad de un producto o servicio es la percepción que el cliente tiene del mismo, es una fijación mental del consumidor que asume conformidad con dicho producto o servicio y la capacidad del mismo para satisfacer sus necesidades.

- *Solidos solubles disueltos, SD*: Se definen como todas aquellas sustancias que normalmente se presentan en estado sólido bajo condiciones ambientales pero que en ciertas circunstancias pasan a formar parte de una solución. Son ejemplos de ellos los azúcares y las sales. Por lo tanto, siempre que se hace referencia a los "Sólidos Solubles", inevitablemente estará implicada la presencia de una solución.

- ° *Brix o °Bx*: es el Porcentaje de Sólidos disueltos en una solución. El Brix incluye los Sólidos que son solubles y que pueden estar constituidos por Sacarosa y por otras sustancias no Sacarosa. Una solución de 25 °Bx contiene 25 g de azúcar (sacarosa) por 100 g de líquido. Dicho de otro modo, en 100 g de solución hay 25 g de sacarosa y 75 g de agua.

- *°Baumé o °Bé:* es una unidad de concentracion que indica al igual que los °Bx, el porcentaje de solidos disueltos en una solución. Sin embargo esta no tiene una relación constante con la escala de °Brix. Pero en general se puede aceptar que:

$$°Brix = °Baumé * 1.84$$

- *Pureza:* Es el porcentaje que representa la fracción de los Sólidos o Brix de una solución constituidos por Sacarosa. su fórmula es:

$$Pureza, Pz = \frac{sacarosa}{°Brix} * 100$$

- *Coloides:* En física y química un coloide, sistema coloidal, suspensión coloidal o dispersión coloidal es un sistema formado por dos o más fases, principalmente: una continua, normalmente fluida, y otra dispersa en forma de partículas; por lo general sólidas. La fase dispersa es la que se halla en menor proporción. Normalmente la fase continua siendo líquido, pero pueden encontrarse coloides cuyos componentes se encuentran en otros estados de agregación.

  El nombre de coloide proviene de la raíz griega “kolas” que significa “que puede pegarse”. Este nombre que hace referencia a una de las principales propiedades de los coloides: su tendencia espontánea a agregar o formar coágulos.

- *Absorbancia:* cuando un haz de luz incide sobre un cuerpo traslucido, una parte de esta luz es absorbida por el cuerpo y el haz de luz restante atraviesa dicho cuerpo. A mayor cantidad de luz absorbida, mayor será la absorbancia del cuerpo, y menor cantidad de luz será transmitida por dicho cuerpo.

- *Color:* es el término genérico utilizado para describir una amplia gama de componentes que contribuyen al color en el azúcar, muchos de estos compuestos son complejos y no son fáciles de cuantificar de manera que el color es medido como el efecto total de todos los colorantes sobre la absorbancia de la luz.

- *Viscosidad:* La viscosidad es una medida de la resistencia de los líquidos a fluir. Cuanto más viscoso es un líquido, más lento es su flujo. La viscosidad de un líquido suele disminuir con el aumento en la temperatura, por esta razón la melaza caliente fluye más rápido que cuando está fría.

- *Agotamiento:* el término significa “la propiedad de las mieles y meladura que implica la posibilidad de recuperar azúcar o sacarosa de ellas”

- *Cristal o grano de azúcar:* es el producto final obtenido, es de forma cuadrado, el cristal de sacarosa es transparente, el color blanco, es causado por la múltiple difracción de la luz en un grupo de cristales.

- *Incrustaciones:* Introducción de pequeñas partes o elementos de una materia en otra de manera que queden unidas perfectamente formando un solo cuerpo.

- *Lechada de cal:* es el producto obtenido de mezclar cal viva pulverizada o en trozos con agua, esta acción es conocida como apagado de la cal, y esta puede ser mezclada con agua hasta un máximo de aproximadamente 15 ° Baumé (°Bé)

- *Sacarato de calcio:* es una mezcla de lechada de cal con jugo clarificado, meladura clarificada o licor fundido clarificado.

- *Meladura o jarabe:* es el producto obtenido de concentrar el jugo de caña clarificado mediante la extracción de agua en los equipos conocidos como evaporadores, los cuales pasan de 14 o 15 °Bx el jugo hasta 65°Bx como meladura.

- *Licor fundido:* es azúcar cruda disuelta con agua caliente y vapor.

- *Dosis*: es la cantidad o porción de una cosa.

- *Optimización*: es la búsqueda de la mejor manera de realizar una actividad; optimación.

- *Taza de cristalización*: se refiere a la velocidad con que se desarrolla un núcleo de sacarosa al estar está en contacto con una solución de sacarosa sobresatura.

- *Alcalización o alcalinización*: es la neutralización (pH = 7) de una disolución ácida o sobrepasar al estado alcalino en pH mayor a 7.

- *Clarificación*: Poner más claro, menos turbio o denso

- *Defecación*: Método de depuración que separa los sedimentos sólidos suspendidos en un líquido

- *Coagulación, Coagular*: Formación de agregados compactos en una solución coloidalmente inestable al separarse macroscópicamente estos y el líquido.

- *Sedimentación, sedimentar*: sedimento es la materia que, después de haber estado en suspensión en un líquido, termina en el fondo por su mayor gravedad. Este proceso se conoce como sedimentación.

- *pH*: El pH es una medida de acidez o alcalinidad de una disolución. El pH indica la concentración de iones hidronio [H3O+] presentes en determinadas sustancias. La escala de pH típicamente va de 0 a 14 en disolución acuosa, siendo ácidas las disoluciones con pH menores a 7 (el valor del exponente de la concentración es mayor, porque hay más iones en la disolución) y alcalinas las que tienen pH mayores a 7. El pH = 7 indica la neutralidad de la disolución (cuando el disolvente es agua).

- *Ocluir, ocluidas:* quedar atrapado o estancado en algo.

- *Cristalización*: es la formación de partículas sólidas (un cristal puro) a partir de una fase homogénea.

- *Semillas o núcleos*: es azúcar molida a un tamaño específico que se introducen a un tacho para ser estos desarrollados a un tamaño mayor mediante la oclusión de sacarosa en la superficie de estos núcleos.

- *Purgar*: retirar humedad o miel del azúcar.

- *Densidad*: En física y química, la densidad (símbolo ρ) es una magnitud escalar referida a la cantidad de masa contenida en un determinado volumen de una sustancia. La densidad media es la razón entre la masa de un cuerpo y el volumen que ocupa.

- *Sacarosa*: es un carbohidrato (disacárido), formado por dos monosacáridos: glucosa (dextrosa) y fructuosa (levulosa), que siempre se ha empleado como alimento. Es el azúcar, que es un endulzante de origen natural, sólido, cristalizado y constituido principalmente por cristales sueltos de sacarosa, obtenidos a partir de la caña de azúcar mediante procesos industriales determinados.

- *Azucares reductores:* son principalmente la glucosa y fructuosa presente en la solución de azúcar y que se obtienen de la hidrolisis o inversión de la sacarosa. El nombre de azucares reductores se debe a que al reaccionar con soluciones de cobre II, en medio alcalino y en caliente, lo reduce a cobre I.

- *Cenizas:* lo componen la potasa que es el 40% del peso del carbono total de la ceniza; el contenido de cal que es 10 a 20%, el de sulfatos que esta entre 10 y 20% y las sales de magnesio, sodio, aluminio, la sílice, los cloruros, fosfatos y los óxidos de hierro, completan el resto del contenido de cenizas.

- *No-azucares*: los no azúcares están compuestos por 33% de sustancias inorgánicas (Fe^{+++}, K^{+}, Na^{+}, Mg^{2+}, Zn^{2+}, As^{3+}, Cd^{2+}, Hg^{+}, Pb^{+} y Cl^{-}, NO^{3-}, SO_2^{-}); el 42% corresponde a sustancias nitrogenadas (aminoácidos, péptidos, colorantes); y el 25% a sustancias orgánicas libres de nitrógenos (ácidos carboxílicos, alcoholes, fenoles, esteres, vitaminas, gomas y dextranas)

- Solubilidad: La solubilidad es una medida de la capacidad de disolverse una determinada sustancia (soluto) en un determinado medio (solvente); implícitamente se corresponde con la máxima cantidad de soluto disuelto en una dada cantidad de solvente a una temperatura fija y en dicho caso se establece que la solución está saturada.

- *Saturar:* en la industria azucarera cuando una solución contiene el total de la sacarosa que es capaz de disolver, se dice que está saturada.

- *Aireación:* es la adición de burbujas de aire a un medio donde se encuentran sólidos en suspensión los cuales se quieren retirar del medio mediante flotación de estos.

- *Caramelos:* son polímeros de alto peso molecular generados en el proceso por descomposición térmica de sacarosa a temperaturas por arriba de 120°C.

- *Materias colorantes:* se llaman así a los compuestos que producen alto color en el material donde se encuentran siendo estos colorantes, naturales y los formados durante el proceso.

- *Ácidos orgánicos:* son los que dan al jugo la acidez entre ellos los más importantes son el ácido fórmico, acético y láctico, productos de actividad de microorganismo.

- *Decantar:* La decantación es un método mecánico de separación de mezclas heterogéneas, estas pueden estar formadas por un líquido y un sólido, o por dos líquidos.

- *Cachaza:* es el lodo floculado que sedimente durante el proceso de clarificación sobre la capa del fondo y el cual se pasa por una etapa de filtración para extraer el jugo contenido en este.

- *ppm:* es una unidad de concentracion que representa las partes por millón de un soluto en un medio solvente. Se puede expresar como mg/L, mg/kg, g/ton.

- *Muestreo:* En estadística se conoce como muestreo a la técnica para la selección de una muestra a partir de una población.

- *Aleatorio:* La aleatoriedad se asocia a todo proceso cuyo resultado no es previsible más que en razón de la intervención del azar. El resultado de todo suceso aleatorio no puede determinarse en ningún caso antes de que este se produzca. El estudio de los fenómenos aleatorios queda dentro del ámbito de la teoría de la probabilidad y, en un marco más amplio, en el de la estadística.

3.2 Breve descripción del proceso de fabricación de azúcar (Chen. J.C.P., 2009)

3.2.1 Extracción de jugo

La extracción de jugo moliendo la caña entre pesados rodillos o mazas constituye la primera etapa del procesamiento del azúcar. Primero, la caña se prepara para la molienda mediante cuchillas giratorias que cortan los tallos en pedazos pequeños, mediante molinos de martillos que desmenuzan la caña pero no extraen el jugo, o bien, en forma más general, por una combinación de dos o tres de dichos métodos. El molino o trapiche consta de unidades múltiples que utilizan combinaciones de tres rodillos, a través de los cuales pasan sucesivamente la caña exprimida o bagazo. Para ayudar a la extracción del jugo (guarapo) se aplican aspersiones de agua o guarapo diluido sobre la capa de bagazo según sale de cada unidad de molienda; lo anterior contribuye a extraer por lixiviación el azúcar.

3.2.2 Purificación del jugo o guarapo, Clarificación

El jugo color verde oscuro procedente de los molinos es ácido y turbio. El proceso de clarificación (o defecación), diseñado para remover las impurezas tanto solubles como insolubles, emplea en forma universal cal o calor como agentes clarificantes. 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 fosfatos de calcio. El calentamiento del guarapo alcalizado hasta el punto de ebullición o ligeramente arriba coagula albumida y algunas grasas, ceras y gomas; el precipitado así formado atrapa los sólidos en suspensión al igual que las partículas más finas. Los lodos se separan del jugo clarificado por sedimentación y se filtran en tambores rotativos de filtración. El jugo clarificado transparentes y de color parduzco regresa al proceso, dirigido a los evaporadores sin tratamiento adicional.

3.2.3 Evaporación

El jugo clarificado, que tiene más o menos la misma composición que el jugo crudo extraído excepto las impurezas precipitadas por el tratamiento con cal, contiene aproximadamente el 85% de agua. Dos terceras partes de esta agua se evaporan en evaporadores al vacío de múltiple efecto, los cuales consisten en una sucesión de celdas de ebullición al vacío, o “cuerpos” dispuestos en serie de manera que cada cuerpo subsiguiente tiene un grado más alto de vacío y, por consiguiente, hierve a una temperatura más baja. Los vapores de un cuerpo hacen hervir de esta manera el jugo contenido en el siguiente cuerpo. Mediante este sistema, el vapor del cuerpo final pasa a un condensador.

3.2.4 Clarificación de jarabe crudo (meladura cruda)

El proceso es similar a la fosfatación del refundido en una refinería de azúcar. En este caso, se añade al jarabe o meladura cal y ácido fosfórico, y luego se aérea junto con la adición de un polímero floculante. A continuación el jarabe floculado se pasa directamente a un clarificador.

3.2.5 Cristalización

La cristalización tiene lugar en tachos al vacío de simple efecto, donde el jarabe se evapora hasta quedar saturado de azúcar. En este momento se añaden semillas a fin de que sirvan de núcleos para los cristales de azúcar, y se va añadiendo más jarabe según se evapora el agua. El crecimiento de los cristales continúa hasta que se llena el tacho. Bajo la vigilancia de un tachero experto (o con instrumentos adecuados) los cristales originales crecen sin que se formen cristales adicionales, de manera que cuando el tacho está totalmente lleno todos los cristales tienen el tamaño deseado; los cristales y el jarabe forman una masa densa conocida como masa cocida. La templa (el contenido del tacho) se descarga luego por medio de una válvula de pie a un mezclador o cristalizador.

3.2.6 Centrifugación o purga

La masa cocida proveniente del mezclador o del cristalizador se lleva a maquinas giratorias llamadas centrífugas. El tambor cilíndrico suspendido de un eje tiene paredes laterales perforadas forradas en el interior con tela metálica, entre esta y las paredes hay laminas metálicas que contiene de 400 a 600 perforaciones por pulgadas cuadradas. El tambor gira a velocidades que oscilan entre 1000 y 1800 rpm. El revestimiento perforado retiene los cristales de azúcar que pueden lavarse con agua si se desea. El licor madre, la miel, pasa a través del revestimiento debido a la fuerza centrífuga ejercida (de 500 hasta 1800 veces la fuerza de la gravedad), y después de que el azúcar es purgado se corta, dejando la centrifuga lista para recibir otra carga de masa cocida.

3.2.7 Re-ebullición de las mieles

En el sistema de tres cristalizaciones, la primera ebullición del jarabe crudo produce azúcar cruda y miel A, la miel se regresan al tacho al vacío para que vuelvan a hervir sobre un *pie* de masa cocida de primer grado y se forma una segunda masa cocida B, la que a su vez produce una nueva carga de cristales. El azúcar B se mezcla con el azúcar A para constituir la producción comercial del ingenio. La miel B, o de segunda, tiene una pureza mucho más baja y a su vez se vuelve a hervir sobre un pie de cristales de jarabe para formar una masa cocida de grado bajo o C. estas masas cocida de bajo grado permanecen durante varios días en los cristalizadores, donde se enfrían y mantienen en movimiento por medio de brazos giratorios. El azúcar C se mezcla con el jarabe y se usa como semilla para las masas cocida A y B. las *mieles* o *melazas finales o residuales*, un material denso y viscoso que contiene aproximadamente una tercera parte de sacarosa, una quinta parte de azucares reductores y cenizas, compuestos orgánicos no azucares y agua, sirven como base para la alimentación de ganado, fabricación de alcohol industrial, producción de levadura y para otros usos diversos.

El proceso de producción de azúcar descrito anteriormente se puede ver resumido en el flujograma mostrado en la *figura 7 del anexo 2 en la página 56*.

3.3 Clarificación de meladura

Pese a que es posible alcanzar una buena clarificación del jugo, se presenta un importante incremento de turbiedad de aproximadamente 80% a través de los evaporadores (Scoot R.P, 1988). Lo que indica que el proceso de clarificación de meladura debería ser de mayor beneficio que otras acciones tomadas para mejorar la clarificación primaria del jugo. Además el clarificador de meladura debe actuar como una malla de seguridad, removiendo el material suspendido proveniente de periodos donde la clarificación haya sido perturbada y haya ocurrido arrastres de lodos (Rein. P, 2012).

El objetivo fundamental del proceso de clarificación de meladura es la reducción de la Turbiedad y eventualmente la reducción en Color. La Turbiedad se mide preferencialmente en Unidades Nefelométricas de Turbiedad, NTU, la reducción medida en estas últimas unidades debe ser superior al 80% (Peñaranda, J. 2009), lo que concuerda con el Dr. Rein, quien dice que el análisis de un gran número de muestras de meladura de muchas fábricas diferentes ha mostrado que el potencial de reducción de turbiedad esta siempre entre 80 y 95% y que la mejor manera de evaluar la eficiencia de la clarificación de meladura es aun a partir de los resultados de remoción de turbiedad.

3.3.1 Turbidez de la meladura (Peñaranda J., 2012)

La turbidez es causada por el material insoluble en suspensión o dispersión coloidal las cuales bloquean el paso de la luz. Dicho material generalmente son partículas que no pudieron ser atrapadas por el tratamiento químico o quizás por la combinación de múltiples factores.

Uno de los objetivos fundamentales de la clarificación de meladura es la reducción de la turbiedad y eventualmente la reducción de color, este proceso, conjuntamente con la clarificación de jugo es una de las condiciones que, sin ser suficientes, son necesarias para la producción de Azúcar Blanco.

La Turbiedad se mide preferencialmente en Unidades Nefelométricas de Turbiedad, NTU, y las remociones que se alcanzan llegan al 90.0%. La reducción de color ocurre cuando algunas moléculas de color quedan ocluidas en los flóculos de la espuma. Se han observado remociones del orden de 15.0%, pero este no es el objetivo fundamental de la clarificación de Meladura. La Turbiedad no tiene un sistema homologado de análisis y si se escoge algún sistema, se debe mantener para lograr conocer el desarrollo del sistema. La pureza de la meladura puede ascender algo con este proceso pero esos valores son bajos: entre 0.2 y 0.3 unidades de Pureza. Lo que si interesa es clarificar la meladura lo mejor que se pueda para eliminar el efecto de los No-Azucares que generan Miel Final.

Una condición absolutamente necesaria para el buen funcionamiento es la estabilidad en el flujo de Meladura. La clarificación, de cualquier material, depende en un alto porcentaje de la estabilidad o regularidad en el flujo.

3.3.2 Remoción de Turbidez

El orden de adición de los productos químicos es importante. El ácido fosfórico debe adicionarse primero, en razón de que su solubilidad es la menor de todos.

“Una prueba de laboratorio útil consiste en la agitación vigorosa de una muestra de meladura durante tres minutos en un pequeño vaso de precipitados o beaker mantenido en un baño de agua a 85 °C. El arreglo de agitación se hace de

manera que el agitador incorpore aire en el líquido y lo disperse para saturarlo con aire. Luego de la aireación se agrega el polielectrólito agitando suavemente el contenido del beaker durante 30 segundos, para luego dejarlo en reposo durante los 20 (veinte) minutos siguientes. Después de este periodo la separación entre espuma y el líquido se ha completado y se puede proceder a tomar muestras de líquido clarificado para el análisis. En caso de utilizarse cal y ácido fosfórico, estos deberán incorporarse en el líquido antes de la aireación", (Peter Rein, 2012).

Temperatura (Gómez R. C., 2010)

Multitud de propiedades fisicoquímicas de los materiales o de las sustancias varían en función de la temperatura a la que se encuentren, como su volumen, la solubilidad, la presión de vapor, su color, su viscosidad o la conductividad eléctrica. Así mismo es uno de los factores que influyen en la velocidad a la que tiene lugar las reacciones químicas.

Esta variable tiene relación directa con la floculación, debido a que la solubilidad de las sales de fosfato disminuye con el aumento de la temperatura, lo que hace favorable trabajar la etapa de clarificación a temperaturas relativamente altas. Estas ventajas se contrastan con el hecho de que a temperaturas elevadas puede ocurrir degradación de los azucares a caramelos. También se puede originar la formación de color, ya que en medio alcalino los azucares reductores se descomponen a altas temperaturas, aumentando así el color y por ultimo también se puede originar un aumento en la producción de mieles, ocasionada por la inversión de la sacarosa y la destrucción de azucares invertidos.

La temperatura ideal para la clarificación de meladura se encuentra entre los 80ºC a 85ºC, en este valor se evitan los problemas antes mencionados. Es importante tener cuidado con la manera en que se maneja esta variable ya que un descenso de temperatura generaría cambios principalmente de floculación, dado a que la formación de flóculos seria incompleta ya que la reacción de la cal con los fosfatos presentes depende de la temperatura a la que se somete la meladura alcalizada.

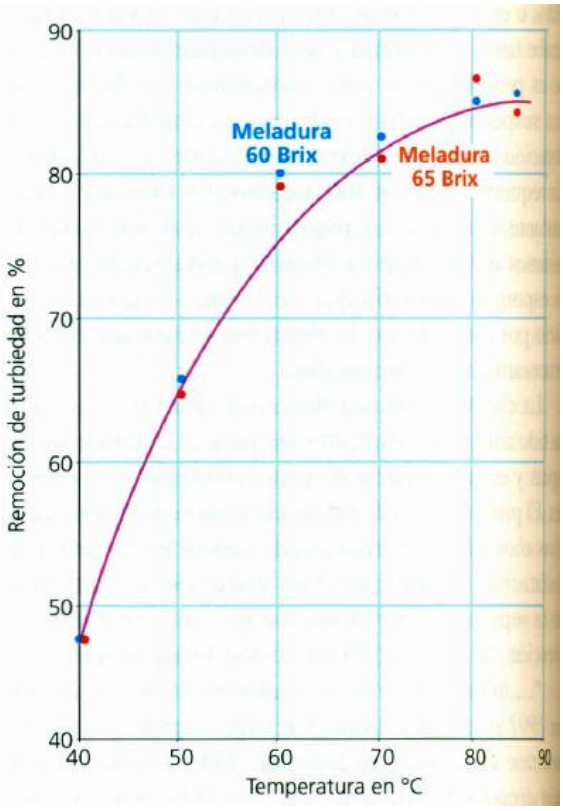
La Meladura se deposita en un tanque de descarga para alimentar el calentador. El valor de la temperatura es crítico. Este valor debe ser la mostrado en la *tabla 3.1* (Peñaranda J., 2012):

Tabla 3.1 Temperatura correspondiente según brix de meladura para una buena remoción de turbidez

Brix	Temperatura, ^{o}C
55.0/60.0	80.0
65.0	85.0
68.0	88.0

En la *figura 3.1* se muestra el efecto de la temperatura sobre la remoción de la turbidez, el cual fue obtenido de Peter Rein y concuerda con la *tabla 3.1* brindada por Jaime Peñaranda.

Figura 3.1 Efecto de la temperatura sobre la remoción de turbiedad



Fuente: Peter Rein, 2012. Ingeniería de la caña de azúcar

Ácido fosfórico en meladura

Pruebas acumuladas indican que el contenido de fosfatos en el jugo es el factor más importante para una clarificación eficiente (Chen J.C.P., 2009)

El ácido fosfórico se encuentra en la caña en 2 formas (E. Hugot, 1986):

1. En combinación con proteínas de las células. Estos compuestos son insolubles y precipitan fácilmente.

2. Como fosfatos solubles del jugo. Solo los fosfatos solubles intervienen en la defecación, reaccionan con la cal y forman un precipitado que constituye una parte más o menos importante del precipitado producido en el jugo o meladura por la cal. Se ha demostrado experimentalmente que cuanto mayor es la cantidad de ácido fosfórico en el jugo es más fácil la clarificación.

La cantidad de ácido fosfórico necesaria varía de acuerdo con la variedad de la caña y las circunstancia, pero en general se calcula que son necesarios por lo menos 300 mg de ácido fosfórico por litro de jugo (300 ppm), hay variedades de caña que presentan menos de esto por lo que hay que realizar análisis y compensar lo faltante. Estas cantidades están dadas en concentracion de $\mathbf{P_2O_5}$, que es el compuesto anhidro de fosforo que se mezcla con agua para preparar el ácido fosfórico usado en el proceso.

Para la meladura experimentalmente se ha determinado que por lo menos se necesitan 350 ppm en base al brix y esto es adoptado por San Antonio.

1. **Acción del ácido fosfórico**

El ácido fosfórico que se agrega al jugo precipita una parte de los coloides y de las materias colorantes que contiene.

La cantidad presente en la meladura de ácido fosfórico debe ser la suficiente para poder reaccionar de manera completa con el sacarato de calcio que se suministra en la alcalinización, para ello es de vital importancia tener en cuenta la cantidad de meladura (flujo o caudal) que se piensa dosificar con la sustancia (Gómez R.C, 2010)

La ecuación que representa la formación del fosfato tricalcico es:

$$3Ca(OH)_2 + 2H_3PO_4 \xrightarrow{\Delta} Ca_3(PO_4)_2 \downarrow + 6H_2O \qquad \text{Ec. 3.1}$$

Control de pH

El control del pH es fundamental para una buena clarificación, para evitar la inversión de la sacarosa por hidrolisis acida. El insumo químico más usado mundialmente es la *cal* para ajustar el pH y además como medio de purificación tanto de jugo, meladura como el fundido. El pH final debe andar entre 6.3 a 6.5.

Para lograr el buen control de pH es necesario una muy adecuada dosis del sacarato de calcio sobre la meladura cruda; la composición, y mezclado homogéneo son factores que deben controlarse en la preparación del sacarato. Además el flujo del sacarato de calcio debe ser adecuado según el flujo de meladura cruda y el pH debe estar siempre siendo monitoreado para evitar cualquier alteración de este en la meladura.

1. **Cal**

Según Hugot, la calidad de la cal empleada es importante. En muchos países la única cal obtenible es muy impura, aproximadamente 60% de CaO, conteniendo muchas materias no calcinada y arena. Debe evitarse sobre todo cales con más de 2% de MgO o de óxido de hierro o de aluminio, ya que estas impurezas

provocan depósitos en los evaporadores y el magnesio dificulta la defecación. Cuando sea posible debe exigirse menos del 1% de MnO.

Una buena cal debe tener del 90 al 95% de CaO. En San Antonio la cal posee entre un 65 a 68% de CaO.

2. Lechada de Cal

Hugot dice que el uso de cal en estado pulverizado no es recomendado; porque solo cierta porción del jugo será sobre alcalizado mientras que otra parte poco alcalizado. Es de mucha ventaja preparar primero una lechada de cal, deslavando la cal pulverizada o la cal viva en trozos, en el agua (apagado de la cal).

La cal puede ser mezclada con agua hasta un máximo de aproximadamente 15 °Baumé (°Bé). Nunca se pasa de 20 °Bé que corresponda al máximo más allá del cual las bombas y las tuberías se taponan frecuentemente. La preparación de esta lechada varía en cada ingenio azucarero. En San Antonio ésta disolución es preparada a 12 °Bé. Y se busca obtener 500 ppm de CaO en meladura como base en los sólidos solubles disueltos o brix.

La reacción que ocurre en la preparación de la lechada de cal es exotérmica:

$$CaO + H_2O \rightarrow Ca(OH)_2 + 15{,}540\ calorias \qquad \text{Ec. 3.2}$$

3. Sacarato (adición de Cal como Sacarato)

Consiste en mezclar la lechada de cal con jugo claro o meladura o fundido (azúcar cruda A disuelta con agua caliente y vapor), manteniéndose en contacto unos 5 minutos, dando tiempo para que se forme el sacarato, y entonces la adición de cal al jugo o meladura es hecha con esta mezcla. Es necesario que la cal este en la forma de sacarato mono-cálcico, la temperatura debe ser más baja que 58°C (136°F), (Hugot E., 1986), además el tiempo de residencia debe ser mínimo, ya que en la preparación del sacarato con meladura o fundido, este último se expone a condiciones de pH elevado, por lo que ocurriría cierta degradación de los azucares reductores que viene acompañada de incrementos en la concentracion de ácidos orgánicos que generan más color (Rein P., 2012).

Según Rein, la composición de la mezcla de cal tiene un efecto significativo sobre la operación del sistema de clarificación. Con lechada de cal se producen flocs y lodos de mayor densidad, pero la turbiedad no es tan buena, mientras que las soluciones de sacarato preparadas utilizando jugo, meladura o fundido resultan en flocs más ligeros que se sedimentan con menor velocidad, pero la turbiedad es mejor. Para cada caso en particular la mezcla óptima que se ajusta a la capacidad del equipo debe ser encontrada mediante ensayo y error en experimentos.

Y las ventajas de usar sacarato en lugar de solo lechada de cal son:

- La reacción de la cal puede hacerse más rápida cuando se cuenta con un sistema de encalado con sacarato. Las reacciones de sacarato en jugo o meladura son aún más rápidas y permiten un mejor clarificado.
- La presencia de sacarato produce un incremento apreciable en la solubilidad de la cal, que puede multiplicarse hasta 100 veces. La solubilidad de la cal en jugo incrementa con su contenido de sacarosa y decrece a medida que la temperatura aumenta. Se tiene un mejor control del pH
- Produce mejor porosidad en la torta de filtros

A continuación se presenta las posibles formaciones en la preparación de sacarato (Chen, 2009):

$$C_{12}H_{22}O_{11} + Ca(OH)_2 \rightarrow C_{12}H_{20}O_{11}Ca + 2H_2O \qquad \text{Ec. 3.3}$$

$$C_{12}H_{20}O_{11}Ca + Ca(OH)_2\ o\ CaO + H_2O \rightarrow C_{12}H_{22}O_{11}.2CaO \qquad \text{Ec. 3.4}$$

$$C_{12}H_{22}O_{11}.2CaO \xrightarrow{58-85℃} \tfrac{1}{3}C_{12}H_{20}O_{11} + \tfrac{2}{3}C_{12}H_{20}O_{11}.3CaO \downarrow \qquad \text{Ec. 3.5}$$

$$\tfrac{2}{3}C_{12}H_{20}O_{11}.3CaO \downarrow + \frac{2}{3}H_2O \xrightarrow{>90℃\ o\ exceso\ de\ Ca(OH)_2} \tfrac{2}{3}C_{12}H_{20}O_{11}.Ca + \tfrac{4}{3}Ca(OH)_2 \qquad \text{Ec.3.6}$$

Floculante, preparación

Por lo general un buen agente floculador mejora la floculación, aumenta la velocidad de decantación, reduce el volumen de cachaza, disminuye el pol en la torta y lo más importante, aumenta la transparencia. (Chen, 2009).

Los tipos de floculante normalmente usados en la industria azucarera son las *poliacrilamidas aniónicas*. Estos polímeros se ven afectados en su función por: el tiempo de agitación de la solución madre, pH de la solución, influencia del precipitado de P_2O_5, y la concentracion de calcio (Chen, 2009).

1. **Calidad del agua usada para la preparación del floculante** (Rod Stendl, 2011)

El agua que se usa para relleno y dilución del floculante en polvo debe ser:

- Agua de más alta calidad disponible, libre de sólidos en suspensión y sales inorgánicas (los condensados enfriados de los evaporadores son los mejores.)

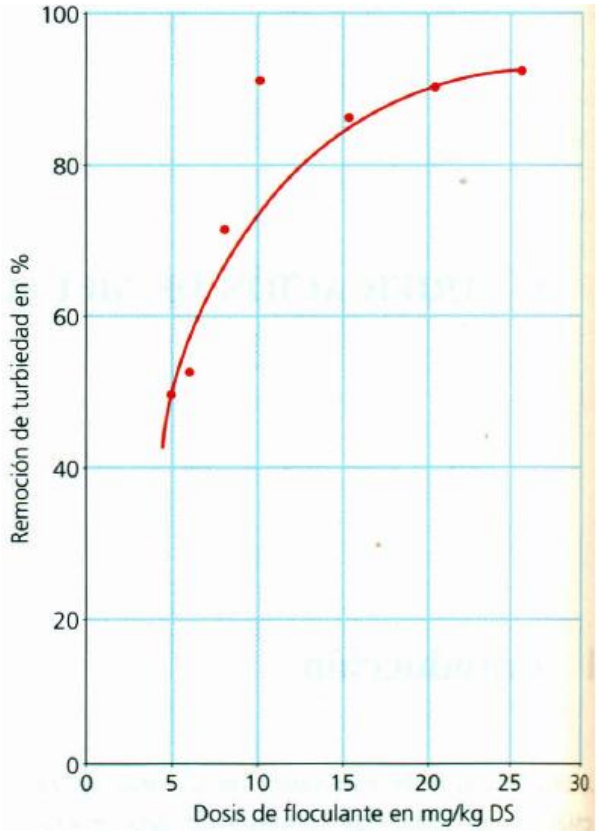
- Temperatura que puede variar entre 40 y 50ºC. Para la preparación del floculante se combina agua caliente y fría, con el fin de mantener esa temperatura.

- Debe tener un pH de 8 o ligeramente mayor a esto. Por lo que en muchos casos se le adiciona soda caustica en el tanque de mezcla, antes de añadir el polvo floculante.

El tiempo óptimo de mezclado es de 3 o 4 horas, lo que permite que la molécula de floculante se hidrate totalmente y extienda en toda su longitud entes de ser usada o transferida a algún tanque de almacenamiento.

Al floculante debe añadirse como solución diluida para ayudar a su dispersión en el medio. La solución madre es diluida en un tanque a 0.2% y luego en otro a 0.04 o 0.05%. Esta dilución final del agente floculante es debido a que si la solución dosificadora es más concentrada, su alta viscosidad puede afectar su buena dispersión en el material y los efectos beneficiosos del floculante se verán disminuidos (Gómez R. C., 2010). En la *figura 3.2* se muestra la remoción de turbiedad lograda al variar la dosificación en ppm de floculante.

Figura 3.2. Remoción de Turbiedad según la dosis de floculante



Fuente: Peter Rein, 2012.
Ingeniería de la caña de azúcar

Con la adición de los insumos químicos y su correspondiente reacción, se forman algunos productos (micro-grumos) como fosfato tricalcico con los sólidos insolubles en suspensión en la meladura (Gómez R. C., 2010). Con los micros-grumos formados se hace la adición de floculante e inyección de aire, induciendo luego a la macro-floculación. En la *figura 3.3* puede verse como se lleva a cabo la formación de micro y macro-grumos.

Figura 3.3 Posible formación de micro-grumos y macro-grumos en el proceso de clarificación de meladura.

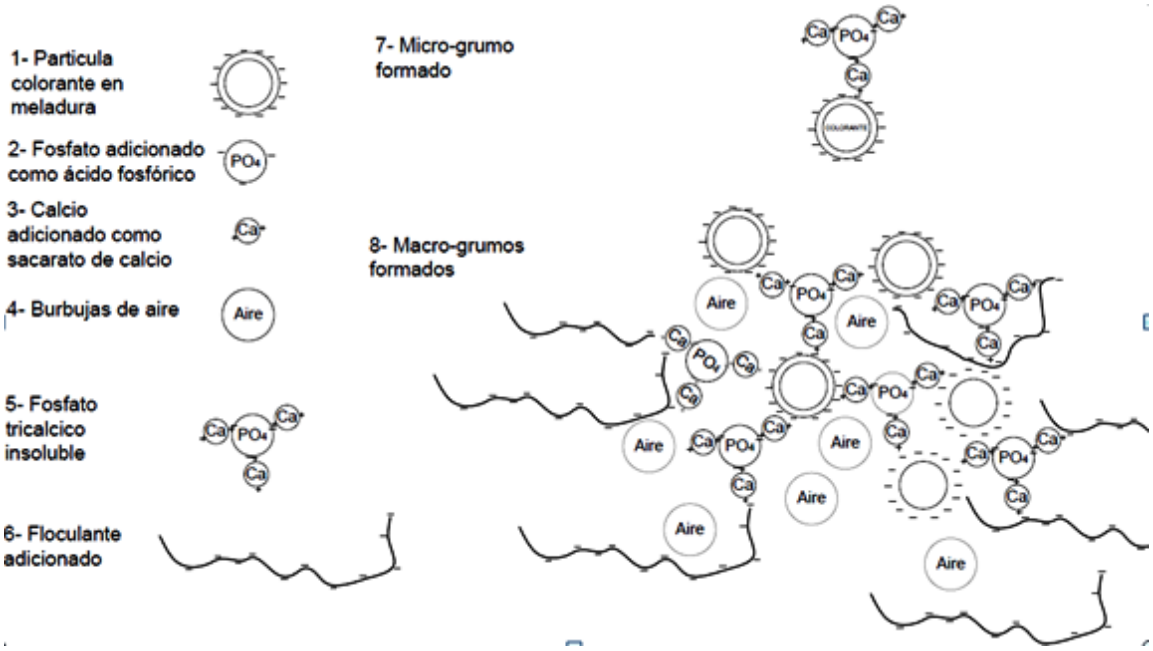
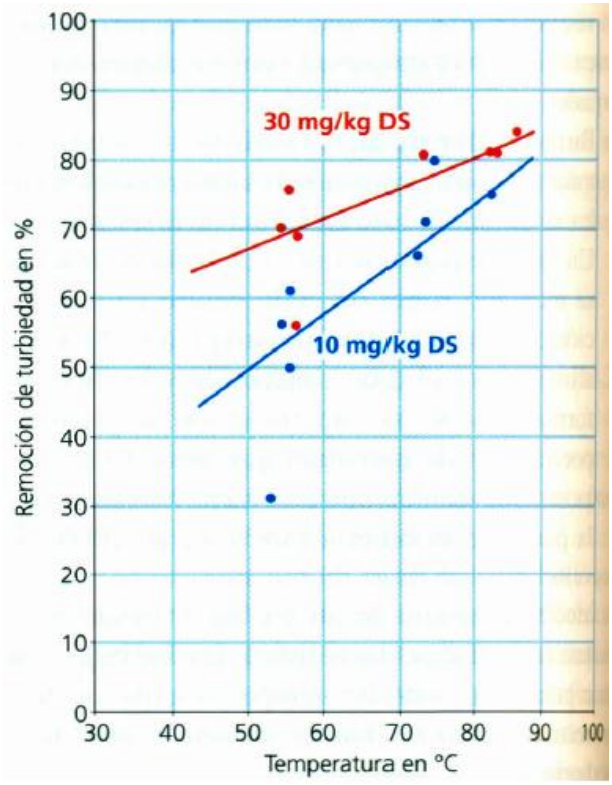


Figura 3.4 Efecto de la temperatura y la dosis de floculante sobre la remoción de turbiedad.



Fuente: Peter Rein, 2012. Ingeniería de la caña de azúcar

A como se vio en la *figura 3.1* la mejor remoción de turbiedad se logra con una temperatura de entre 80 a 88. Y en la *figura 3.2* se observó que la mayor remoción es lograda por encima de una dosis de floculante de 25 ppm. Pero en la *figura 3.4* se muestra el efecto de la temperatura y la dosis de floculante sobre la remoción de turbiedad, el cual se refleja que la temperatura tiene un efecto muy significativo, y aunque los mejores resultados con la dosis se obtuvieron con la aplicación de 30 en lugar de 10 mg floculante/kg DS, esta diferencia desaparece a mayor temperatura. Por los que la dosis puede tomarse en 10 ppm con una temperatura de 80 a 88 para lograr una buena remoción de turbiedad de por encima de 75% según lo muestra la *figura 3.4*.

3.4 Especificaciones de la Meladura Clarificada

Son las siguientes (Peñaranda J., 2012):

- pH entre 6.3 y 6.5.
- Fosfatos residuales: máximo 12 ppm en base a meladura.
- Color: Entre 7000 y 9.000. Promedio: 8000 m.a.u. ICUMSA IV.
- Turbiedad: Entre 1300 y 1.700 m.a.u. Promedio: 1000.0 ICUMSA IV.

3.5 Diseño de experimento por el método de superficie de respuesta

La metodología de superficies de respuesta, o MSR, es una colección de técnicas matemáticas y estadísticas útiles en el modelado y el análisis de problemas en los que una respuesta de interés recibe la influencia de diversas variables y donde el objetivo es optimizar esta respuesta (Montgomery C.D. 2004).

Los métodos de superficie de respuesta se pueden utilizar para (Coautores de MINITAB):

- Hallar la configuración de factores (condiciones operativas) que produzca la "mejor" respuesta.
- Hallar la configuración de factores que satisfaga las especificaciones operativas o de proceso.
- Identificar nuevas condiciones operativas que produzcan una mejora comprobada en la calidad del producto en comparación con la calidad alcanzada con las condiciones actuales.
- Modelar una relación entre los factores cuantitativos y la respuesta

En pocas palabras la idea del uso de la metodología de respuesta (MSR), es la de llegar a la mejor combinación optima de factores y sus niveles de manera que se logre optimizar la respuesta (González D. et al. 2008).

Método de Box Behnken

Un diseño de Box-Behnken es un diseño de tres niveles, que se usa cuando se ejecutan experimentos no secuenciales. Es decir, usted planifica ejecutar el experimento una vez. En virtud de que los diseños de Box-Behnken tienen menos puntos de diseño , la aplicación de este tipo de diseños podría resultar menos costosa que ejecutar otro tipo de diseño.

Entre las funciones clave de este diseño se incluyen que:

- Permite la estimación eficiente de términos cuadráticos en un modelo de regresión

- Es muy útil si usted conoce la zona de operación segura de su proceso. Todos los puntos de diseño se sitúan dentro de los límites operativos (dentro de los niveles alto y bajo nominales) del proceso.

IV. METODOLOGIA

A continuación se presenta la metodología usada durante la realización del trabajo de investigación en la cual se describe el material de estudio y los diferentes procedimientos que fueron utilizados para lograr cumplir con los objetivos propuestos.

4.1. Método de investigación

La investigación consistió en un estudio experimental a escala de laboratorio para determinar la influencia de la dosis de ácido fosfórico, pH de alcalización (la combinación de estos es conocida como coagulación), dosis de floculante y temperatura en el proceso de clarificación de meladura cruda. Para alcanzar esto se diseñó una matriz experimental con la ayuda del programa estadístico MINITAB 16. El material principal que se utilizó para los experimento fue meladura cruda, al cual se le dosificaron los insumos químicos: ácido fosfórico, sacarato de calcio y floculante además se manipuló la temperatura.

4.2 Universo

El universo es todo el flujo de meladura cruda entrando al proceso de clarificación de meladura que estuvo en promedio entre 120 a 150 m^3/h. La investigación fue realizada en el periodo de zafra 2012-2013, durante el cual se observó que la remoción de turbidez en la meladura cruda estaba por debajo de lo deseado. *Ver tabla 1 del anexo 1 en la página 47.*

4.3 Tipo de investigación

Debido al alcance de la investigación y a su naturaleza, la investigación es aplicada ya que se analizaron la incidencia de cada uno de los insumos químicos aplicados y el parámetro temperatura sobre la variable de estudio en este caso la remoción de turbidez en la meladura cruda.

4.4 Muestra

El tipo de muestreo que se implemento fue un muestreo aleatorio simple, el cual consistió en muestras de meladura cruda extraídas de los toma muestras de los meladores en el área de evaporación. Se recolectaba una sola muestra en un recipiente de 5 litros para posteriormente en el laboratorio dividirla en 2 o 3 muestras a tratar experimentalmente.

En la *figura 1 del anexos 2, página 52,* se muestra la fotografía de los tomas muestra de meladura cruda a procesar en el laboratorio.

4.5 Área de trabajo

Las corridas experimentales fueron realizadas en el laboratorio industrial de fábrica en SER-San Antonio que está ubicado del portón de Chichigalpa, 5 km al

sur, Chichigalpa, Chinandega, Nicaragua; en éste se realizaron las diferentes pruebas experimentales, ya que contaba con los equipos e instrumentos necesarios para llevar a cabo la investigación.

4.6 Selección de los factores

De acuerdo a las referencias consultadas, los insumos químicos aplicados al proceso tienen una característica específica y la cual modifica de una forma diferente la composición físico-química de la meladura para su correspondiente clarificación. Los expertos en el tema muestran que algunos insumos químicos y parámetros del proceso logran efectuar una eficiente remoción de turbidez. En la *tabla 4.1* se muestran todos los factores que inciden en el proceso de clarificación de meladura cruda.

Tabla 4.1 Factores que inciden en el proceso de clarificación de meladura

N°	Factores	Se mide
1	Flujo de alimentación	Gpm
2	Dosis de ácido fosfórico	Concentracion
3	alcalización	pH
4	Temperatura	°C
5	Dosis de floculante	concentracion
6	Tiempo de flotación	minutos

De los factores mostrados en la *tabla 4.1* los que no se manipularon en el laboratorio fueron:

1. *El flujo de alimentación*, debido a que el proceso realizado fue tipo Batch, es decir que el volumen de meladura a tratar se manejó constante.

2. *El tiempo de separación de espuma y meladura clara o velocidad en la aireación,* ya que la separación de partículas durante la clarificación, sea por sedimentación o por flotación, está determinado por la velocidad terminal de las partículas, Rein P (2012). este factor se fijó en un solo nivel (entre 20 y 25 min) según lo recomienda el experto antes citado, además no se contaba con el equipo de laboratorio para realizar la operación adecuada de aireación y lograr realizar la medición; por lo cual se excluye y se toma como un valor constante.

En general el número de factores a considerar es de 4 y alrededor de estos se realizó el diseño de la matriz experimental.

4.7 Identificación de los niveles para cada factor

Según E. Hugot (1986), la cantidad de ***ácido fosfórico*** necesaria varía de acuerdo con la variedad de la caña y las circunstancia, pero en general se calcula que son necesarios por lo menos 300 mg de ácido fosfórico por litro de jugo (300

ppm), hay variedades de caña que presentan menos de esto por lo que hay que realizar análisis y compensar lo faltante. Estas cantidades están dadas en P_2O_5. Para la meladura experimentalmente se ha determinado que por lo menos se necesitan 350 ppm en base al brix o solidos disuelto (SD), y esto es adoptado por San Antonio. Por tal razón se definieron el nivel bajo en 300 ppm y el nivel alto en 400 ppm, con un nivel medio de 350 ppm. El volumen de ácido a dosificar varía según el brix de la meladura. *Ver tabla 2 del anexo 1 en la página 48.*

Para definir los niveles de ***pH*** se considera que no exista perdida por inversión acida de sacarosa, y según las citas bibliográficas estas se logra al alcanzar un pH entre 6.8 a 7.4 para obtener un pH final en meladura clarificada entre 6.5 a 6.8. Por tal razón el nivel bajo se define en 6.8 y el nivel alto en 7.2 con un nivel medio de 7.

Según la experiencia con el ***floculante*** (*ver figura 3.2 en la página 17*), se alcanza una remoción de turbidez por encima del 40% con dosis de 5 ppm de floculante base brix en meladura y con 20 ppm se remueve un 90 % de la turbidez. Por lo anterior dicho y tomando en cuenta que se debe mantener la dosis usada en el proceso real de clarificación (el cual es de 10 ppm base SD) se decidió trabajar el nivel bajo en 8 ppm y el nivel alto en 12 ppm, con su valor medio en 10 ppm base brix o solidos disueltos (SD). *Ver tabla 2 del anexo 1 en la página 48.*

En la *figura 3.1 de la página 13,* se puede apreciar el efecto de la ***temperatura*** sobre la remoción de turbidez en la meladura. La temperatura ideal para la clarificación de meladura se encuentra entre los 80ºC a 85ºC para lograr remoción de turbidez entre 80 y 85%. En este valor se evitan los problemas de inversión y destrucción térmica de sacarosa. Es importante tener cuidado en la manera en que se maneja esta variable ya que un descenso de temperatura generaría cambios principalmente de floculación, ya que la formación de flóculos seria incompleta ya que la reacción de la cal con los fosfatos presentes depende de la temperatura a la que se somete la meladura alcalizada. Cuando la temperatura está por debajo del punto de ebullición, la meladura clarificada estará parcialmente sedimentada y por tanto turbia. (Gómez R. C., 2010). Debido a lo anteriormente expuesto se decidió dejar el nivel bajo de temperatura en 80 °C y el nivel alto en 88 °C, con un nivel medio de 84 °C.

Todo lo antes expuesto sobre los niveles que se escogieron para cada factor se resume en la *tabla 4.2*.

Tabla 4.2 Factores y sus respectivos niveles a experimentar

N°	Factor Independiente	N° de niveles		Niveles	
			bajo	intermedio	alto
1	Dosis de Acido, P_2O_5, *ppm*	3	300	350	400
2	Dosis de Floculante, *ppm*	3	8	10	12
3	Temperatura, °*C*	3	80	84	88
4	pH final	3	6.8	7.0	7.2

La combinación y aleatoriedad de las corridas se presentan en la *tabla 3 del anexo 1, en la página 49.*

4.8 Desarrollo de la matriz experimental

Para toda investigación experimental el o los experimentos a realizar deben ser lo más simple que se pueda; su implementación debe ser sencilla pero eficaz y eficiente para tener seguridad en la confiabilidad de los datos o resultados generados por el mismo. Las características de las que se habla se encuentran en los diseños experimentales que usan el método de superficies de respuesta, o MSR, que es útil en el análisis de problemas en los que una respuesta de interés recibe la influencia de diversas variables y donde el objetivo es optimizar esta respuesta. Para la creación de la matriz de experimentos se usó el programa estadístico MINITAB 16. El tipo de experimento que se aplico fue un diseño de superficie de respuesta como se muestra en la *figura 4.1*, ya que este permite encontrar la mejor configuración de factores que produzca la "mejor" respuesta. Se introdujo también al programa los 4 factores y sus respectivos niveles a manipular y la cantidad de réplicas por corrida experimental. Para este caso específico el número de réplica se decidió hacerse en una, debido a:

- El largo tiempo para la experimentación.
- La disposición de los equipos de medición en el laboratorio, lo cual llevaba bastante tiempo una corrida porque tenía que estar esperando a que cualquier analista leyera los resultados que necesitaba en cada uno de los equipos a utilizar en los experimentos, pues no se me permitía la manipulación de estos.
- Instrucción del asesor en la empresa.

.
En la *figura 4.2* se muestra lo anteriormente descrito. A continuación se muestra que MINITAB 16 resume el Diseño de Box-Behnken en:

Factores:	4	Réplicas:	1
Corridas base:	27	Total de corridas:	27
Bloques base:	1	Total de bloques:	1

Puntos centrales: 3
Los grados de libertad que se obtiene es: 26

Figura 4.1 Ventana de MINITAB 16 para crear el diseño de Superficie de Respuesta

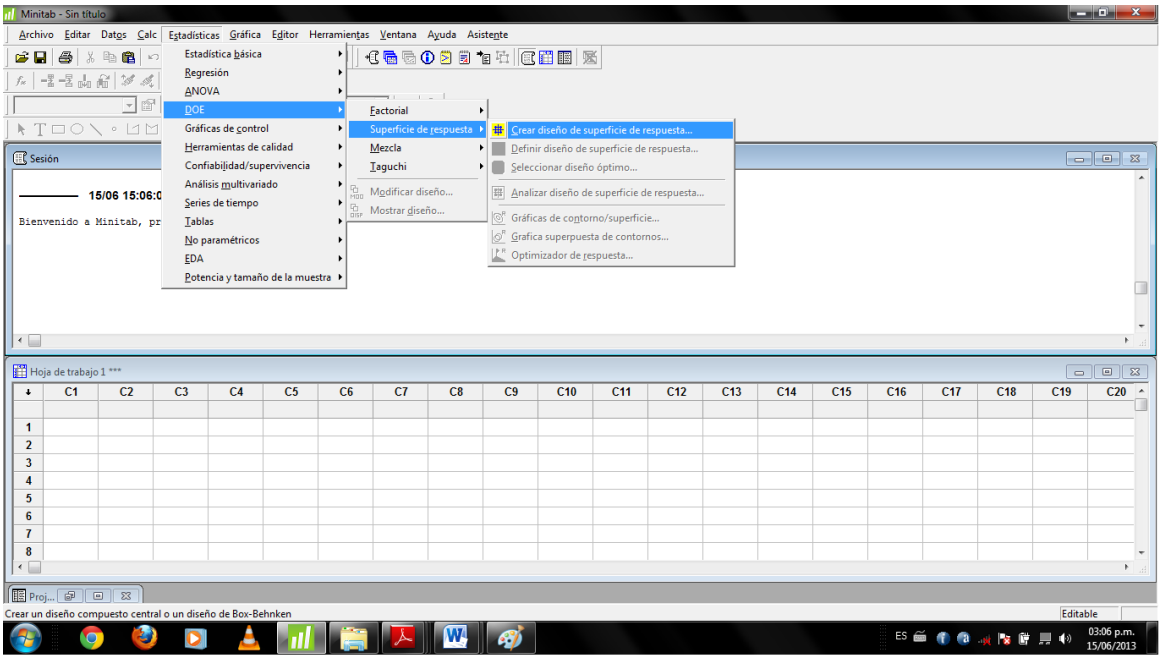
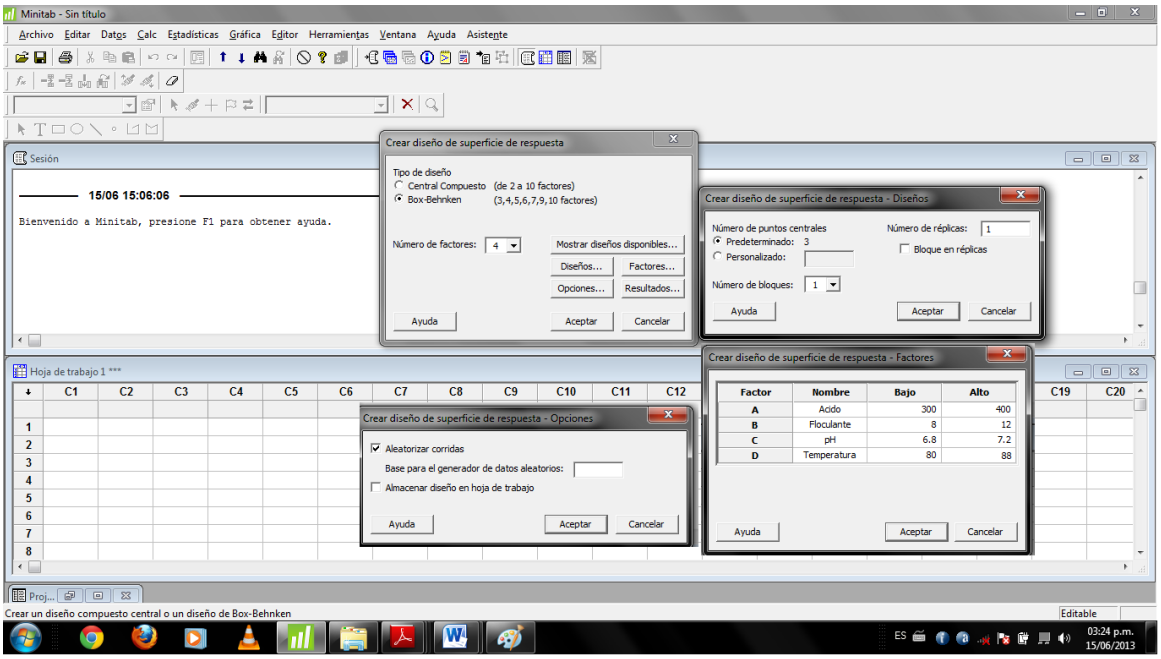


Figura 4.2 Ventanas de MINITAB 16 para seleccionar el tipo de diseño, la cantidad de factores, niveles y réplicas del Diseño de Superficie de Respuesta.



4.9 procedimiento usado en el laboratorio para el tratamiento experimental de la muestra

1. Se recolectó 200 mL de Floculante Midland PCS 3173 con una concentracion de 0.05%. del tanque de preparación de floculante. *Ver figura 3 del anexo 2 en la página 53.*
2. Se recolectó 200 mL de ácido fosfórico concentrado a 85% del tanque de ácido fosfórico mostrado en la *figura 4 del anexo 2 en la página 54*.
3. Se colecto 200mL de sacarato de calcio para meladura con una concentracion de 12 o 15 °Bé según CaO en el sacarato. Este fue tomado del tanque de preparación de sacarato mostrado en la *figura 2 del anexo 2 en la página 53.*
4. Se recolecto 5 litros de meladura cruda de los toma muestra mostrados en la *figura 1 del anexo 2 en la página 52.*
5. Se colocó 1 000 mL de meladura cruda en un beaker de vidrio de 1000 mL.
6. Se midió el Brix de la meladura cruda, que debe estar entre 63 y 68%, en caso de que sea mayor se ajusta agregándole agua hasta llegar al rango.
7. Se midió la Turbidez de la meladura cruda.
8. Se midió el pH de la meladura cruda.
9. Se dosificó la concentracion en ppm de ácido fosfórico base sólidos en meladura según se especifica en el diseño de experimento.
10. Se ajustó el pH de la meladura con sacarato de calcio según el diseño de experimento.
11. Se calentó la meladura hasta las temperaturas de experimentación en una plancha de calentamiento como la mostrada en la *figura 5 del anexo 2 en la página 54.*
12. Mientras se calentó, se colocó la dosis de floculante según la concentracion en ppm base sólidos en meladura en otro beaker de 1000 mL para quedar en espera para su uso posterior.
13. Una vez alcanzada la temperatura se transfirió la meladura a un recipiente plástico de 5 litros y con ayuda de otro de la misma capacidad se trasladaba la meladura caliente de un recipiente a otro por aproximadamente 10 segundos con el fin de incorporar aire a la meladura buscando saturarla.
14. Luego se transfirió la meladura al beaker que contenía la dosis de floculante.
15. Se agito suavemente por 30 segundos, y se dejó en reposo por 25 minutos.
16. Después del reposo, la separación entre la espuma y el líquido se ha completado y se puede proceder a tomar muestra de líquido clarificado para el análisis.
17. Se tomó cuidadosamente sin crear turbulencia en el recipiente una muestra de la fase clarificada con una pipeta.
18. Por último se medió la turbidez de la meladura clarificada.

Los materiales para llevar a cabo los experimentos en el laboratorio se pueden observar en la *figura 4.3*.

Figura 4.3 Materiales usados para realizar las corridas experimentales en las muestras de meladura

4.9.1 Medición de Brix

La medición del brix se realizó según el método refractométrico, usando un equipo conocido como refractómetro, de allí que la lectura resultante es llamada brix refractométrico. Puede verse el equipo en la *figura 4.4*.

El procedimiento a seguir para la medición es el siguiente:

Nota: la limpieza del prisma del refractómetro es indispensable para una buena lectura, por lo general basta hacerlo con un paño suave, limpio y humedecido con agua destilada.

1. Encender el refractómetro y esperar el mensaje **READY**.
2. Limpiar el refractómetro.
3. Agregar agua destilada y oprima **STAR**, debe de darle un resultado de cero brix, ya que es agua destilada lo que está utilizando, si no le da cero volver a limpiar.
4. Colocar en la unidad óptica del refractómetro la cantidad de muestra necesaria para tomar lectura y oprima **STAR**.
5. Leer el brix indicado de refractómetro.

Figura 4.4 Refractómetro marca ATAGO, modelo RX-5 000Cx, para medición de brix en la solución azucarada

4.9.2 Medición de pH

La medición del pH se realizó con un pH-metro. Tal medición se hace por el método potenciométrico, donde los electrodos son estandarizados con disoluciones taponadas, lavados con agua destilada e introducidos en la solución de azúcar. El aparato debe de ser un medidor capaz de registrar una resolución de ±0.01 unidades de pH. La medición se debe de tomar con agitación magnética. En la *figura 4.5* se muestran la imagen del pH-metro utilizado.

El procedimiento a seguir es el siguiente:

1. Chequear diariamente y ajustar el pH-metro con una solución buffer estándar.
2. Enfriar la muestra a temperatura ambiente.
3. Lavar los electrodos y el recipiente con una porción de la muestra a analizar.
4. Llenar el beaker hasta cubrir el bulbo de los electrodos.
5. Ajustar el dial a la temperatura de la muestra. Presión el botón de lectura.
6. Esperar hasta que estabilice el pH-metro.
7. Leer el pH-metro. Presione **STAND-BY**.
8. Lavar los electrodos con agua destilada.

Figura 4.5 pH-metro marca METTLER TOLEDO modelo Seven-easy, para lecturas de pH en solución azucarada

4.9.3 Medición de la turbiedad

La medición se realizó con el espectrofotómetro mostrado en la *figura 4.6*.

El procedimiento a seguir para la medición se encuentra en el Manual de Métodos, *método GS2/3-18(2007)*. Este es a como se detalla a continuación:

1. Tomar 7.0 mL de meladura en un balón volumétrico de 100 mL. Completar el volumen con agua destilada.
2. Ajustar el pH de la solución a 7.0±0.2, usando las soluciones de ácido clorhídrico y/o hidróxido de sodio a 0.1 N. Medir el brix refractométrico, el cual debe estar entre 5 y 6 pero no bajarse de 5 ni llegar a 6, de cualquier forma se ajusta adicionándole meladura o agua según sea el caso. Registrar los resultados de mediciones.
3. Se separa 50 mL de meladura.
4. Se realiza medición de absorbancia (420 nm) a una de los 50 mL de muestra y se registra resultado, este será la absorbancia de la solución sin filtrar. Y se realiza el cálculo según la ecuación 4.1 para hallar el color de la solución sin filtrar. Se registra el valor.
5. La otra mitad se filtra a través de la membrana de 0.45 micrones y permitir que desaloje el aire ocluido. Esto se realiza rápidamente con una bomba de vacío como la mostrada en la *figura 6 del anexo 2 en la página 55.*

6. Se realiza la medición de absorbancia (420 nm) de la solución filtrada y se registra el resultado. Y se realiza el cálculo según la *ecuación 4.1* para hallar el color de la solución filtrada. Se registra el valor.
7. Se aplica *ecuación 4.3* para la determinación de la turbidez de la solución.

Resultado: Calcular el color o índice de absorbancia o índice de atenuación como:

$$color\ ICUMSA = color\ IU = S = \frac{A_s}{b*c} * 1000 \qquad \text{Ec. 4.1}$$

Donde A_s es la lectura de absorbancia, b, es la longitud de la celda y:

$$c = \frac{concentración\left(^{g}/_{cm^3}\right) = \%solidos * densidad}{100} \qquad \text{Ec. 4.2}$$

Para ello se usa la densidad de la *tabla 4 del anexo 1 en la página 50.* La cual fue obtenida del manual de métodos ICUMSA (2007)

$$Turbidez = color\ no\ filtrado - color\ filtrado \qquad \text{Ec. 4.3}$$

Figura 4.6 Espectrofotómetro marca CECIL, modelo CE7200-serie 7000, para lecturas de absorbancia en las soluciones azucaradas

V. RESULTADOS Y ANALISIS DE RESULTADOS

5.1 Introducción

Para realizar el análisis de la remoción de turbidez en la meladura cruda, se efectuaron experimentos utilizando los procedimientos, materiales y equipos descrito en la sección IV. Los datos experimentales obtenidos fueron procesados en MINITAB 16 para analizar la incidencia de la dosis de ácido fosfórico, pH de alcalización, dosis de floculante y la temperatura sobre la remoción de turbidez de meladura en el proceso de clarificación de meladura cruda a nivel de laboratorio. Los resultados y análisis de la investigación son mostrados a continuación.

5.2 Matriz experimental implementada en la investigación

La matriz experimental utilizada para la investigación muestra los detalles de los 27 experimentos realizados, en ella se presentan los 4 factores con sus interacciones y niveles acordados a evaluar en la experimentación, los cuales además de basarse en la teoría, principalmente se establecieron debido a que están dentro de las condiciones establecidas en la operación del proceso real. Los factores y niveles evaluados según se refirió en el acápite 4.6 y 4.7 fueron tomados en cuenta mediante un análisis de comparativo del proceso real de clarificación de meladura y lo establecido en la teoría relacionada al tema de estudio; se encontró que tenían concordancia entre lo teórico y lo práctico.

5.3 Resultados del proceso de clarificación de meladura cruda realizado en el laboratorio

Para encontrar la variable de respuesta, se tuvieron que realizar las corridas experimentales para la determinación de brix, pH, color y turbidez tanto en la meladura cruda como en la clarificada según como se indicó en el acápite 4.9, 4.9.1, 4.9.2 y 4.9.3; tales resultados experimentales se utilizaron para encontrar la remoción de turbidez tal y como se observa en la *tabla 5.1*.

El resultado general obtenidos de forma experimental en el laboratorio y usando tratamientos aleatorios se muestran en la *tabla 5.2*. Según la variable de respuesta se logra observar en la tabla que los insumos químicos aplicados y la temperatura influyen positivamente en el proceso remoción de turbidez; lo que indica que bajo las condiciones establecidas en el laboratorio para realizar los experimentos, estos brindan resultados satisfactorios para analizar la incidencia de los diferente factores en el proceso de clarificación de meladura cruda a escala del laboratorio. De las 27 corridas experimentales realizadas en el laboratorio 15 de ellas presentan remociones de turbidez por encima del 20 %, 12 corridas están por encima del 30% y únicamente 9 datos según la *tabla 5.3* están por encima del 40% de remoción de turbidez.

Tabla 5.1 Resultados específicos de las corridas experimentales en laboratorio

Número	MELADURA CRUDA									Corridas Experimentales				MELADURA CLARIFICADA								% Remoción Turbidez
	% Brix	pH	Absorbancia		% Brix		Color		Turbidez	Dosis acido ppm	Dosis Floculante ppm	Temperatura °C	pH	% Brix	pH	Absorbancia		% Brix		Color		Turbidez	
			Sin filtrar	Filtrado	Sin filtrar	Filtrado	Sin filtrar	Filtrado								Sin filtrar	Filtrado	Sin filtrar	Filtrado	Sin filtrar	Filtrado		
1	63.09%	6.44	1.194	0.814	5.53%	5.42%	21,287.51	14,787.15	6,500.36	350	12	84	7.20	63.15%	7.02	1.084	0.960	5.56%	5.56%	19,326.35	17,115.59	2,210.76	65.99%
2	63.04%	6.05	1.234	0.826	5.72%	5.53%	21,212.04	14,726.54	6,485.50	350	10	80	6.80	63.26%	6.63	0.967	0.863	5.60%	5.60%	17,240.39	15,386.20	1,854.19	71.41%
3	64.30%	6.02	1.242	0.922	5.96%	5.97%	20,609.63	15,299.58	5,310.05	300	12	84	7.00	66.67%	6.91	1.14	0.985	5.91%	5.90%	18,917.06	16,633.35	2,283.71	56.99%
4	64.80%	6.49	1.142	0.846	5.92%	5.91%	18,950.24	14,038.45	4,911.80	300	8	84	7.00	66.92%	6.94	1.088	0.921	5.97%	5.93%	18,054.17	15,282.99	2,771.18	43.58%
5	64.18%	6.05	1.33	0.987	5.65%	5.64%	23,279.64	17,275.95	6,003.70	350	10	84	7.00	64.33%	7.09	1.092	0.97	5.71%	5.66%	18,771.11	16,978.39	1,792.72	70.14%
6	66.14%	6.3	1.398	1.02	5.85%	5.86%	23,607.53	17,224.38	6,383.15	400	10	88	7.00	66.58%	7.01	1.19	1.026	5.97%	5.93%	19,746.75	17,025.35	2,721.40	57.37%
7	63.00%	5.76	1.57	1.272	5.49%	5.52%	28,520.67	22,678.15	5,842.51	300	10	84	7.20	63.22%	7.11	1.74	1.48	5.62%	5.57%	30,456.07	26,386.53	4,069.54	30.35%
8	63.33%	6.04	1.748	1.424	5.67%	5.67%	30,596.10	24,924.97	5,671.13	300	10	84	6.80	64.17%	7.03	1.588	1.446	5.81%	5.75%	26,816.00	24,856.25	1,959.75	65.44%
9	64.37%	6.03	1.27	0.904	5.87%	5.82%	21,446.04	15,265.53	6,180.51	400	10	84	7.20	66.67%	7.09	1.186	0.968	5.96%	5.87%	19,680.38	16,346.27	3,334.10	46.05%
10	65.84%	6.3	1.404	1.094	5.72%	5.71%	24,134.28	18,805.49	5,328.79	350	10	80	7.20	64.48%	7.15	1.391	1.098	5.71%	5.68%	23,910.81	19,218.83	4,691.98	11.95%
11	67.17%	6.31	1.404	0.948	5.75%	5.72%	24,134.28	16,295.80	7,838.48	300	10	80	7.00	69.44%	6.86	1.336	0.957	5.67%	5.64%	23,384.66	16,750.84	6,633.82	15.37%
12	66.68%	6.36	1.338	0.932	5.83%	5.78%	22,594.33	16,020.76	6,573.57	350	8	84	6.80	67.53%	6.53	1.317	0.962	5.62%	5.59%	23,052.10	17,151.24	5,900.85	10.23%
13	67.10%	6.38	1.362	1.044	5.56%	5.50%	24,282.74	18,965.33	5,317.40	300	10	88	7.00	67.81%	6.72	1.386	1.126	5.60%	5.62%	24,710.63	19,708.93	5,001.70	5.94%
14	66.32%	5.72	1.588	1.014	5.64%	5.64%	27,795.54	17,748.54	10,047.00	350	10	84	7.00	67.49%	6.77	1.556	1.102	5.77%	5.82%	26,747.11	18,609.09	8,138.02	19.00%
15	65.11%	5.74	1.588	1.034	5.90%	5.97%	26,816.00	17,158.10	9,657.89	350	12	84	6.80	68.90%	6.44	1.56	1.168	5.62%	5.73%	27,305.45	20,077.52	7,227.93	25.16%
16	64.99%	5.88	1.588	1.32	5.83%	5.93%	26,816.00	21,903.96	4,912.04	350	10	88	6.80	66.57%	6.59	1.646	1.428	5.89%	5.92%	27,795.42	23,696.10	4,099.32	16.55%
17	67.55%	5.92	1.54	1.288	5.75%	5.76%	26,472.07	22,140.28	4,331.79	350	12	80	7.00	67.41%	6.76	1.526	1.378	5.79%	5.88%	26,231.42	23,269.80	2,961.62	31.63%
18	65.58%	6.35	1.478	1.142	5.83%	5.79%	24,958.46	19,630.59	5,327.88	400	10	84	6.80	70.68%	6.52	1.376	1.138	5.80%	5.77%	23,652.97	19,561.83	4,091.14	23.21%
19	63.07%	5.72	1.512	0.946	5.60%	5.64%	26,957.05	16,558.30	10,398.75	350	8	84	7.20	66.92%	7.1	1.65	1.136	5.68%	5.74%	28,880.76	19,527.45	9,353.31	10.05%
20	63.96%	5.73	2.195	1.824	5.14%	5.12%	42,269.71	35,125.26	7,144.45	350	10	84	7.00	64.71%	6.85	2.155	1.932	5.27%	5.26%	40,685.39	36,475.26	4,210.14	41.07%
21	65.47%	5.94	1.406	1.174	5.21%	5.26%	26,544.62	22,164.57	4,380.05	350	8	88	7.00	64.05%	6.73	1.522	1.342	5.64%	5.71%	26,640.31	23,068.52	3,571.79	18.45%
22	65.63%	6.02	1.434	1.194	5.59%	5.60%	25,566.41	21,287.51	4,278.90	350	12	88	7.00	69.14%	6.75	1.412	1.228	5.54%	5.51%	25,174.18	21,893.69	3,280.49	23.33%
23	64.02%	6.15	1.26	0.946	5.69%	5.70%	22,054.40	16,558.30	5,496.10	400	8	84	7.00	67.39%	6.54	1.232	1.012	5.81%	5.81%	20,804.35	17,089.29	3,715.06	32.41%
24	65.61%	6.01	1.4	1.156	5.50%	5.47%	25,432.44	20,999.93	4,432.51	350	8	80	7.00	65.94%	6.82	1.462	1.236	5.55%	5.52%	26,065.61	22,036.32	4,029.29	9.10%
25	65.34%	6.03	1.426	1.176	5.54%	5.49%	25,423.78	21,363.25	4,060.53	400	10	80	7.00	67.69%	6.83	1.48	1.264	5.71%	5.71%	25,440.69	21,727.73	3,712.97	8.56%
26	66.80%	6	1.25	0.902	5.69%	5.77%	21,879.36	15,505.07	6,374.29	350	10	88	7.20	67.61%	7.03	1.286	0.942	5.63%	5.58%	22,509.49	16,794.67	5,714.82	10.35%
27	67.34%	5.66	2.432	2.028	5.64%	5.66%	42,568.49	35,497.08	7,071.41	400	12	84	7.00	68.90%	6.91	2.528	2.146	5.83%	5.81%	42,689.44	36,238.74	6,450.70	8.78%

Tabla 5.2 Matriz experimental con los resultados obtenidos en el laboratorio

OrdenEst	OrdenCorrida	TipoPt	Bloques	Acido, ppm	Floculante, ppm	Temperatura, °C	pH	Remoción de Turbidez
24	1	2	1	350	12	84	7.2	65.99%
5	2	2	1	350	10	80	6.8	71.41%
3	3	2	1	300	12	84	7	56.99%
1	4	2	1	300	8	84	7	43.58%
26	5	0	1	350	10	84	7	70.14%
20	6	2	1	400	10	88	7	57.37%
11	7	2	1	300	10	84	7.2	30.35%
9	8	2	1	300	10	84	6.8	65.44%
12	9	2	1	400	10	84	7.2	46.05%
7	10	2	1	350	10	80	7.2	11.95%
17	11	2	1	300	10	80	7	15.37%
21	12	2	1	350	8	84	6.8	10.23%
19	13	2	1	300	10	88	7	5.94%
25	14	0	1	350	10	84	7	19.00%
22	15	2	1	350	12	84	6.8	25.16%
6	16	2	1	350	10	88	6.8	16.55%
14	17	2	1	350	12	80	7	31.63%
10	18	2	1	400	10	84	6.8	23.21%
23	19	2	1	350	8	84	7.2	10.05%
27	20	0	1	350	10	84	7	41.07%
15	21	2	1	350	8	88	7	18.45%
16	22	2	1	350	12	88	7	23.33%
2	23	2	1	400	8	84	7	32.41%
13	24	2	1	350	8	80	7	9.10%
18	25	2	1	400	10	80	7	8.56%
8	26	2	1	350	10	88	7.2	10.35%
4	27	2	1	400	12	84	7	8.78%

El ácido fosfórico en combinación con el sacarato de calcio para la formación de micro-grumos de fosfato tricalcico son los que en inicio hacen que se lleve a cabo la clarificación de la meladura a como se ve en la *figura 3.3 del marco teórico en la página 18.*

Un análisis general de la *tabla 5.2* muestra que:

- En el nivel más bajo de ácido fosfórico de 300 ppm base SD con pH bajo de 6.8 hay un % remoción de turbidez máximo de 65.44, con un pH en 7 el % máximo de remoción de turbidez fue de 56.99 y en pH de 7.2 la remoción fue del 30.35%.

- En el nivel medio de ácido fosfórico de 350 ppm base SD con el pH en 6.8 se vio un % máx. de remoción de turbidez del 71.41, estando el pH en 7 la remoción de turbidez máx. alcanzada fue del 70.14% y con el pH en 7.2 el % máx. de remoción de la turbidez fue de 65.99.

- En el nivel más alto de dosis usada de ácido fosfórico el cual fue de 400 ppm base SD y con un pH de 6.8 el % máx. de remoción de turbidez alcanzada fue de 23.21, con el pH en 7 la remoción máx. de turbidez fue del 57.37 y con un pH en 7.2 el máximo valor de remoción alcanzado fue del 46.05%.

Los mejores % de remoción de turbidez en meladura alcanzados a nivel del laboratorio fueron en el nivel medio de ácido fosfórico de 350 ppm base SD y con el pH en el rango de 6.8 a 7.2 según lo indica el análisis de la *tabla 5.2*.

Luego de la reacción entre el ácido y la cal, se hace presente la temperatura y el floculante dentro del proceso. Los cuales su mayor influencia se hace evidente entre el rango de 80 a 84 °C y el floculante en 10 ppm base SD, y concuerda con las mismas respuestas encontradas para el análisis del ácido y del pH.

Para un análisis más detallado, la *tabla 5.3* presentan únicamente los resultados por encima del 40% de remoción de turbidez de meladura obtenidos a escala de laboratorio los cuales fueron extraídos de la *tabla 5.2*.

Tabla 5.3 Corridas experimentales en las que se logró alcanzar remociones de turbidez por encima del 40%

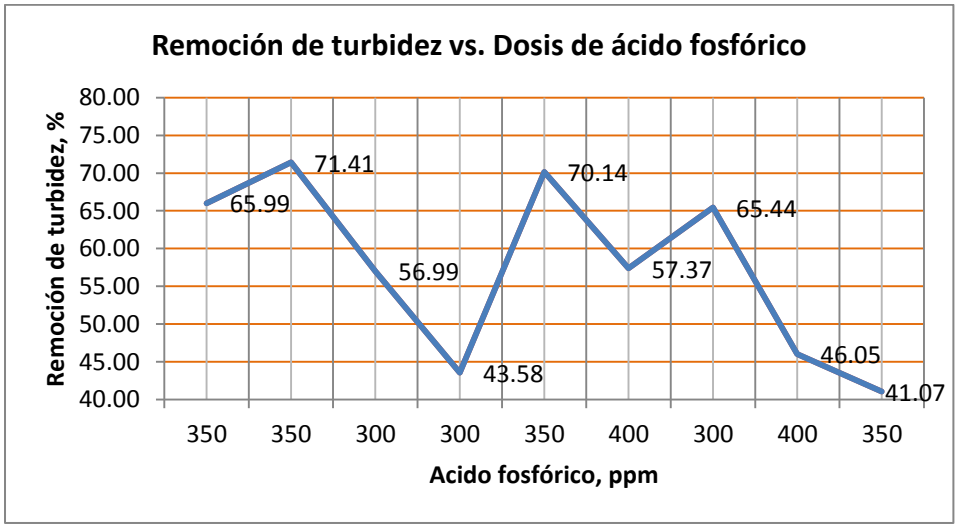
OrdenCorrida	Acido, ppm	Floculante, ppm	Temperatura, °C	pH	Remoción de Turbidez, %
1	350	12	84	7.2	65.99
2	350	10	80	6.8	71.41
3	300	12	84	7	56.99
4	300	8	84	7	43.58
5	350	10	84	7	70.14
6	400	10	88	7	57.37
8	300	10	84	6.8	65.44
9	400	10	84	7.2	46.05
20	350	10	84	7	41.07

Los datos de la *tabla 5.3* fueron graficados en el programa Excel para realizar un análisis fácil y rápido de los factores sobre la variable de respuesta. Se realizaron cuatros gráficos que representan individualmente la influencia de cada uno de los factores y niveles de prueba sobre el porcentaje de remoción de turbidez en la meladura cruda.

Debido a que los porcentajes de remoción son los mismos a analizar para cada factor individual la forma que toma la gráfica es la misma en las cuatros figuras mostradas, por lo que, es fácil analizar a cada factor y principalmente cómo se comporta este con los diferentes niveles de prueba sobre la respuesta. Los puntos más altos en cada grafica son los que representan los mayores porcentajes de remoción de turbidez alcanzados en el laboratorio.

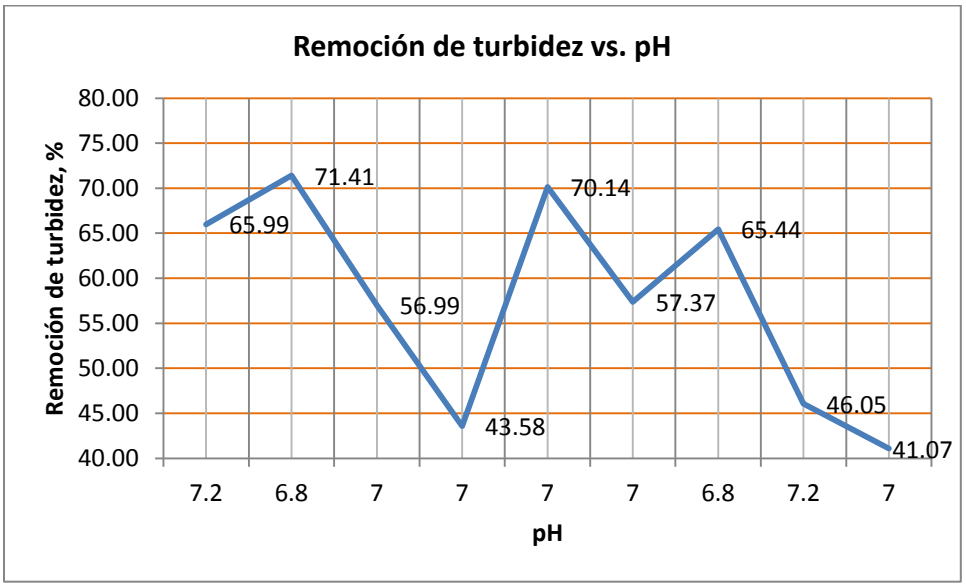
Primeramente, en la *Figura 5.1* el porcentaje de remoción de turbidez se ve influenciado por la dosis de ácido fosfórico concentrado a 85%, que se manipuló en el laboratorio para los 1 000 mL de meladura. Se puede observar que las mayores remociones de 71.41% y 70.14% se obtienen con una dosis de 350 ppm de ácido fosfórico base °Bx, además se aprecia que si reduce la concentracion usada a 300 ppm base °Bx, la remoción lograda es de 65.44%.

Figura 5.1 Porcentajes de remoción de turbidez en meladura influenciados por la dosis de ácido fosfórico



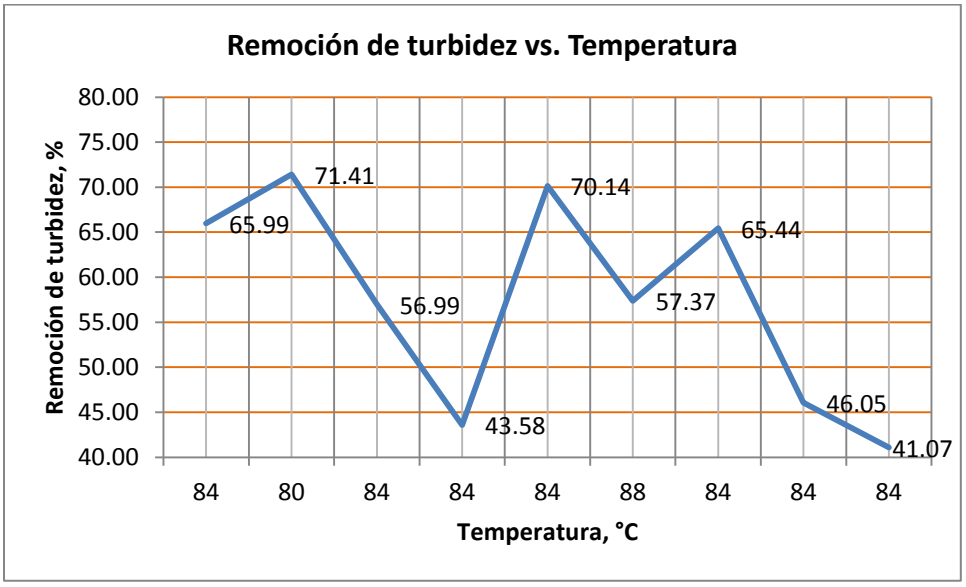
En la *figura 5.2* se evidencia la relación que tiene el ajuste del pH con sacarato de calcio con la remoción de turbidez en meladura. Se logra ver que cuando se ajusta el pH a 6.8 la remoción de turbidez es alta, alcanzando 71.41% y 65.44%. Además cuando el pH se ajusta a 7 la remoción alcanzada es de 70.14%.

Figura 5.2 Porcentajes de remoción de turbidez en meladura influenciados por el ajuste del pH



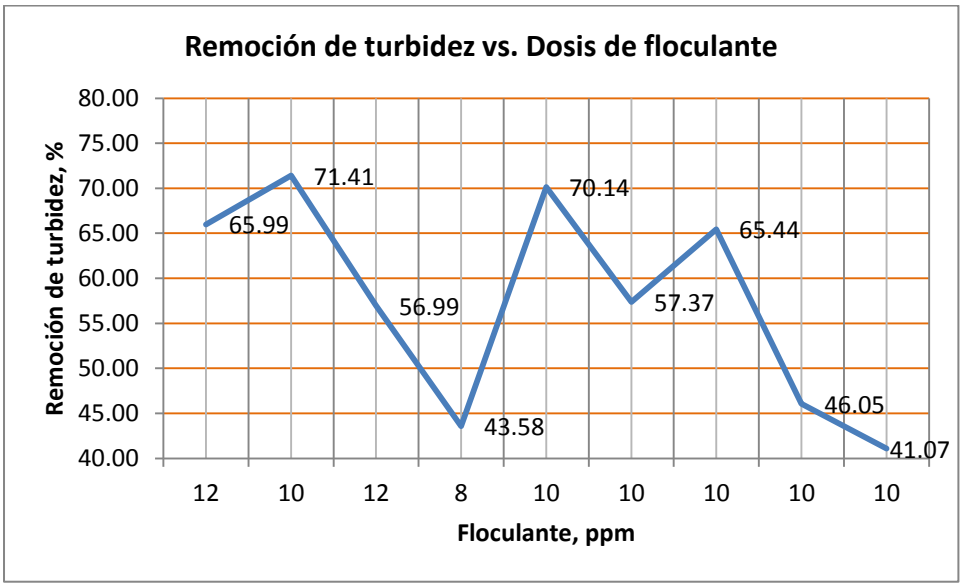
En la *figura 5.3* la variación de temperatura hace frente al porcentaje de remoción de turbidez de la meladura, los niveles de prueba fueron en 80°C, 84°C y 88 °C. Encontrándose que en temperaturas de 80°C y 84°C se logran las mayores remociones alcanzando estas 71.41%, 70.14% y 65.44% a cómo se logra observar en el gráfico de la figura.

Figura 5.3 Porcentajes de remoción de turbidez en meladura influenciados por la variación de temperatura



La influencia de la dosis de floculante en el porcentaje de remoción de turbidez en la meladura se puede ver en la *figura 5.4*. Los niveles de pruebas fueron en dosis de 8, 10 y 12 ppm base °Bx. Encontrándose que los mayores porcentajes de remociones están únicamente en 10 ppm base °Bx.

Figura 5.4 Porcentajes de remoción de turbidez en meladura influenciados por la dosis de floculante



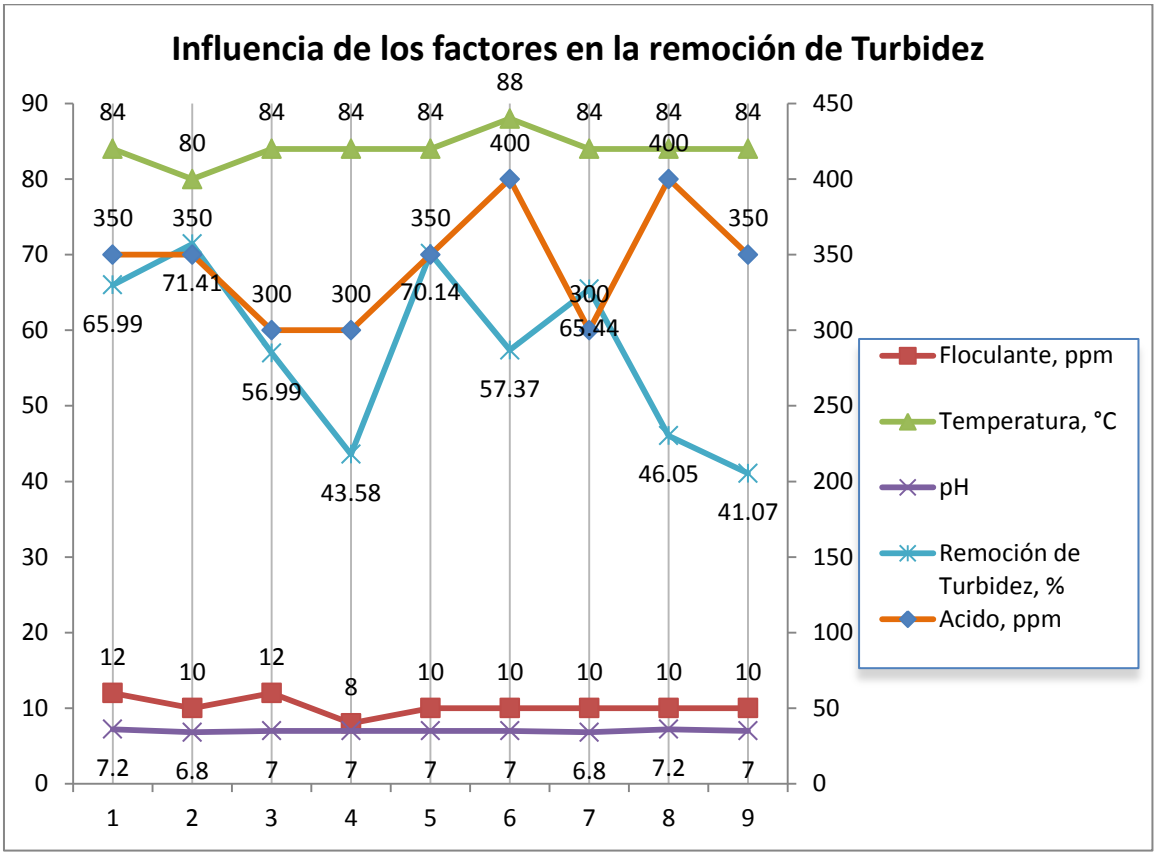
Por último, se realizó un gráfico, el mostrado en la *figura 5.5*; que acumula o resume a los cuatros gráficos mostrados anteriormente y muestra que los mayores porcentajes de remoción de turbidez alcanzada a escala de laboratorio (71.41%, 70.14% y 65.44%), se dieron cuando:

1. Los niveles de ácido fosfórico estaban en **300 y 350 ppm** base °Bx.
2. Los niveles de prueba para pH estaban en **6.8 y 7**.
3. Los niveles de prueba para la temperatura eran de **80 y 84°C**. y por último,
4. Los niveles para la dosis de floculantes estaban únicamente en **10 ppm** base °Bx.

Con lo que se puede ver que las dosis manejadas en proceso real de 350 ppm ácido fosfórico base °Bx, pH en 7, temperatura en 84 °C y floculante en 10 ppm base °Bx; son aptas para lograr remociones de turbidez altas. Además se logra determinar que si se baja la dosis de ácido fosfórico a 300 ppm, el pH en 6.8, la temperatura en 80 °C y el floculante en 10 ppm.

En general, para lograr remociones por encima de 40%, se puede probar mantener el ácido fosfórico entre 300 y 350 ppm base °Bx, el pH entre 6.8 y 7.2, la temperatura entre 80°C y 84°C, y la dosis de floculante fija en 10 ppm base °Bx.

Figura 5.5 Resumen de la influencia de la dosis de ácido fosfórico, dosis de floculante, pH de alcalinización y temperatura, sobre el porcentaje de remoción de turbidez en la meladura cruda alcanzados a escala de laboratorio



5.4 Determinación de la representatividad de las muestras de meladura cruda en el universo

Para probar con qué seguridad (o inseguridad) el fenómeno que se observa en la muestra ocurre en el universo al cual representa, se aplicó una prueba de significación estadística.

Las pruebas de significación estadísticas surgen de la premisa que existe un universo, donde se encuentran todas las observaciones existentes de un fenómeno, del cual se pueden tomar infinitas muestras aleatorias, que representan a ese universo. Las muestras aleatorias son las más representativas del universo; las muestras no aleatorias generalmente no son representativas, por la presencia de sesgos en la selección de los individuos (Polit y Hungler 2000).

La prueba de significancia estadística fue realizada mediante un análisis de varianza para la respuesta, la cual fue determinada mediante el uso del programa estadístico MINITAB 16; donde según el análisis de significancia de la

probabilidad P, mostrado a continuación para las mediciones de remoción de turbidez en el laboratorio, se determinó que ningún factor es lo suficientemente significativo debido a que estos presentan valores de P > 0.05.

Análisis de varianza de remoción de turbidez por MINITAB 16

Fuente	**P**
Regresión	0.789
Lineal	0.993
acido	0.836
floculante	0.715
temperatura	0.894
pH	0.882
Cuadrado	0.677
acido*acido	0.422
floculante*floculante	0.520
temperatura*temperatura	0.497
pH*pH	0.998
interacción	0.435
acido*floculante	0.588
acido*temperatura	0.547
acido*pH	0.401
floculante*temperatura	0.820
floculante*pH	0.078
temperatura*pH	0.301
Error residual	
Falta de ajuste	0.938
Error puro	
Total	

Como se aprecia arriba, los resultados no son estadísticamente significativos, por lo que se puede decir que, según la prueba estadística, no existe la suficiente evidencia de que los hallazgos encontrados son válidos y puedan ser replicables con nuevas muestras de sujetos o que en nuevas muestras a tratar es posible que la respuesta o remoción de turbidez sean diferentes a las encontradas en esta investigación manteniendo los mismos niveles y factores.

VI. CONCLUSIONES

- Los mejores % de remoción de turbidez en meladura alcanzados a nivel del laboratorio fueron en el nivel medio de ácido fosfórico de 350 ppm base SD y con el pH en el rango de 6.8 a 7.

- Para las más altas de remoción se encontró que la temperatura debe mantenerse entre 80 °C y 84 °C con una dosis fija de 10 ppm floculante base solidos disueltos, SD , los cuales corresponden también % de remoción citados en el punto anterior.

- Las dosificaciones usadas en el proceso real de clarificación de la meladura como lo son: 350 ppm de ácido fosfórico base SD, 10 ppm de floculante base SD, un pH de 7 y una temperatura de 84°C, dan una remoción de más del 40% a escala de laboratorio, lo cual da indicación que con la aplicación de estos niveles en el proceso real, este debería de realizar un buen trabajo removiendo los sólidos suspendidos de la meladura.

- Disminuyendo la dosis de ácido fosfórico a 300 ppm base SD y el pH a 6.8, manteniendo la dosis de floculante a 10 ppm y la temperatura a 84 °C, se obtiene una remoción de turbidez del 65.44% lo cual representa un valor muy bueno, seguido de que disminuye el consumo de ácido fosfórico y sacarato de calcio en el proceso de remoción de turbidez.

VII. RECOMENDACIONES

- Es recomendado primeramente que se lleve a cabo una investigación más a fondo tomando de base los resultados obtenidos en este trabajo, para profundizar más en la incidencia de los factores tomados para la remoción de turbidez en la meladura cruda.

- Es de suma importancia mantener siempre la estabilidad en el flujo de meladura, ya que una disminución rápida de flujo de meladura dará altas concentracion de insumos químicos y probablemente que la temperatura calentara demasiado al material al punto de invertir sacarosa y generar más color y turbidez. Y por el contrario si el flujo aumenta rápidamente la concentracion de insumos químicos decaerá a niveles bajos donde afectara en una disminución de remoción de sólidos. Estas aseveraciones es porque los medidores de flujo siempre tienen un tiempo muerto para reportar la información de lo que pasa a los sistema de control del proceso.

- El brix de la meladura según la experiencia en las primeras cuatro corridas experimentales (fallidas debido al alto brix) debe estar entre 63 hasta 68 y no mayor a 70, para la buena disociación de los insumos químicos en el material a clarificar.

- Los niveles de los factores manejados actualmente en la empresa, es decir, la dosis de ácido fosfórico en 350 ppm base SD, la dosis de floculante en 10 ppm base SD, el pH en 7 y la temperatura en 84 °C dan resultado satisfactorios de remoción de turbidez por lo que estará bien mantenerlos. Se recomienda realizar varias réplicas experimentales de estos niveles para ver la veracidad de esta información.

- Para reducir el consumo de ácido fosfórico y de sacarato de calcio se recomienda probar el proceso de clarificación de meladura con una dosis de ácido fosfórico de 300 ppm base SD, pH de 6.8, floculante en 10 ppm base SD y la temperatura en 84 °C; en las que a nivel de laboratorio la remoción de turbidez fue buena. Se recomienda hacer más réplicas en estos niveles de los factores en el laboratorio.

Para futuras corridas experimentales se recomienda:

- Realizar la preparación de floculante al 0.05% en el laboratorio usando agua destilada, ajustando el pH a 8 o ligeramente mayor usando soda caustica y manteniendo una temperatura de 40 °C a 45 °C. Además dejarlo mezclando 3 o 4 horas antes de usarse.

- Tratar en lo posible realizar las corridas experimentales con un solo tipo de filtro de membrana de 0.45 micrones, la de más alta calidad.

- Realizar al menos 3 réplicas por cada corrida experimental.

- Trabajar los factores a dos niveles únicamente, que sea el nivel alto el que se mantiene realmente en el proceso y el nivel bajo que este localizado por debajo de lo del proceso según se elija nuevamente. Con lo que se podrá usar un diseño tipo factorial, lo que nos permitirá además de ver la incidencia de los factores también optimizar la respuesta, es decir, que permitirá ver la mayor remoción posible al reducir el consumo de insumos químicos lo cual se refleja en costos menores para llevar a cabo el proceso de clarificación de meladura en el proceso real.

VIII. REFERENCIA BIBLIOGRAFICA

Carolina Gómez de los Ríos, 2010. Optimización del proceso de meladura clarificada mediante el seguimiento de nueve variables físico-químicas en el ingenio Risalda S.A., trabajo de grado, Universidad Tecnológica de Pereira, Pereira. Pág. 64-66

Douglas C. Montgomery, 2004. Diseño y Análisis de Experimentos. 2ª Edicion. Pág.427

David González et al, 2008. Manual de Diseño y Analisis de Experimentos. Pág. 189

Polit D, Hungler B, 2000. Estadística inferencial. En: Investigación científica en ciencias de la salud: principios y métodos. 6ª ed. México: Mc Graw Hill. Pág. 485 – 520.

Mauricio Salinas, 2008. Pruebas de Significancia Estadística. Artículo de educación. Pág. 1.

Deyvis A. Rivas. O, 2012. Estudio experimental de la incidencia del coagulante, floculante y tiempo de sedimentación en el proceso de clarificación de jugo a escala de laboratorio para la elaboración de azúcar blanco especial, Tesis, Universidad Nacional de Ingeniería, Managua, Nicaragua.

E. Hugot, 1986, Handbook of Cane Sugar Engineering. 3a edicion. P 279-280.

George C. Canavos, 1988. Probabilidad y Estadística; Aplicaciones y métodos. Pág. 426

Jaime Peñaranda, 2009. Clarificación de Jugo y Meladura, Filtración de lodos. Pág. 164-187.

Jaime Peñaranda, 2012. Lista de actividades para la producción de azúcar blanco directo especial. Pág. 6-13.

James C. P. Chen, 2009. Manual del Azúcar de Caña. Pág. 73-76, 165, 173.

J. M. Juran, Frank M. Gryna, 1993. Manual de control de calidad. 4ª edicion, volumen I.

King y Jinson. Sug. News, 1933. Procesos Químicos en el Azúcar. Edicion cubana.

Peter Rein, 2012. Ingeniería de la caña de azúcar, Berlín. Pág. 393-407

Rod Stendl, 2011. Curso de Clarificación y Filtración de Cachaza en Ingenio San Antonio por SCI, Sugar Consulting International Pty Ltd, Pág. 22

Scoot R. P, 1988. Modifications to and experiences with rapidorr clarifiers including saccharate liming at Amatikulu, Proc. S. Afr. Sugar Technol. Assoc. 62. Pág. 32-35

Albert Bartens KG, 2007. Libro de Métodos, ICUMSA (2007), ISBN 978-3-87040-573-1

IX. ANEXOS

9.1 ANEXO 1
Tablas

Tabla 1. Análisis de turbidez de la meladura desde el 12 de noviembre hasta el 29 de diciembre del 2012. (Durante zafra 2012/2013).

Analisis de Meladura del 12/11/2012 al 29/12/2012							
	cruda	clara	%remoción		cruda	clara	%remoción
Fecha	Turb.	Turb.	Turb.	Fecha	Turb.	Turb.	Turb.
12/11/2012	20222			06/12/2012	8434	8562.00	-1.52
12/11/2012	18340			06/12/2012	7507	8788.00	-17.06
13/11/2012	13473			07/12/2012	7569	8857.00	-17.02
13/11/2012	13673			07/12/2012	6470	3941.00	39.09
14/11/2012	13768			08/12/2012	6476	10134.00	-56.49
14/11/2012	13092			08/12/2012	6807	8435.00	-23.92
15/11/2012	11608			09/12/2012	8159	6383.00	21.77
15/11/2012	10214			09/12/2012	6900	6595.00	4.42
16/11/2012	17148			10/12/2012	10025	13189.00	-31.56
17/11/2012	17847			10/12/2012	8203	8031.00	2.10
17/11/2012	15763			11/12/2012	5991	6231.00	-4.01
18/11/2012	15578			11/12/2012	6366	6815.00	-7.05
18/11/2012	10047	5920.00	41.08	12/12/2012	6856	6866.00	-0.15
19/11/2012	12054	10127.00	15.99	12/12/2012	13424	11936.00	11.08
19/11/2012	13201	11491.00	12.95	13/12/2012	9144	6828.00	25.33
20/11/2012	9245	10541.00	-14.02	13/12/2012	6223	5940.00	4.55
20/11/2012	14145	12774.00	9.69	14/12/2012	9144	9778.00	-6.93
21/11/2012	12537	15472.00	-23.41	14/12/2012	8138	7425.00	8.76
21/11/2012	12214	2489.00	79.62	15/12/2012	4162	4813.00	-15.64
22/11/2012	10151	11605.00	-14.32	15/12/2012	6876	7975.00	-15.98
23/11/2012	13049	9482.00	27.34	16/12/2012	8673	8437.00	2.72
23/11/2012	15110			16/12/2012	6689	5253.00	21.47
24/11/2012	11760	12652.00	-7.59	17/12/2012	5517	5187.00	5.98
24/11/2012	12833	9372.00	26.97	17/12/2012	4692	6309.00	-34.46
25/11/2012	15048	11794.00	21.62	18/12/2012	6906	7822.00	-13.26
25/11/2012	28631	11607.00	59.46	19/12/2012	7613	7168.00	5.85
26/11/2012	22984	18502.00	19.50	19/12/2012	6175	2985.00	51.66
26/11/2012	16577			20/12/2012	5540	4493.00	18.90
27/11/2012	30822	24824.00	19.46	20/12/2012	5500	3912.00	28.87
27/11/2012	11143	12559.00	-12.71	21/12/2012	6312	3543.00	43.87
28/11/2012	18553			21/12/2012	4272	3696.00	13.48
28/11/2012	14398	15035.00	-4.42	22/12/2012	6335	4988.00	21.26
29/11/2012	11371			22/12/2012	6185	3404.00	44.96
29/11/2012	10605			23/12/2012	7402	3660.00	50.55
30/11/2012	10251	8171.00	20.29	23/12/2012	5148	4076.00	20.82
30/11/2012	12663	10531.00	16.84	24/12/2012	5227	2909.00	44.35

01/12/2012	6186	4361.00	29.50	24/12/2012	7674	7060.00	8.00
01/12/2012	6623	3026.00	54.31	25/12/2012	6463	7588.00	-17.41
02/12/2012	9106	9175.00	-0.76	25/12/2012	5949	3971.00	33.25
02/12/2012	8966	10090.00	-12.54	26/12/2012	5368	3934.00	26.71
03/12/2012	5748	7194.00	-25.16	26/12/2012	6826	5538.00	18.87
03/12/2012	6518	6750.00	-3.56	27/12/2012	4727	2995.00	36.64
04/12/2012	5183	6230.00	-20.20	27/12/2012	3888	1503.00	61.34
04/12/2012	6562	3432.00	47.70	28/12/2012	4293	3358.00	21.78
05/12/2012	7862	5635.00	28.33	28/12/2012	5443	2445.00	55.08
05/12/2012	7334	5143.00	29.87	29/12/2012	6550	5064.00	22.69

Fuente: laboratorio Industrial de Fabrica en Ser-San Antonio

Tabla 2 Volumen de ácido fosfórico y floculante a agregar según los sólidos disueltos o Brix de la meladura, usando 1 000 mL de meladura, ácido fosfórico a 85% de P_2O_5 y floculante preparado a 0.05%.

Número de corrida	% Brix de meladura	Dosis ácido ppm	volumen de ácido, mL	Dosis Floculante ppm	volumen de floculante, mL
1	63.09%	350	0.26	12	15.14
2	63.04%	350	0.26	10	12.61
3	64.30%	300	0.23	12	15.43
4	64.80%	300	0.23	8	10.37
5	64.18%	350	0.26	10	12.84
6	66.14%	400	0.31	10	13.23
7	63.00%	300	0.22	10	12.60
8	63.33%	300	0.22	10	12.67
9	64.37%	400	0.30	10	12.87
10	65.84%	350	0.27	10	13.17
11	67.17%	300	0.24	10	13.43
12	66.68%	350	0.27	8	10.67
13	67.10%	300	0.24	10	13.42
14	66.32%	350	0.27	10	13.26
15	65.11%	350	0.27	12	15.63
16	64.99%	350	0.27	10	13.00
17	67.55%	350	0.28	12	16.21
18	65.58%	400	0.31	10	13.12
19	63.07%	350	0.26	8	10.09
20	63.96%	350	0.26	10	12.79
21	65.47%	350	0.27	8	10.48
22	65.63%	350	0.27	12	15.75
23	64.02%	400	0.30	8	10.24

24	65.61%	350	0.27	8	10.50
25	65.34%	400	0.31	10	13.07
26	66.80%	350	0.28	10	13.36
27	67.34%	400	0.32	12	16.16

Tabla 3. Matriz de diseño desarrollada por MINITAB 16 según el método de superficie de respuesta, Diseño de Box-Behnken.

OrdenEst	OrdenCorrida	TipoPt	Bloques	acido, ppm	floculante, ppm	temperatura, °C	pH
24	1	2	1	350	12	84	7.20
5	2	2	1	350	10	80	6.80
3	3	2	1	300	12	84	7.00
1	4	2	1	300	8	84	7.00
26	5	0	1	350	10	84	7.00
20	6	2	1	400	10	88	7.00
11	7	2	1	300	10	84	7.20
9	8	2	1	300	10	84	6.80
12	9	2	1	400	10	84	7.20
7	10	2	1	350	10	80	7.20
17	11	2	1	300	10	80	7.00
21	12	2	1	350	8	84	6.80
19	13	2	1	300	10	88	7.00
25	14	0	1	350	10	84	7.00
22	15	2	1	350	12	84	6.80
6	16	2	1	350	10	88	6.80
14	17	2	1	350	12	80	7.00
10	18	2	1	400	10	84	6.80
23	19	2	1	350	8	84	7.20
27	20	0	1	350	10	84	7.00
15	21	2	1	350	8	88	7.00
16	22	2	1	350	12	88	7.00
2	23	2	1	400	8	84	7.00
13	24	2	1	350	8	80	7.00
18	25	2	1	400	10	80	7.00
8	26	2	1	350	10	88	7.20
4	27	2	1	400	12	84	7.00

Tabla 4. Valores de densidad para soluciones puras de sacarosa a 20°C.

Tabla A

Valores de densidad para soluciones puras de sacarosa a 20 °C

w = fracción másica expresado como porcentaje, ρ = densidad en kg/m³, m_v/V = peso con respecto al aire por unidad de volumen en kg/m³, c = concentración másica en g/cm³. La densidad ρ ha sido calculada iterativamente para fracciones másicas a intervalos de 0,1 % utilizando el polinomio (1) y la relación $c = w \times \rho\,(w, 20\ °C)$. Los valores para m_v/V fueron calculados por medio de: $m_v/V = (\rho - 1{,}2)/0{,}99985$. Para valores $w > 60\,\%$: rango extrapolado.

w %	ρ kg/m³	m_v/V kg/m³	c g/cm³	w %	ρ kg/m³	m_v/V kg/m³	c g/cm³	w %	ρ kg/m³	m_v/V kg/m³	c g/cm³
0,0	998,203	997,153	0,000000	5,0	1017,805	1016,757	0,050890	10,0	1038,114	1037,070	0,103811
0,1	998,588	997,538	0,000999	5,1	1018,204	1017,157	0,051928	10,1	1038,528	1037,483	0,104891
0,2	998,974	997,924	0,001998	5,2	1018,604	1017,556	0,052967	10,2	1038,942	1037,897	0,105972
0,3	999,360	998,310	0,002998	5,3	1019,003	1017,956	0,054007	10,3	1039,356	1038,312	0,107054
0,4	999,746	998,696	0,003999	5,4	1019,403	1018,356	0,055048	10,4	1039,770	1038,726	0,108136
0,5	1000,132	999,082	0,005001	5,5	1019,804	1018,756	0,056089	10,5	1040,185	1039,141	0,109219
0,6	1000,519	999,469	0,006003	5,6	1020,204	1019,157	0,057131	10,6	1040,600	1039,556	0,110304
0,7	1000,906	999,856	0,007006	5,7	1020,605	1019,558	0,058174	10,7	1041,016	1039,972	0,111389
0,8	1001,293	1000,243	0,008010	5,8	1021,006	1019,959	0,059218	10,8	1041,431	1040,387	0,112475
0,9	1001,681	1000,631	0,009015	5,9	1021,408	1020,361	0,060263	10,9	1041,847	1040,804	0,113561
1,0	1002,068	1001,018	0,010021	6,0	1021,809	1020,762	0,061309	11,0	1042,264	1041,220	0,114649
1,1	1002,456	1001,407	0,011027	6,1	1022,211	1021,164	0,062355	11,1	1042,680	1041,636	0,115738
1,2	1002,845	1001,795	0,012034	6,2	1022,614	1021,567	0,063402	11,2	1043,097	1042,053	0,116827
1,3	1003,233	1002,184	0,013042	6,3	1023,016	1021,969	0,064450	11,3	1043,514	1042,471	0,117917
1,4	1003,622	1002,572	0,014051	6,4	1023,419	1022,372	0,065499	11,4	1043,932	1042,888	0,119008
1,5	1004,011	1002,962	0,015060	6,5	1023,822	1022,775	0,066548	11,5	1044,350	1043,306	0,120100
1,6	1004,401	1003,351	0,016070	6,6	1024,226	1023,179	0,067599	11,6	1044,768	1043,724	0,121193
1,7	1004,790	1003,741	0,017081	6,7	1024,629	1023,583	0,068650	11,7	1045,186	1044,143	0,122287
1,8	1005,180	1004,131	0,018093	6,8	1025,033	1023,987	0,069702	11,8	1045,605	1044,561	0,123381
1,9	1005,570	1004,521	0,019106	6,9	1025,438	1024,391	0,070755	11,9	1046,024	1044,980	0,124477
2,0	1005,961	1004,912	0,020119	7,0	1025,842	1024,796	0,071809	12,0	1046,443	1045,400	0,125573
2,1	1006,352	1005,302	0,021133	7,1	1026,247	1025,201	0,072864	12,1	1046,862	1045,819	0,126670
2,2	1006,743	1005,693	0,022148	7,2	1026,652	1025,606	0,073919	12,2	1047,282	1046,239	0,127768
2,3	1007,134	1006,085	0,023164	7,3	1027,058	1026,011	0,074975	12,3	1047,702	1046,659	0,128867
2,4	1007,526	1006,477	0,024181	7,4	1027,463	1026,417	0,076032	12,4	1048,123	1047,080	0,129967
2,5	1007,917	1006,868	0,025198	7,5	1027,869	1026,823	0,077090	12,5	1048,544	1047,501	0,131068
2,6	1008,310	1007,261	0,026216	7,6	1028,276	1027,230	0,078149	12,6	1048,965	1047,922	0,132170
2,7	1008,702	1007,653	0,027235	7,7	1028,682	1027,636	0,079209	12,7	1049,386	1048,343	0,133272
2,8	1009,095	1008,046	0,028255	7,8	1029,089	1028,043	0,080269	12,8	1049,808	1048,765	0,134375
2,9	1009,488	1008,439	0,029275	7,9	1029,496	1028,451	0,081330	12,9	1050,230	1049,187	0,135480
3,0	1009,881	1008,832	0,030296	8,0	1029,904	1028,858	0,082392	13,0	1050,652	1049,609	0,136585
3,1	1010,274	1009,226	0,031319	8,1	1030,311	1029,266	0,083455	13,1	1051,075	1050,032	0,137691
3,2	1010,668	1009,620	0,032341	8,2	1030,720	1029,674	0,084519	13,2	1051,497	1050,455	0,138798
3,3	1011,062	1010,014	0,033365	8,3	1031,128	1030,082	0,085584	13,3	1051,921	1050,878	0,139905
3,4	1011,457	1010,408	0,034390	8,4	1031,536	1030,491	0,086649	13,4	1052,344	1051,302	0,141014
3,5	1011,851	1010,803	0,035415	8,5	1031,945	1030,900	0,087715	13,5	1052,768	1051,726	0,142124
3,6	1012,246	1011,198	0,036441	8,6	1032,355	1031,309	0,088782	13,6	1053,192	1052,150	0,143234
3,7	1012,642	1011,593	0,037468	8,7	1032,764	1031,719	0,089850	13,7	1053,616	1052,574	0,144345
3,8	1013,037	1011,989	0,038495	8,8	1033,174	1032,129	0,090919	13,8	1054,041	1052,999	0,145458
3,9	1013,433	1012,385	0,039524	8,9	1033,584	1032,539	0,091989	13,9	1054,466	1053,424	0,146571
4,0	1013,829	1012,781	0,040553	9,0	1033,994	1032,949	0,093059	14,0	1054,891	1053,849	0,147685
4,1	1014,225	1013,177	0,041583	9,1	1034,405	1033,360	0,094131	14,1	1055,317	1054,275	0,148800
4,2	1014,622	1013,574	0,042614	9,2	1034,816	1033,771	0,095203	14,2	1055,743	1054,701	0,149915
4,3	1015,019	1013,971	0,043646	9,3	1035,227	1034,182	0,096276	14,3	1056,169	1055,127	0,151032
4,4	1015,416	1014,368	0,044678	9,4	1035,639	1034,594	0,097350	14,4	1056,596	1055,554	0,152150
4,5	1015,813	1014,766	0,045712	9,5	1036,051	1035,006	0,098425	14,5	1057,022	1055,981	0,153268
4,6	1016,211	1015,163	0,046746	9,6	1036,463	1035,418	0,099500	14,6	1057,450	1056,408	0,154388
4,7	1016,609	1015,561	0,047781	9,7	1036,875	1035,831	0,100577	14,7	1057,877	1056,835	0,155508
4,8	1017,007	1015,960	0,048816	9,8	1037,288	1036,243	0,101654	14,8	1058,305	1057,263	0,156629
4,9	1017,406	1016,359	0,049853	9,9	1037,701	1036,656	0,102732	14,9	1058,733	1057,691	0,157751

Fuente: Manual de Métodos, ICUMSA (2007)

9.2 ANEXO 2
Figuras

Figura 1. Fotografía de los toma muestra de meladura en los meladores

Toma muestra de meladura de línea #1	Toma muestra de meladura de línea #4
Toma muestra de meladura de línea #2A	Toma muestra de meladura de línea #2B

Figura 2. Tanque de preparación de sacarato de calcio

Figura 3. Tanque de preparación de floculante diluido a 0.05%.

Figura 4. Tanque de ácido fosfórico a una concentracion de 85%.

Figura 5. Plancha de calentamiento para soluciones azucaradas marca Barnstead/Thermolyne, modelo CIMAREC.

Figura 6. Bomba de vacío usada para ayudar a filtrar soluciones azucaradas, marca Marvac Scientific, modelo L-2, serie C-4.

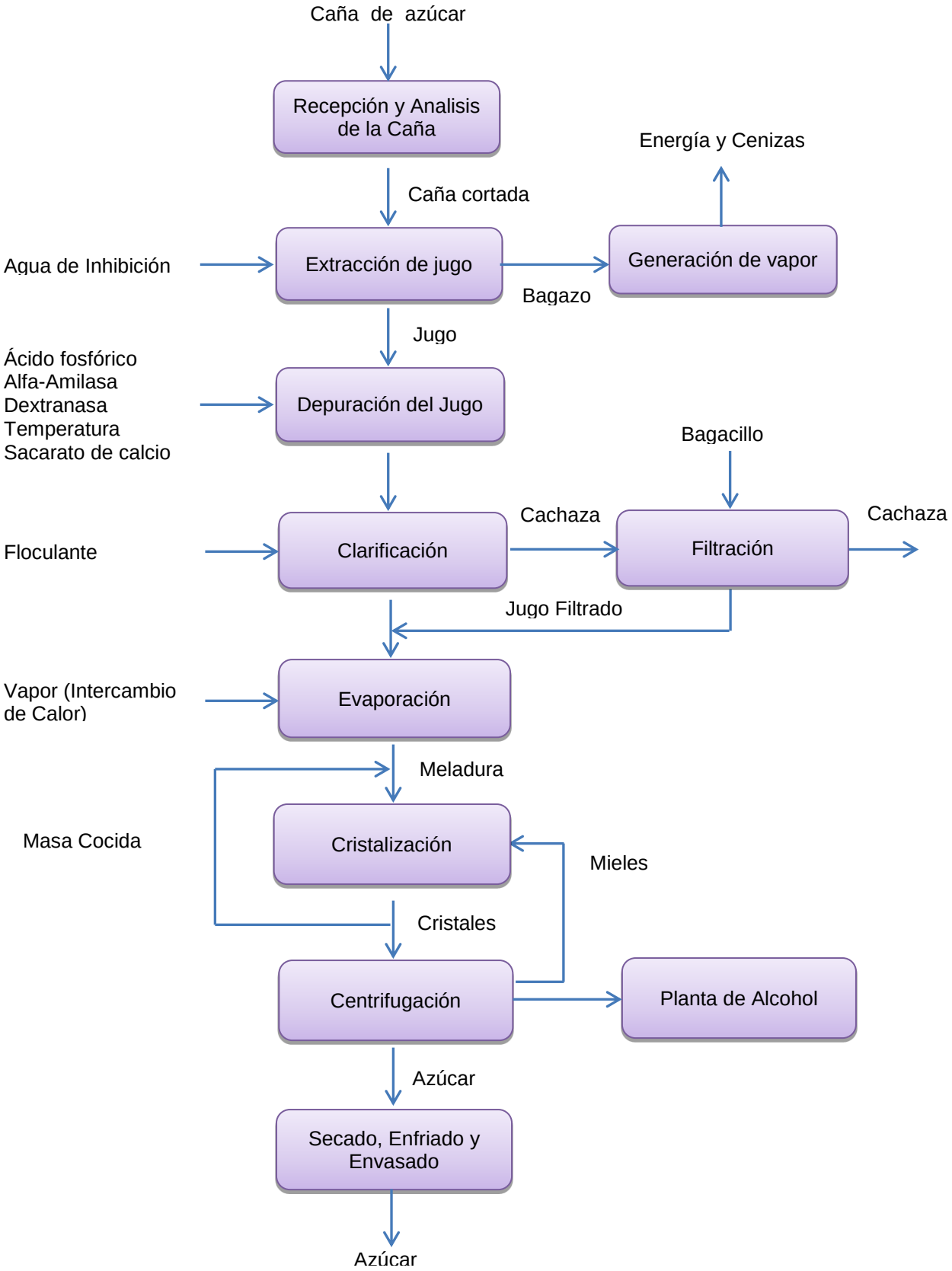



Figura 7. Flujograma general del proceso de producción de azúcar