



**UNIVERSIDAD
DE ANTIOQUIA**

**Evaluación del impacto de polisacáridos sobre el desempeño de la cristalización en la
producción de azúcar**

Susana Rendón Henao

Ingeniera Química

Asesores

Felipe Bustamante Londoño, PhD Ingeniería Química

Juan Gabriel Rodríguez Sarasti, MSc Ingeniería Química

Universidad de Antioquia

Facultad de Ingeniería

Ingeniería Química

Medellín, Antioquia, Colombia

2021

Cita	Rendon Susana [1]
Referencia	[1] S. Rendón Henao, “Evaluación del impacto de polisacáridos sobre el desempeño de la cristalización en la producción de azúcar”, Trabajo de grado profesional, Ingeniería Química, Universidad de Antioquia, Medellín, Antioquia, Colombia, 2021.

Estilo IEEE (2020)



Biblioteca Carlos Gaviria Díaz

Repositorio Institucional: <http://bibliotecadigital.udea.edu.co>

Universidad de Antioquia - www.udea.edu.co

Rector: John Jairo Arboleda Céspedes.

Decano/Director: Jesús Francisco Vargas Bonilla

Jefe departamento: Lina María González Rodríguez

El contenido de esta obra corresponde al derecho de expresión de los autores y no compromete el pensamiento institucional de la Universidad de Antioquia ni desata su responsabilidad frente a terceros. Los autores asumen la responsabilidad por los derechos de autor y conexos.

TABLA DE CONTENIDO

I. RESUMEN	1
II. INTRODUCCIÓN	2
III. OBJETIVOS.....	3
<i>A. Objetivo General</i>	3
<i>B. Objetivos Específicos</i>	3
IV. MARCO TEÓRICO.....	3
<i>C. Fundamentos de la cristalización</i>	6
1) <i>Solubilidad y sobresaturación [1]</i>	6
2) <i>Crecimiento de cristales [1]</i>	6
3) <i>Tasa de cristalización [1]</i>	6
4) <i>Tamaño y forma de cristales [1]</i>	6
5) <i>Contenido de cristales en masa [1]</i>	6
6) <i>Efecto de las no-sacarosa</i>	6
7) <i>Agotamiento [1]</i>	6
8) <i>Proceso de cristalización [1]</i>	6
<i>D. Efecto de la dextranas</i>	6
9) <i>Viscosidad [6]</i>	6
10) <i>Morfología del cristal y pureza de azúcar final</i>	6
11) <i>Velocidad de cristalización y nucleación</i>	6
V. METODOLOGÍA	6
<i>E. Antecedentes cristalizador piloto</i>	6
<i>F. Especificaciones de equipo</i>	7
12) <i>Tanque cristalizador</i>	7
13) <i>Motorreductor</i>	8
14) <i>Sistema de enfriamiento</i>	8
15) <i>Bomba de agua</i>	9
16) <i>Bomba de vacío</i>	9
17) <i>Panel de control</i>	10
18) <i>Sistema de condensación</i>	11
19) <i>Servicios requeridos</i>	11
20) <i>Equipos asociados</i>	11
21) <i>Descripción cristalizador piloto</i>	12
<i>G. Estabilización de equipo</i>	13
22) <i>Sistema de vacío</i>	13

23) Sistema de alimentación	14
24) Sistema de agitación y volumen de operación.....	15
H. Pruebas preliminares.....	16
25) Pruebas de viscosidad	17
I. Diseño experimental.....	17
26) Caracterización de mieles	18
J. Preparación de materiales.....	21
27) Balance para transformación de miel	21
28) Transformación de miel.....	24
29) Preparación de dextrana	25
30) Preparación de semilla.....	26
31) Cálculo de sobresaturación.....	28
K. Procedimiento experimental [12].....	31
32) Etapa de concentración	31
33) Dopaje de dextrana	31
34) Etapa de crecimiento del cristal.....	32
35) Descarga y filtración de miel	32
L. Metodología para el lavado y separación de cristales.....	33
36) Lavado de masa	34
37) Medición de cristales	34
M. Análisis cristalográfico	35
VI. RESULTADOS Y ANÁLISIS.....	37
N. Resultados pruebas preliminares.....	37
O. Pruebas viscosidad	41
P. Resultados diseño experimental.....	42
38) Relación Largo/Ancho	43
39) Velocidad de cristalización.....	45
VII. CONCLUSIONES	49
VIII. RECOMENDACIONES	51
IX. REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS.....	52

LISTA DE TABLAS

TABLA I MATRIZ DE INDICADORES PARA EL PROCESO DE CRISTALIZACIÓN [1]	6
TABLA II MATRIZ DE INDICADORES PARA EL PROCESO DE CRISTALIZACIÓN	6
TABLA III. CARACTERIZACIÓN MIEL A	16
TABLA IV PARÁMETROS INICIALES	16
TABLA V. PARÁMETROS INICIALES	17
TABLA VI. DISEÑO FACTORIAL CON PUNTOS CENTRALES	17
TABLA VII. VALORES PARA CADA NIVEL DEL FACTOR	18
TABLA VIII. CARACTERIZACIÓN DE MIEL B	21
TABLA IX. VALORES REFERENCIA PARA MIEL A	21
TABLA X. CANTIDADES AÑADIDAS PARA LA CONVERSIÓN DE UNA MIEL B A UNA MIEL A	24
TABLA XI. ESTANDARIZACIÓN DE TAMIZAJE	26
TABLA XII.	37
TABLA XIII.	43
TABLA XIV.	44
TABLA XV.	46

LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Diagrama de proceso de obtención de azúcar [2]	4
Figura 2. Etapa de cristalización y centrifugación [3]	5
Figura 3. Diagrama de proceso de cristalización para el tacho B	6
Figura 4. Curva de solubilidad de la sacarosa	6
Figura 5. Proceso de difusión y adsorción de las moléculas de sacarosa [1]	6
Figura 6. Rango de pesos moleculares de dextrana presentes en la caña de azúcar [5]	6
Figura 7. Gráfica de control para polisacáridos en miel A	6
Figura 8. Gráfica de control para polisacáridos en miel B	6
Figura 9. Geometría teórica de un cristal de azúcar [9]	6
Figura 10. Diferentes tipos de cristal de sacarosa. (A) Cristal de referencia, (B) Cristal de forma cúbica, (C) Cristal elongado, (D) Cristal aglomerado [9].	6
Figura 11. Cristalizador piloto	7
Figura 12. Tanque cristalizador	7
Figura 13. Motorreductor	8
Figura 14. Sistema de enfriamiento	9
Figura 15. Bomba periférica	9
Figura 16. Bomba de vacío	10
Figura 17. Panel de control	10
Figura 18. Sistema de condensación	11
Figura 19. Filtro Nutsch.	12
Figura 20. Gato hidráulico	12
Figura 21. Empaques empleados anteriormente	13
Figura 22. Empaque de caucho acoplado en la tapa del tanque	14
Figura 23. Sistema de alimentación acoplado	14
Figura 24. Desborde de miel	15
Figura 25. Extensión en las paletas de agitación	15
Figura 26. Equipo para cromatografía líquida	18
Figura 27. Conductímetro Metler Toledo	19
Figura 28. Espectrofotómetro UV-1800 Shimadzu	20
Figura 29. Medición de brix con refractómetro	20
Figura 30. Mezclado y peso de material	24
Figura 31. Preparación de dextrana	26
Figura 32. Tamices empleados para la semilla.	27
Figura 33. Visualización panel de control	31
Figura 34. Masa B colectada	33
Figura 35. Masa comprimida luego de filtrada	33
Figura 36. Cristales de azúcar luego de ser lavados	34
Figura 37. Muestra de cristales de azúcar para toma de fotos en el microscopio	35
Figura 38. Fotos de cristal de azúcar con objetivo 2X	35
Figura 39. Interfaz software online, CENICRISTAL.	36
Figura 40. Agotamiento en mieles en pruebas preliminares	38
Figura 41. Relación largo/ancho en pruebas preliminares	39
Figura 42. Velocidad de cristalización, pruebas preliminares	39

Figura 43. Cristales aguja para pruebas dopadas	40
Figura 44. Imágenes de cristalografía para pruebas sin dopar	41
Figura 45. Consistencia para miel A dopada con dextrana de alto peso molecular	42
Figura 46. Consistencia de miel A dopada con dextrana de bajo peso molecular	42
Figura 47. Efectos principales para la relación L/A.....	45
Figura 48. Comportamiento de la velocidad de cristalización	47
Figura 49. Gráfica de efectos principales para la velocidad de cristalización	48

TERMINOLOGÍA [1]

Agotamiento: Aplicado a la masa cocida, representa los gramos de sacarosa presentes en forma cristalina por cada 100 gramos de sacarosa.

Azúcares reductores: Generalmente se refiere y/o interpreta como azúcares invertidos, determinados midiendo el contenido de sustancias reductoras mediante análisis de laboratorio.

Brix: Medida de los sólidos disueltos en azúcar, jugo, miel o masa utilizando un refractómetro.
Brix = % en masa de azúcar.

Casa de cocimientos: Parte de la fábrica en la cual se realizan procesos de producción de azúcar a partir del jugo diluido. También es conocida como casa de elaboración.

Cenizas conductimétricas: Contenido de cenizas estimado a partir de la medición de conductividad de la solución.

Coefficiente de sobresaturación: Se calcula como el cociente obtenido al dividir la proporción azúcar/agua de la solución sobresaturada con la proporción azúcar/agua de una solución saturada a las mismas condiciones (temperatura y pureza o proporción no-sacarosa/agua). Indica si la solución es no saturada (< 1), saturada ($= 1$) o sobresaturada (> 1).

Coefficiente de solubilidad: Proporción entre la concentración de sacarosa en una solución saturada impura y la concentración de sacarosa en una solución saturada pura a la misma temperatura (concentración expresada como la proporción sacarosa/agua).

Fibra: Estructura fibrosa insoluble seca de la caña.

Falso grano: Cristales pequeños indeseables, formados espontáneamente por nucleación secundaria durante la cristalización cuando la supersaturación es demasiado elevada.

Jugo diluido o crudo: Jugo obtenido del proceso de extracción.

Jugo clarificado: Jugo proveniente de los clarificadores, también conocido como jugo claro.

Meladura: Jugo concentrado obtenido en los evaporadores.

Magma: Cristales separados del licor madre mediante centrifugación.

Masa cocida: La mezcla de cristales y miel que se obtiene durante el proceso de evapocristalización.

Miel o melaza: Licor madre que se separa de los cristales mediante centrifugación. Las mieles A, B o C se obtienen de las masas cocidas correspondientes. La miel C es también conocida como miel final.

Nucleación: Generación y desarrollo de pequeños cristales que son capaces de crecer.

Pureza: La pureza real representa el contenido de sacarosa expresado como porcentaje de la sustancia seca o el contenido de sólidos disueltos. Los sólidos comprenden el azúcar y no-sacarosas tales como invertidos, cenizas y elementos colorantes. La pureza aparente se expresa como la polarización dividida por los grados Brix refractométricos, multiplicada por 100.

Semilla: Suspensión de cristales finos en una solución de alcohol saturada o el grano inicial obtenido al semillar en tachos.

Semillamiento: (a) Inyección de cristales fragmentados para inducir la nucleación, como medio de inicio del proceso de cristalización; (b) Introducción de cristales finos en la forma de slurry o pasta de azúcar molido (similar a semillamiento completo) para iniciar la cristalización.

Tacho o evapo-cristalizador: Cristalizador evaporativo al vacío utilizado en la industria azucarera para cristalizar sacarosa a partir de meladura o miel.

Templa: Masa cocida obtenida al finalizar un ciclo de cristalización, la cual se descarga completamente del tach

I. RESUMEN

Este trabajo tiene como finalidad la evaluación del impacto en el contenido de polisacáridos como las dextranas en la etapa de cristalización. Estos compuestos son generados por contaminación bacteriana en tiempos de cosecha, transporte y almacenaje de la caña de azúcar, y dificultan los procesos involucrados en la obtención de azúcar, afectando parámetros de proceso como viscosidad, velocidad de cristalización y morfología del cristal de azúcar.

Para la evaluación se emplea un cristizador piloto situado en el Centro de Investigación de la Caña de Azúcar, utilizando miel A de referencia para el sector azucarero. Se realizan pruebas preliminares con dextrana de alto peso molecular y se plantea un diseño factorial 2^2 con 4 réplicas en los puntos centrales, teniendo como factores la relación de azúcares reductores/cenizas y concentración de dextrana de bajo peso molecular.

Los resultados obtenidos muestran el impacto en la morfología del cristal con el aumento de un 72% y 5% en la relación largo/ancho al tener una concentración de 17000 ppm/brix de dextrana de alto y bajo peso molecular, respectivamente, así como un incremento de 11.4cP en la viscosidad de la miel por cada 1000ppm de dextrana de alto peso molecular comparado con incrementos cercanos de 5cP con la dextrana de bajo peso molecular al tener concentraciones superiores a 12000ppm/brix de polisacáridos. Por otro lado, se observa el efecto significativo de los azúcares reductores en la velocidad de cristalización, obteniendo un P-valor de 0.098 para un nivel de significancia $\alpha=0.1$. Con los resultados obtenidos se confirma que la presencia de dextranas en las mieles de proceso es un factor crítico, especialmente aquellas con altos pesos moleculares.

Palabras clave

Dextranas, miel, morfología del cristal, velocidad de cristalización, viscosidad, relación largo/ancho, azúcar.

II. INTRODUCCIÓN

Cenicaña, el Centro de Investigación de la Caña de Azúcar de Colombia, es una institución sin ánimo de lucro dedicada al estudio de la caña de azúcar para el fortalecimiento de la agroindustria azucarera del país, mediante el desarrollo de programas de investigación enfocados en variedades de caña de azúcar, agronomía y procesos de fábrica.

Para la obtención de azúcar, la materia prima es sometida a una serie de tratamientos físico-químicos con el fin de extraer la mayor cantidad de sacarosa posible, y finalmente lograr el crecimiento del cristal de azúcar en la etapa de cristalización, pero la presencia de impurezas en los materiales de proceso dificulta sustancialmente la eficiencia en cada etapa. Los polisacáridos como las dextranas, son una de las impurezas producto de la contaminación bacteriana (generalmente especie *Leuconostoc*) que ocurre cuando la savia de la caña de azúcar es expuesta en los tiempos de cosecha, transporte y almacenaje, principalmente en un ambiente con condiciones anaerobias y húmedas[1]. Las dextranas alteran las propiedades en jugos y mieles mediante el aumento en la viscosidad, reducción en la velocidad de cristalización y alteraciones en la morfología del cristal de azúcar. Con la aplicación de manera extensiva de la cosecha mecanizada se ha observado un crecimiento en el contenido de dextranas ya que se tienen mayor número de puntas expuestas, permitiendo un ataque microbiano propagado, convirtiéndose así en un limitante en el proceso de producción de azúcar.

Con el fin de identificar y evaluar el impacto en el desempeño en la etapa de cristalización por la presencia de polisacáridos, en este trabajo se realizaron diferentes análisis y pruebas en un cristizador piloto, mediante la variación en la concentración de dextrana y su distribución molecular en mieles para determinar el comportamiento en parámetros de proceso como viscosidad, morfología del cristal de azúcar y velocidad de cristalización, que permitieran fijar límites de criticidad en la etapa de cocimientos y en el sector azucarero.

III. OBJETIVOS

A. *Objetivo General*

Evaluar el impacto de los polisacáridos presentes en las mieles sobre el desempeño de la etapa de cristalización en el proceso de obtención de azúcar.

B. *Objetivos Específicos*

- Estabilizar las variables operaciones de proceso en el cristizador piloto como presión y temperatura, que permitan la confiabilidad en las pruebas experimentales.
- Estandarizar metodologías experimentales asociadas a las pruebas de cristalización, como tamizaje de semilla, sistema de alimentación y lavado de cristales con el fin de obtener resultados veraces en los parámetros de proceso.
- Determinar las concentraciones críticas de polisacáridos en mieles, es decir, aquellas concentraciones a partir de las cuales se afectan parámetros específicos del proceso de cristalización, como morfología del cristal, viscosidad y velocidad de cristalización.

IV. MARCO TEÓRICO

La agroindustria azucarera de Colombia se basa principalmente en la transformación de la caña para la producción de azúcar comercial. Para su obtención, la caña de azúcar es sometida a una serie de procesos físico-químicos para la extracción máxima de la sacarosa presente en la materia prima.

La caña de azúcar está compuesta aproximadamente por un 15% de fibra y un 75% de jugo, que a su vez se constituye por 70% de agua y 15% de sólidos solubles, donde un 13% es sacarosa. Estos porcentajes varían de acuerdo con las condiciones climáticas, geográficas de cosecha y variedad de caña. En ese sentido, todos los procesos involucrados en la obtención de azúcar están direccionados a la extracción del contenido de sacarosa presente [1].

De manera general, el proceso en fábrica inicia con la extracción del jugo de caña por medio de la preparación y molienda de la caña de azúcar. Posteriormente, se precalienta el jugo para la adición de cal (óxido de calcio) que ayuda a la regulación de pH requerido para la etapa posterior y para la disminución en la turbidez del líquido. Luego, se lleva a cabo la clarificación

del jugo, empleando floculantes a unas condiciones de temperatura y pH necesarias, para separar la mayor cantidad de sólidos insolubles por sedimentación. Seguidamente, se realiza la evaporación en serie con el fin de separar la mayor parte del agua y así obtener un jugo con una alta concentración de sacarosa (meladura) que es llevado a la etapa de cristalización y centrifugación. En la Figura 1 se pueden observar e identificar cada una de las etapas descritas anteriormente.

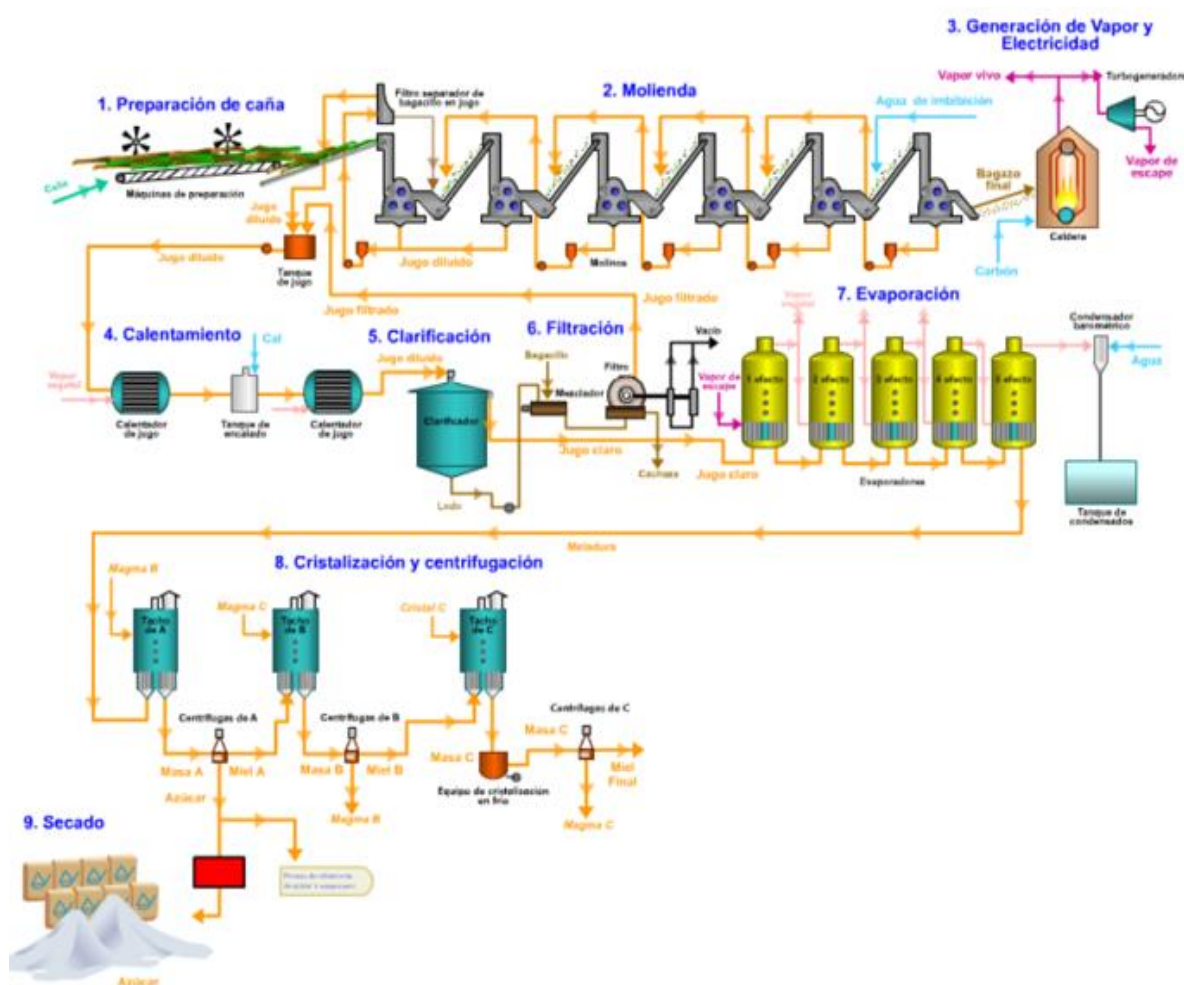


Figura 1. Diagrama de proceso de obtención de azúcar [2]

En la cristalización y centrifugación (etapa 8) se tiene un proceso en contracorriente donde ocurre el agotamiento de la meladura, y el crecimiento del cristal en dirección opuesta en tres subetapas, como se muestra en la Figura 2. Posteriormente, se realiza la centrifugación de la masa para separar los cristales de azúcar suspendidos en la miel. En la Figura 3 se observa de manera general el diagrama de la etapa de cristalización y centrifugación.

Al ser la cristalización una de las etapas que consolida el rendimiento en el proceso de obtención de azúcar, se ve afectada por impurezas presentes, tales como los polisacáridos. Entre estos se

han identificado las dextranas que generan un aumento en la viscosidad del jugo y meladura, afectando el agotamiento en la miel, pues la velocidad de cristalización es reducida y con ello la pureza de la miel final se incrementa. Es importante especificar que en el sector azucarero la pureza de un material es la medida del contenido de sacarosa disuelta: a mayor pureza en la miel final, menor es el rendimiento de la etapa ya que significa que no se logró extraer todo el contenido de sacarosa de la caña de azúcar. El porcentaje de pureza esta expresada mediante la Ecuación 1 [1]

$$P_{Mol} = \frac{W_s}{W_{DS}} * 100\% \quad \text{Ecuación 1}$$

Donde:

W_s : Cantidad de sacarosa presente

W_{DS} : Cantidad de sólidos disueltos en una solución

P_{Mol} : Pureza de la masa cocida

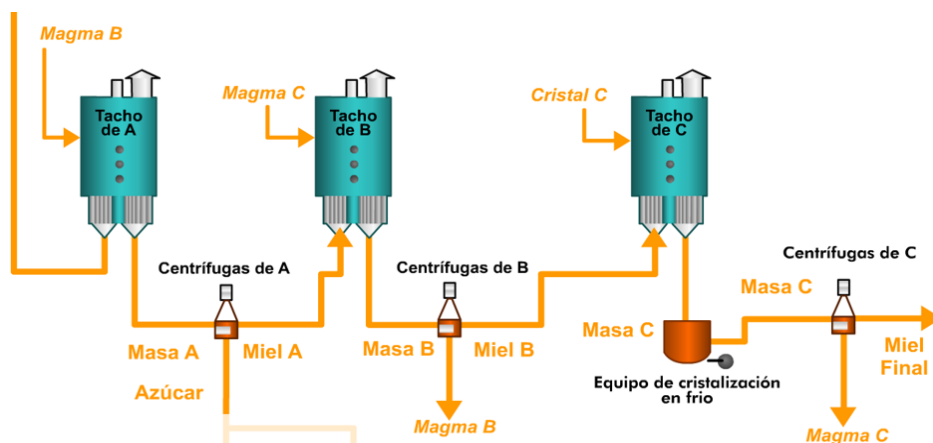


Figura 2. Etapa de cristalización y centrifugación [3]

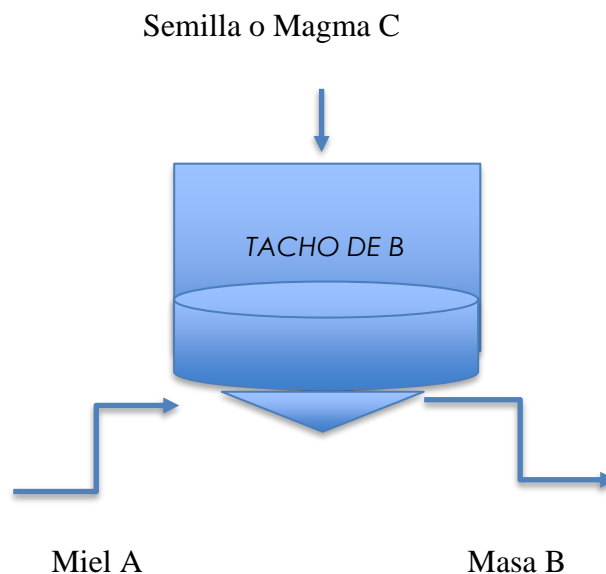


Figura 3. Diagrama de proceso de cristalización para el tacho B

C. Fundamentos de la cristalización

D. Efecto de la dextranas

V. METODOLOGÍA

A continuación, se presentarán cada uno de los procedimientos desarrollados para el cumplimiento de los objetivos planteados. Inicialmente se describirán todos los equipos y herramientas empleadas, para luego presentar el diseño experimental y metodologías experimentales necesarias.

E. Antecedentes cristalizador piloto

Es importante aclarar que a lo largo del tiempo se han realizado modificaciones al equipo según las necesidades y objetivos del trabajo.

Inicialmente el equipo se diseñó para la realización de pruebas de **pureza objetivo** en mieles de proceso por enfriamiento con el objetivo de agotar la miel en un periodo de tiempo de 28h.

Posteriormente se adaptó para la realización de pruebas de **coeficiente de solubilidad** en miel final a condiciones atmosféricas, empleando un sistema de calentamiento.

Y, recientemente, **crecimiento de cristal** por evapo-cristalización controlada a temperatura constante y presión de vacío, por lo que se incorpora el sistema de condensación, así como la bomba de vacío. Adicionalmente, se realizaron durante este periodo de pasantía una serie de

modificaciones que permitieran garantizar la estabilidad y buen desempeño del equipo. En la **Figura 11** se presenta las condiciones actuales en las que se encuentra el cristizador piloto.



Figura 11. Cristalizador piloto

F. Especificaciones de equipo

12) Tanque cristizador

Tanque cilíndrico con capacidad de 6L de acero inoxidable con chaqueta aislada de fibra de vidrio y con una zona de descarga de material en la parte inferior con geometría cónica y una salida de vapor en la parte superior y un vacuómetro acoplado. En la **Figura 12** se puede observar el recipiente mencionado.



Figura 12. Tanque cristizador

13) Motorreductor

Empleado para la agitación en el tanque de cristalización con una capacidad de 60 rpm, una potencia de 1.1 kW y un torque de 175 Nm. En la **Figura 13** se puede observar el motorreductor acoplado al sistema.



Figura 13. **Motorreductor**

14) Sistema de enfriamiento

El equipo Brookfield TC – 500, presentado en la **Figura 14**, es utilizado para proveer el agua fría ($\sim 5^{\circ}\text{C}$) al sistema de condensación por contacto indirecto, utilizado para condensar los vapores generados durante la etapa de concentración de las mieles y crecimiento del cristal. Cuenta adicionalmente con una bomba para la recirculación de agua fría.

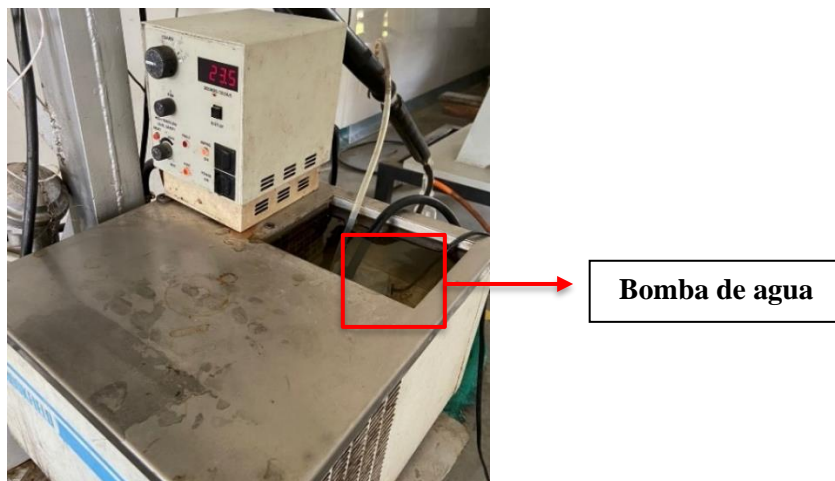


Figura 14. Sistema de enfriamiento

15) Bomba de agua

Bomba periférica TOOLCRAFT TC2666 (ver **Figura 15**) con potencia de $\frac{1}{2}$ HP con un caudal de 40 L/min. Se encuentra ubicada en la parte inferior del cristizador, permite que el agua caliente recircule desde el recipiente de almacenamiento hasta la chaqueta del cristizador.



Figura 15. Bomba periférica

16) Bomba de vacío

Bomba de vacío 93mbar, 34l/min wob-2534 (ver **Figura 16**) que cuenta con indicadores y reguladores de vacío y presión, para ajuste y monitoreo del nivel de vacío y la presión entregada (trampa de agua interna que evita ingestiones accidentales de agua en la bomba). Cumple con la función de generar el vacío necesario para la etapa de evaporación (hasta -21 pulgadas de Hg).



Figura 16. Bomba de vacío

17) *Panel de control*

Consiste en un módulo programable tipo FlexiPanel (Renu Electronics). El módulo cuenta con un programa de control de temperatura de la masa dentro del cristalizador (ver **Figura 17**) con base en la temperatura del agua que circula en la chaqueta con un set-point establecido de acuerdo con la rampa o valor programado. Para la medición de temperatura, el sistema cuenta con dos con termocuplas RTD PT-100. El sistema de control puede operar manual o automáticamente.



Figura 17. Panel de control

18) Sistema de condensación

Conformado por condensador de vidrio y probeta graduada de 500mL que ayuda al control del agua condensada en el proceso de concentración y crecimiento de cristal para el cálculo del brix de la miel y masa cocida.



Figura 18. Sistema de condensación

19) Servicios requeridos

- √ Alimentación eléctrica 220V
- √ Alimentación de flujo de agua

20) Equipos asociados

a) Filtro nusth

Para la filtración de la masa se emplea el filtro nusth, el cual está conformado por un sistema cilindro-pistón con una malla filtrante, mesh 100 con un soporte metálico, incorporada en la tapa del cilindro. La tapa cuenta con un orificio por el que sale la miel filtrada. En la **Figura 19** se presenta el sistema filtrante empleado.



Figura 19. Filtro Nutsch.

b) Gato hidráulico

Dispositivo empleado para generar la presión necesaria aplicable al pistón del filtro nutsh y llevar a cabo la filtración.

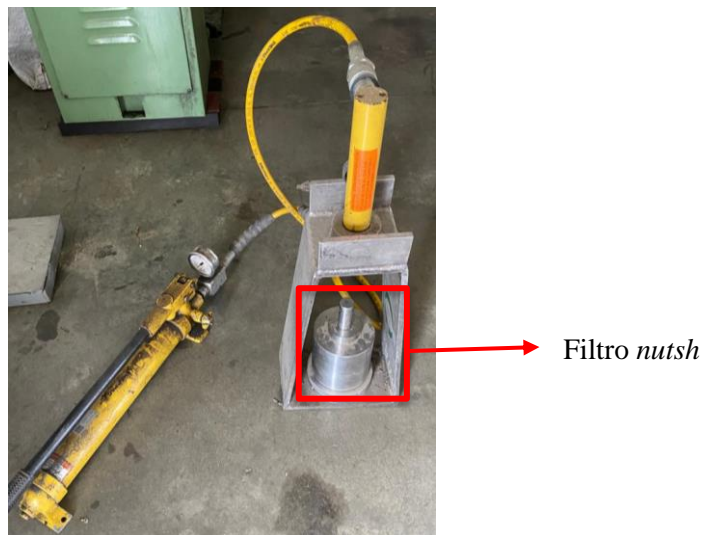


Figura 20. Gato hidráulico

21) Descripción cristizador piloto

El cristizador piloto es un equipo empleado actualmente para pruebas de crecimiento de cristal por evapo-cristalización cuenta con un tanque de acero inoxidable con una chaqueta de aislamiento, un sistema de agitación accionado por un motoreductor, sistema de vapor y presión vacío, compuesto por una tubería de caucho EPDM para vapor saturado conectada a un sistema de condensación y una bomba de presión. Se tienen dos sistemas de intercambio térmico, un chiller conectado con el sistema de condesado y un recipiente de aluminio con una resistencia incorporada para el calentamiento del agua que es empleada como fluido de calentamiento. Una bomba de agua recircula e impulsa el agua caliente hacia la chaqueta del tanque. Finalmente,

un sistema de control de temperatura ON/OFF permite el accionamiento de la resistencia hasta llegar al set-point de temperatura de masa cocida por medio del uso de termocuplas RTD PT-100 en el agua caliente de servicio y dentro del tanque.

G. Estabilización de equipo

22) Sistema de vacío

El sistema presentaba inestabilidad en la presión de vacío por lo que se generaban dificultades para garantizar las condiciones de operación necesarias en la cristalización. Se realiza una inspección de la red de vacío y se propone un material de empaque capaz de resistir las condiciones de presión sin deformación rápida a diferencia del empaque que se utilizaba (polímero con características termoplásticas y muy maleable, por lo que se deformaba fácilmente al estar sometido a presiones y temperaturas altas, del orden de 60-70°C). Se propone entonces un material polimérico, como el caucho, con propiedades de elasticidad y resistencia. En la **Figura 21** y **Figura 22** se presenta el material empleado anteriormente, y el propuesto y acoplado, respectivamente.



Figura 21. Empaques empleados anteriormente



Figura 22. Empaque de caucho acoplado en la tapa del tanque

23) Sistema de alimentación

La alimentación al tanque implicaba el desacople completo del sistema de agitación y de vapor, así como el desajuste del empaque ocasionando ruidos y perturbaciones al sistema. Además del desgaste físico a la persona encargada de la prueba, ya que se necesitaba el uso de múltiples herramientas mecánicas como llaves, martillo, etc., se tardaba alrededor de 45 minutos en hacer todo el desmonte y monte nuevamente con la posibilidad de contar con fallas mecánicas.

Se propone y diseña un sistema de alimentación que permitiese eliminar todas esas posibles variaciones y perturbaciones al equipo al momento de desmonte-monte, así como la reducción en los tiempos de prueba. En la **Figura 23** se observa la entrada de alimentación acoplada a una válvula de bola en la parte superior de la tapa.

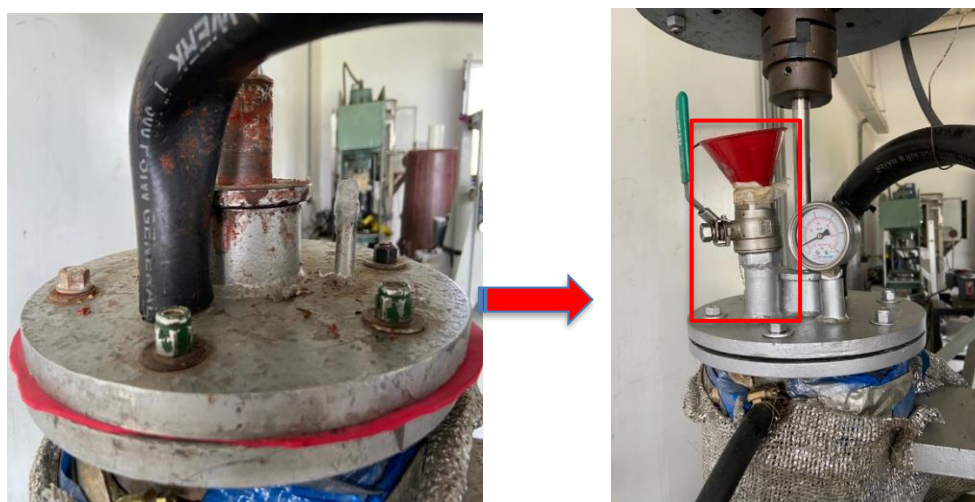


Figura 23. Sistema de alimentación acoplado

24) Sistema de agitación y volumen de operación

Comúnmente las mieles son materiales que pueden generar espuma (debido a las reacciones que ocurren al darse la degradación de azúcares reductores) y al ser sometido condiciones de temperatura y de presión de vacío operacionales ocurre un arrastre de miel por las tuberías de condensado obstruyendo completamente la continuación de la prueba, como se muestra en la **Figura 24**.

Para dar solución a esta problemática, se propone y realiza la mejora en el sistema de agitación (ver **Figura 25**) mediante la extensión de 2cm aproximadamente por cada aspa superior, así como la reducción del volumen del material empleado, aproximadamente 1.75L (peso máximo 2kg). De esta manera, se facilita el rompimiento de la tensión superficial de las burbujas y espuma producida.



Figura 24. Desborde de miel



Figura 25. Extensión en las paletas de agitación

H. Pruebas preliminares

Al realizar todos los ajustes necesarios para garantizar la estabilización del equipo, se realizan cuatro (4) pruebas preliminares con miel A de la industria. Se quiere simular una templa de B con modificaciones en los tiempos de descarga, es decir, industrialmente estas templeas duran alrededor de 4 horas para alcanzar el tamaño de cristal deseado, alrededor de 450 μ m, partiendo de un material semilla de aproximadamente 250 μ m. Sin embargo, se realizarán las pruebas a escala piloto por 2 horas ya que en este tiempo es posible observar el impacto en las variables de respuesta que se quieren analizar.

Se realizan dos pruebas sin el dopaje de dextrana y dos pruebas con dextrana de alto peso molecular (1500-2800kDa) a diferente concentración, con el fin de tener un panorama global con las condiciones más críticas. De esta manera se realiza la caracterización de la miel A como se muestra en la **TABLA III**.

TABLA III.
CARACTERIZACIÓN MIEL A

Caracterización Miel A						
Brix	Polisacáridos (ppm)	Sacarosa				
		aparente (%p/p)	Sacarosa (%p/p)	Glucosa (%p/p)	Fructosa (%p/p)	Pureza
76,00	10912,00	41,00	45,00	4,09	3,56	53,95

Adicionalmente se tienen las condiciones iniciales en cada una de las pruebas, como se muestra en la **TABLA IV** y **TABLA V**.

TABLA IV
PARÁMETROS INICIALES

Entradas				
Tipo de prueba	Material	Prueba No.	Masa inicial miel (g)	Tamaño inicial semilla (μm)
Sin dopaje	Miel A	1	1746,00	250,00
Sin dopaje	Miel A	2	1960,00	250,00
Dopaje	Miel A	3	1853,46	250,00
Dopaje	Miel A	4	1935,15	250,00

TABLA V.
PARÁMETROS INICIALES

Entradas					
Brix inicial (%)	%sacarosa	Pureza (%)	Temperatura (°C)	Sobresaturación (y)	Concentración de dextrana dopada de alto peso molecular
79,60	48,24	60,60	68,00	1,10	0,00
75,00	45,45	60,60	68,00	1,10	0,00
82,20	49,81	60,60	68,00	1,10	14000,00
79,70	48,30	60,60	68,00	1,10	17000,00

25) Pruebas de viscosidad

Se realizan dopajes de dextrana de alto y bajo peso molecular en miel A para evaluar el impacto de estas impurezas en la viscosidad y la influencia de la temperatura en la consistencia del material. Para ello se usa un viscosímetro rotacional Brookfield con aguja # 2 para la miel A caracterizada en la **TABLA III**.

I. Diseño experimental

Se realizará un diseño factorial por bloques 2² con cuatro (4) réplicas en puntos centrales para miel A del proceso de cristalización, teniendo como factores: la relación entre azúcares reductores y cenizas totales (parte de ellas definidas como minerales K-Na-Mg-Ca), y la concentración de dextrana de bajo peso molecular (450-650kDa), con dos niveles: alto (+) y bajo (-). En la **TABLA VI** y en la **TABLA VII**, se muestra el diseño planteado los valores para cada nivel, respectivamente. Los valores registrados en la **TABLA IV** dependen de la caracterización realizada para la miel para determinar las cantidades dopadas.

TABLA VI.
DISEÑO FACTORIAL CON PUNTOS CENTRALES

Prueba	Factor	
	AR/cenizas	Concentración dextrana
1	-1	-1
2	-1	1

3	1	-1
4	1	1
5	0	0
6	0	0
7	0	0
8	0	0

TABLA VII.
VALORES PARA CADA NIVEL DEL FACTOR

	Factor	Nivel		
		-1	1	0
1	AR/cenizas	1,2	1,5	1,35
2	Concentración dextrana (ppm)	9000	17000	13000

26) Caracterización de mieles

Para determinar los valores de cada uno de los factores fue necesario una caracterización de la miel de trabajo.

c) Determinación de Azúcares

La cantidad de azúcares (sacarosa, glucosa y fructosa) es determinada por la metodología de **cromatografía líquida de alta eficiencia (HPLC)**, servicio prestado por el Centro de Investigación. En la **Figura 26** se muestra el equipo empleado.



Figura 26. Equipo para cromatografía líquida

d) Cenizas conductimétricas

Las cenizas conductimétricas se determinan con el uso de un conductímetro (ver **Figura 27**) que permite medir la concentración de las sales solubles ionizadas contenidas en una muestra; para ello es necesario la dilución de la miel, empleando 0.25g miel/100g agua desionizada. Esta metodología es adoptada de Cenicaña para la determinación de cenizas conductimétricas en mieles de caña.



Figura 27. Conductímetro Metler Toledo

e) Determinación de polisacáridos

Actualmente, para la determinación de dextranas en Cenicaña se emplea el método de Robert que consiste en la precipitación de polisacáridos con alcohol al 80%. La cuantificación es realizada mediante métodos espectrofotómetros (ver **Figura 28**) luego de la hidrolización del polímero y la formación de complejos con fenol, para su medición colorimétrica. De esta manera se realiza una estimación de contenido de polisacáridos del 90% de los polisacáridos totales determinados en las mieles del proceso [10] [11].



Figura 28. Espectrofotómetro UV-1800 Shimadzu

f) Medición de brix

Para la medición de brix en mieles, es necesario realizar una dilución 1:5 debido al alto contenido de sólidos que dificulta la lectura en el refractómetro, instrumento que mide la cantidad de luz que se refracta a medida que pasa a través de la muestra: cuanto mayor sea el contenido de sólidos en la muestra, mayor se refracta. Luego de disuelta la miel se dispone una pequeña cantidad en el vidrio medidor del refractómetro, como se muestra en la **Figura 29**, y el valor mostrado se debe multiplicar por 5 para obtener el brix de la miel.

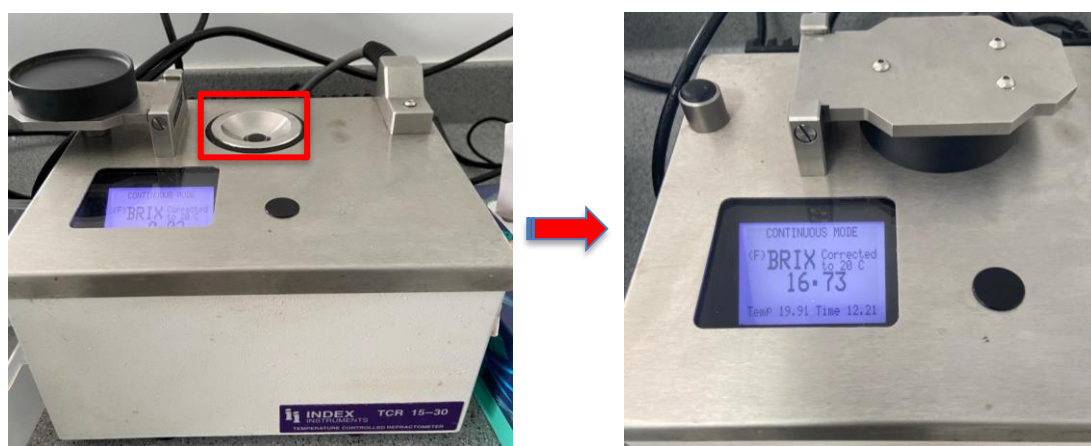


Figura 29. Medición de brix con refractómetro

En la **TABLA VIII** se muestra la caracterización para la miel B.

TABLA VIII.
CARACTERIZACIÓN DE MIEL B

Caracterización Miel B							
Brix	Polisacáridos (ppm)	Sacarosa (%p/p)	Glucosa (%p/p)	Fructosa (%p/p)	%Cenizas conductimétricas	Pureza	AR/czas
79,85	1183,47	48,93	4,96	4,73	8,16	61,28	1,19

J. Preparación de materiales

A la miel caracterizada se le realizan una serie de preparaciones para transformar la miel B a una miel A, con el fin de obtener un material que cumpla con características similares encontradas en el sector azucarero. Para ello se realizan balances de masa para determinar la cantidad de azúcares y agua que se deben añadir.

Se emplea de esta forma la herramienta SOLVER de Excel para resolver el balance de materia con las condiciones/restricciones planteadas.

27) Balance para transformación de miel

Se tienen unos valores de entrada para el balance, que son los mostrados en la TABLA IV, y se plantean una base de cálculo de 1500g inicialmente, teniendo en cuenta las restricciones de volumen mencionados en la sección 5.3.3, y unos valores referencia del sector para miel A (ver **TABLA IX**).

TABLA IX.
VALORES REFERENCIA PARA MIEL A

Valores de referencia	
Componentes	Miel A
Sacarosa (%)	51,28
Glucosa (%)	2,91
Fructosa (%)	2,66
Sólidos solubles [Brix] (%)	76,00
Polisacáridos (ppm)	7210,00
Cenizas (%)	5,36
Pureza (%)	71,00

- **Balance global**

$$M_{T1} = M_{T0} + M_a \quad \text{Ecuación 7}$$

$$M_a = W_{g,a} + W_{f,a} + W_{s,a} + W_{w,a} \quad \text{Ecuación 8}$$

$$M_{T0} = W_{g,0} + W_{f,0} + W_{s,0} + W_{w,0} \quad \text{Ecuación 9}$$

- **Balance sacarosa**

$$W_{s,1} = W_{s,0} + W_{s,a} \quad \text{Ecuación 10}$$

- **Balance agua**

$$W_{w,1} = W_{w,0} + W_{w,a} \quad \text{Ecuación 11}$$

- **Balance glucosa**

$$W_{g,1} = W_{g,0} + W_{g,a} \quad \text{Ecuación 12}$$

- **Balance fructosa**

$$W_{f,1} = W_{f,0} + W_{f,a} \quad \text{Ecuación 13}$$

- **Balances sólidos solubles**

$$W_{ss,1} = W_{ss,0} + W_{ss,a} \quad \text{Ecuación 14}$$

$$W_{ss,a} = W_{g,a} + W_{f,a} + W_{s,a} \quad \text{Ecuación 15}$$

- **Balance de cenizas**

$$W_{as,1} = W_{as,0} \quad \text{Ecuación 16}$$

- **Balance polisacáridos**

$$W_{p,1} = W_{p,0} \quad \text{Ecuación 17}$$

Y el porcentaje de cenizas finales,

$$\% \text{Cenizas} = \frac{W_{as,1}}{M_{T1}} * 100\% \quad \text{Ecuación 18}$$

Para el cálculo de polisacáridos base brix, se tiene que

$$\frac{\text{Polisacaridos}}{\text{brix}} = \frac{W_{p,1}}{\% \text{Brix}} * 100 \quad \text{Ecuación 19}$$

Luego el brix será determinado

$$\% \text{Brix} = \frac{W_{ss,1}}{M_{T1}} * 100\% \quad \text{Ecuación 20}$$

La pureza final está dada por

$$P_{mol,1} = \frac{W_{s,1}}{W_{ss,1}} * 100\% \quad \text{Ecuación 21}$$

Relación azúcares reductores y cenizas

$$AR/czas = \frac{W_{f,1} + W_{g,1}}{W_{as,1}} \quad \text{Ecuación 22}$$

Se fijarán unas restricciones, como la pureza, AR/czas, y relación glucosa/fructosa (valor que permanece parcialmente constante), y el valor de brix será el valor objetivo insertado en la herramienta SOLVER. Estos valores garantizan la transformación de miel B a miel A.

Valor objetivo

- $\% \text{Brix} = 76$

Restricciones

- $P_{mol,1} = 71$
- AR/czas toma valores de 1.2-1.35-1.5 según la prueba experimental
- $G/F \leq 1.1$

Por lo que se tienen resultados diferentes según el valor de AR/czas fijado.

Las cantidades añadidas luego de resolver el balance con las restricciones mencionadas se presentan en la **TABLA X**.

TABLA X.
CANTIDADES AÑADIDAS PARA LA CONVERSIÓN DE UNA MIEL B A UNA MIEL A

Cantidades añadidas			
AR/czas	1,2	1,35	1,5
Sacarosa (g)	403,984	448,769	493,55
Glucosa (g)	0,496	9,643	18,86
Fructosa(g)	0,494	9,639	18,71
Agua	203,873	223,793	243,71

28) Transformación de miel

De acuerdo con los valores obtenidos en la sección 5.6.1. se hace la preparación de mieles. Las cantidades de azúcares y agua que debían añadirse a la miel se disponen en un beaker de 1000 mL y se usa un mezclador para homogenizar la solución. Posteriormente se dispone la mezcla en el beaker de la **Figura 30** en un recipiente donde se tiene la miel B previamente caracterizada.

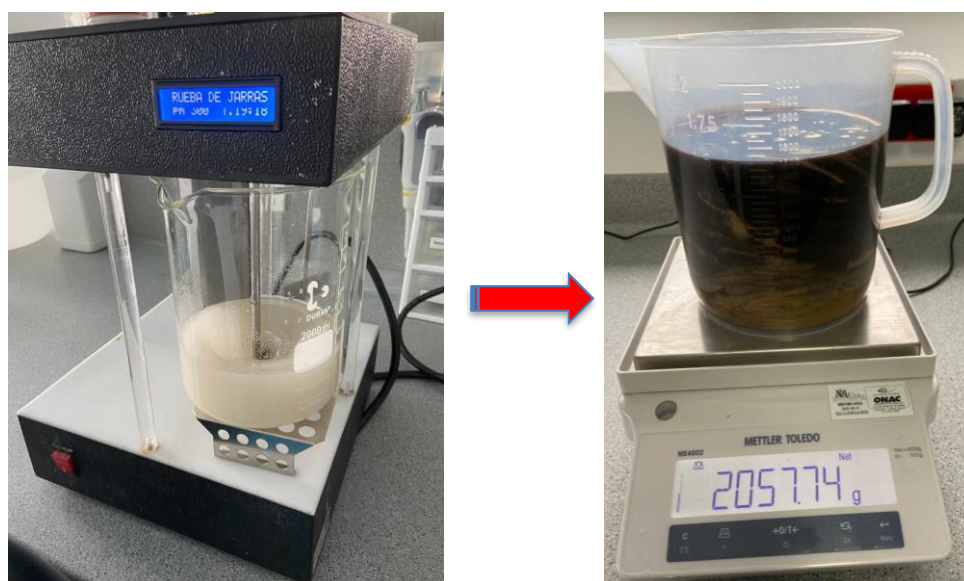


Figura 30. Mezclado y peso de material

29) Preparación de dextrana

g) Cálculo de dextrana

Para determinar la cantidad de dextrana necesaria para el dopaje del material y alcanzar los niveles presentados en la tabla d, se emplea la **Ecuación 23**

$$W_{DE} = W_{So} * \frac{W_{SD}}{100} * (W\#_P - W_{iP}) * \frac{100}{100 - W_{w,DE}} \quad \text{Ecuación 23}$$

Donde

W_{DE} : Masa dextrana (mg)

W_{So} : Masa de miel (kg)

W_{SD} : Contenido de sólidos solubles (°Brix)

$W\#_P$: Concentración objetivo de polisacáridos (ppm/°brix)

W_{iP} : Concentración inicial de polisacáridos (ppm/°Brix)

$W_{w,DE}$: Porcentaje de humedad dextrana.

La preparación de la dextrana necesaria se realiza mediante la dilución de los miligramos de dextrana en 40g de agua, ya que la metodología de dopaje con dextrana en mieles de Cenicaña sugiere disolver 10g de agua por cada 500g de miel a dopar.

Debido a que la dextrana es un polisacárido con una textura gelatinosa al contacto con agua, la dilución se hace compleja si se agregan los miligramos totales en todo el contenido de agua. Por esto se decide calentar el agua previamente hasta una temperatura de aproximadamente 60°C, y posteriormente se genera un vórtex (a 700 rpm) con el uso de una plancha y un magneto con el fin de agregar de manera paulatina la dextrana, asegurándose de tener una dilución completa cada vez que se agregan pequeñas cantidades. En la **Figura 31** se puede apreciar el procedimiento descrito anteriormente.

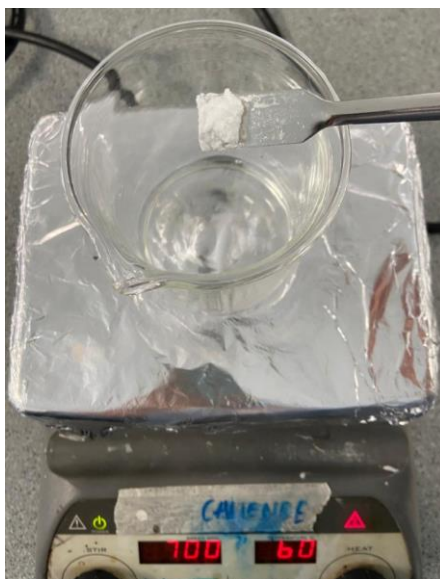


Figura 31. Preparación de dextrana

30) Preparación de semilla

La semilla empleada en el proceso de cristalización debe ser tamizada con el fin de obtener un cristal con un tamaño de partícula entre $250\mu\text{m}$ - $300\mu\text{m}$ que resulta ser el tamaño empleado para el semillamiento en la templa de B. Se emplearon dos tipos de azúcar fino provenientes de dos diferentes ingenios con lo que se logran diferentes porcentajes (%) de retenido, como se muestra en la **TABLA XI**. A pesar de que el porcentaje (%) de retenido es bajo para ambos tipos de azúcar, obtiene mejores resultados el azúcar producido por el ingenio 2, logrando también menores tiempos de tamizado para el azúcar total necesario a tamizar.

TABLA XI.
ESTANDARIZACIÓN DE TAMIZAJE

# malla	Apertura de malla	Cantidad agregada (g)	Cantidad obtenida(g)	% Retenido de interés	Promedio de retenido	Tiempo de tamizado (min)
		85,7	9	10,50		
50	300	103,9	12,1	14,12		
		80	9,8	12,25		
		130	15,2	11,69		
		93,8	20	21,32	12,75	8
60	250	176,8	19,7	11,14		
		166	22,1	13,31		
		230	17,6	7,65		

		315,3	44,2	14,02		
50	300	311,1	40,3	12,95		
		338	45,9	13,58		
		240	34	14,17	14,04	8
60	250	324	44,2	13,64		
		320	43	13,44		
		316	52	16,46		

Para ello se emplean los tamices número 60-50 (ver **Figura 32**) para lograr el objetivo antes mencionado.



Figura 32. Tamices empleados para la semilla.

h) Cálculo semilla

Para determinar la cantidad de semilla necesaria para llevar a cabo cada una de las pruebas, es necesario establecer ciertas condiciones y variables.

$$m_{cr,0} = m_{cr,1} * \left(\frac{d_{cr,0}}{d_{cr,1}}\right)^3 * \frac{n_{cr,0}}{n_{cr,1}} \quad \text{Ecuación 23}$$

Donde

$m_{cr,0}$: Cantidad de cristales en un tiempo 0 (punto de semillamiento).

$m_{cr,1}$: Cantidad de cristales en un tiempo 1 (fin de templa).

$d_{cr,0}$: Tamaño de cristal en un tiempo 0 (250 μ m).

$d_{cr,1}$: Tamaño de cristal que se quiere obtener en un tiempo 1 (450 μ m).

$n_{cr,0}$: Número de cristales en un tiempo 0

$n_{cr,1}$: Número de cristales en un tiempo 1

Consideraciones:

- Se asume que no se dará formación de cristal espontáneo y por tanto el número de cristales en un tiempo 0 y 1 es el mismo.

Para calcular la cantidad de cristales al punto de descarga $m_{cr,1}$, se calcula en base al brix de masa deseado W_{SD} y el porcentaje de cristales en masa que se quiere, $\%Cr_{Mass}$, que resulta ser 45% para el caso de una templa de B.

$$m_{cr,1} = M_{T2} * \frac{W_{SD}}{100} * \frac{\%Cr_{Mass}}{100} \quad \text{Ecuación 24}$$

Donde

M_{T2} : Masa para punto de semillamiento

31) Cálculo de sobresaturación

Para hallar el brix de miel al cual se debe realizar el semillamiento y en el que se tiene una sobresaturación de 1.1 es necesario hacer un balance de masa hasta el punto de saturación, haciendo uso del volumen de control mostrado en Ilustración 1.

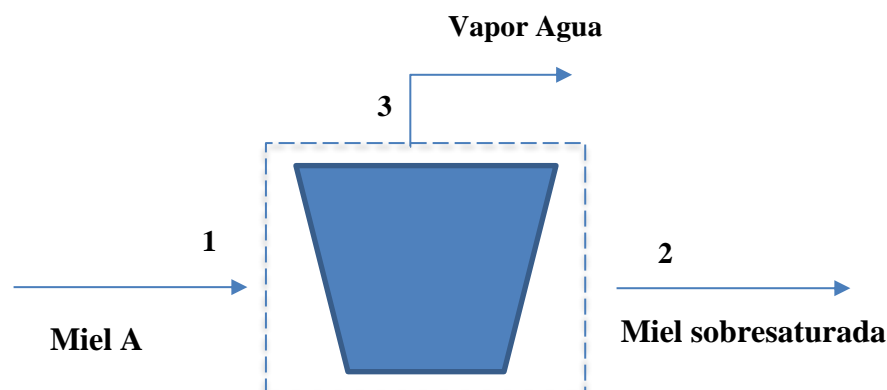


Ilustración 1. Volumen de control-Tacho

- Balance global

$$M_{T1} = M_{T2} + M_{T3} \quad \text{Ecuación 25}$$

- Balance de sacarosa

$$M_{S1} = M_{S2} \quad \text{Ecuación 26}$$

- Balance de agua

$$M_{W1} = M_{W2} + M_{W3} \quad \text{Ecuación 27}$$

- Balance de sólidos

$$M_{SS1} = M_{SS2} \quad \text{Ecuación 28}$$

y a su vez,

$$M_{SS1} = W_{S1} * M_{T1} \quad \text{Ecuación 29}$$

- Balance de impurezas

$$M_{I1} = M_{I2} \quad \text{Ecuación 30}$$

$$M_{I1} = M_{SS1} - M_{S1} \quad \text{Ecuación 31}$$

Luego de plantear cada uno de los balances del sistema, se procede al cálculo del agua que se requiere retirar para llegar a una sobresaturación de 1.1.

Inicialmente se calcula la concentración de azúcar en una solución pura a condiciones de saturación mediante le ecuaciones de Charles (Ecuación 32).

$$W_{s,p} = -64.407 + 0.07251T + 0.00205T^2 - 9.035 \times 10^{-6}T^3 \quad \text{Ecuación 32}$$

Donde **T** es la temperatura a la que se llevará a cabo el proceso (65-68°C), y para obtener la concentración de sacarosa en agua se reemplaza lo obtenido en la Ecuación 32 en la Ecuación 33.

$$(W_s/W_w)_{sat,p} = W_{s,p}/(100 - W_{s,p}) \quad \text{Ecuación 33}$$

Luego, se requiere calcular la concentración de sacarosa en una solución impura $(W_s/W_w)_{sat,i}$, a condiciones de saturación. Para ello se emplea el concepto de coeficiente de solubilidad, donde:

$$SC = \frac{(W_s/W_w)_{sat,i}}{(W_s/W_w)_{sat,p}} \quad \text{Ecuación 34}$$

Y además,

$$SC = 1 - 0.088 * I/W \quad (\text{para un rango de Temperatura de } 60\text{-}70^\circ\text{C}) \quad \text{Ecuación 35}$$

Donde

I/W : Relación impurezas- agua (extraído del balance)

Despejando de Ecuación 34 se tiene que

$$(W_s/W_w)_{sat,i} = SC * (W_s/W_w)_{sat,p} \quad \text{Ecuación 36}$$

Posteriormente, se quiere despejar la concentración de sacarosa W_s/W_w de una solución impura a las condiciones de proceso mediante la Ecuación 37.

$$y = \left(\frac{W_s/W_w}{(W_s/W_w)_{sat,i}} \right) = 1.1 \quad \text{Ecuación 37}$$

De esta forma, se tiene que

$$\left(\frac{W_s}{W_w} \right)_i = 1.1 * (W_s/W_w)_{sat,i} \quad \text{Ecuación 38}$$

Y dado que a cantidad de sacarosa es la misma, la cantidad de agua que se tiene en la corriente 2 es:

$$W_w = \frac{M_{s1}}{\frac{W_s}{W_w}} \quad \text{Ecuación 39}$$

Luego, la cantidad de agua evaporada

$$M_{W3} = M_{W1} - W_w \quad \text{Ecuación 40}$$

Cuando se obtiene la cantidad M_{W3} de agua evaporada, se ha llegado al punto de sobresaturación deseado. Se requiere calcular además el grado de brix alcanzado.

$$W_{DS2} = \frac{M_{SS1}}{M_{T1} - M_{W3}} * 100 \quad \text{Ecuación 41}$$

K. Procedimiento experimental [12]

32) Etapa de concentración

El procedimiento para la ejecución de los ensayos experimentales fue el siguiente:

1. Encender sistema de control.
2. Una vez encendido el sistema de control, se acciona el calentamiento del sistema insertando el Set-Point en el panel de control como se muestra en la **Figura 33**.

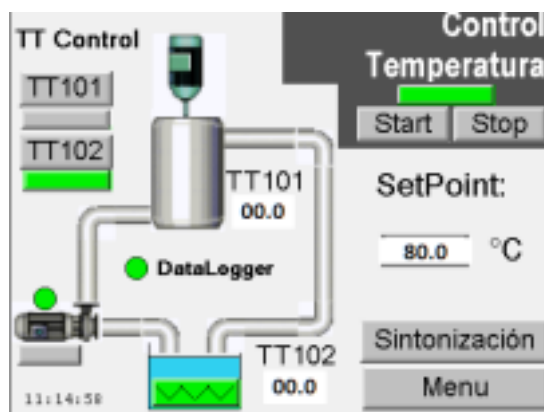


Figura 33. Visualización panel de control

3. Encender el sistema de enfriamiento mostrado en la **Figura 14**.
4. Alimentar la miel por el sistema de alimentación del tanque cristizador mostrado en la **Figura 12**.
5. Encender el motorreductor.
6. Conectar y encender la bomba de vacío cuando la temperatura de la miel alcance 65°C.
7. Cuantificar el agua condensada con la probeta acoplada según los cálculos realizados para llegar a la condición de sobresaturación.
8. Una vez se tiene el volumen de agua condensada, se apaga la bomba de vacío y el motorreductor.
9. Toma de muestra para la toma de °Brix y confirmar la sobresaturación.

33) Dopaje de dextrana

Una vez se llega al brix de semillamiento, se realiza el siguiente procedimiento para el dopaje de dextrana

1. Se descarga 500mL aproximadamente de miel concentrada proveniente del cristizador piloto mediante la apertura de la válvula de descarga, y se adiciona al recipiente que contiene la dextrana disuelta.

2. Se realiza una agitación rápida con una espátula y se alimenta toda la mezcla al tanque cristizador.
3. Se repite el paso 1 y 2 por tres (3) veces con el fin de asegurarse que toda la dextrana contenida en el recipiente sea mezclada con la miel.
4. Encender el sistema de agitación y bomba de vacío.
5. Concentrar nuevamente la miel hasta llegar nuevamente al brix de semillamiento (se ejecutan los pasos 8 y 9 de la sección 5.7.1).

34) Etapa de crecimiento del cristal

1. Agregar la semilla por la entrada de alimentación del tanque cristizador.
2. Encender el motorreductor.
3. Permitir el mezclado de la semilla por aproximadamente 5min.
4. Acondicionar la mezcla de miel y cristales hasta la temperatura de equilibrio, si esta descendió durante la adición de los cristales.
5. Encender la bomba de vacío.
6. Cuantificar el agua condensada necesaria para alcanzar el brix de masa deseado.
7. Verificar constantemente que el equipo opere a la temperatura deseada en condición estable, al igual que el sistema de vacío por 2.5 horas que es el tiempo establecido de templa.

35) Descarga y filtración de miel

1. Apagar el sistema de vacío y agitación.
2. Realizar purga de masa mediante la apertura lenta de la válvula inferior del cristizador.
3. Colectar la masa en un recipiente (ver **Figura 34**).



Figura 34. Masa B colectada

4. Se toma una cantidad de la masa recolectada en el numeral 3 y se agrega al filtro tipo pistón mostrado en la **Figura 19** ; adicionalmente se toma una muestra para realizar análisis cromatográficos de azúcares para cálculo de agotamiento posteriormente.
5. Ejercer la presión necesaria mediante el sistema de palanca. En la **Figura 35** se observa la masa luego de ser filtrada.



Figura 35. Masa comprimida luego de filtrada

6. Colectar la miel filtrada que sale por los orificios del filtro para ser luego llevada a análisis de cromatografía para analizar el agotamiento en el proceso.

L. Metodología para el lavado y separación de cristales

Para obtener los cristales de azúcar contenidos en la masa de templa, es necesario realizar un lavado que permita la separación parcial de la miel y los cristales. Para ello se utiliza la metodología de lavado de masa Nustch de Cenicaña, como sigue:

36) *Lavado de masa*

1. Se pesa 10 g de la masa descargada en un beaker de 250 mL.
2. Agregar 40mL de una solución saturada de azúcar, con el fin de dispersar la miel sin la disolución de cristales.
3. Someter la muestra a agitación por 10min a 220 rpm con la ayuda de un magneto y una plancha.
4. Disponer el contenido del beaker en un tubo falcon para ser centrifugado por 2min y 30seg a 4000rpm.
5. Retirar la miel contenida en el tubo falcon
6. El azúcar remanente en el tubo adicionarlo en un filtro de vacío con un papel filtro ALCO 1249.
7. Accionar el vacío conectado al filtro.
8. Lavar el azúcar del filtro con etanol al 95% (o más puro) con aproximadamente 3mL para remover la miel adherida a las superficies del cristal.
9. Agregar 5ml de etanol al tubo falcon con el fin de remover los cristales remanentes.
10. Repetir el paso 8 dos veces más.
11. Dejar secar los cristales contenidos en el filtro a temperatura ambiente

Finalmente se obtienen los cristales que se muestran en la **Figura 36**



Figura 36. Cristales de azúcar luego de ser lavados

37) *Medición de cristales*

Una vez secados los cristales que fueron lavados es necesario realizar medición de cristales y evaluar la tasa de crecimiento, así como la morfología del mismo. Para ello, se emplea el microscopio NIKON Eclipse 50i ubicado en el laboratorio de microbiología de Cenicaña.

Se toman los cristales de la muestra seca y se disponen en un porta objetos (ver **Figura 37**) para la toma de fotos mediante un software incorporado con la cámara.



Figura 37. Muestra de cristales de azúcar para toma de fotos en el microscopio

Se obtienen fotos como se muestra en la **Figura 38**, donde se permita tener un contraste entre el cristal y el fondo, ya que posteriormente se realiza el análisis mediante cristalográfico empleando un software diseñado en Cenicaña para la medición de cristales, CENICRISTAL.



Figura 38. Fotos de cristal de azúcar con objetivo 2X

M. Análisis cristalográfico

CENICRISTAL es una herramienta diseñada por Cenicaña para la medición de cristales, que permite determinar el tamaño promedio de un número de cristales analizados, así como el largo y ancho de cada cristal. Adicionalmente, puede clasificar los cristales aglomerados, alargados y simples, permitiendo un análisis profundo de una muestra de cristales. En la

Figura 39 se observa la interfaz del software mencionado, donde se debe adjuntar las imágenes así como ingresar la calibración respectiva de acuerdo con el objetivo usado en el microscopio, para el cual corresponde unas longitudes en el eje x y eje y por dimensión de pixel, y finalmente seleccionar el tipo de fondo de las fotos. Para el azúcar obtenido en las pruebas se utiliza objetivo 2X, con fondo claro.

Para los análisis cristalográficos se realiza la toma de 20 fotos por muestra y a cada muestra se realiza réplica con el fin de obtener un resultado más significativo con respecto a la población que se está analizando. De esta manera se tienen 40 fotos por prueba realizada.

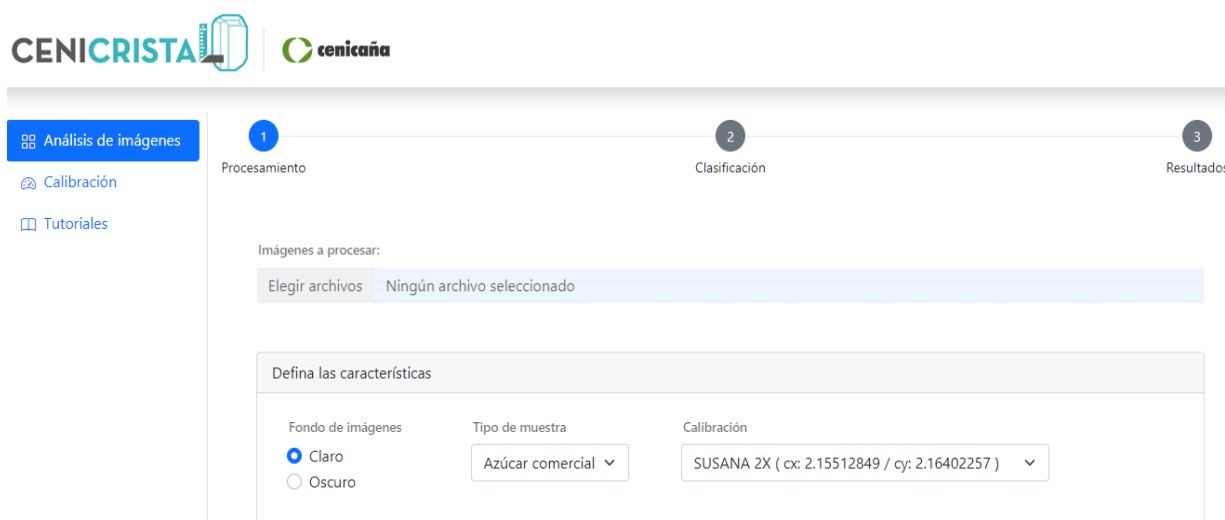


Figura 39. Interfaz software online, CENICRISTAL.

El software determina las dimensiones del cristal en términos de largo y ancho, lo que permite calcular la relación largo/ancho, así como la velocidad de cristalización, dada por la **Ecuación 42**.

$$V_{cr} = \frac{L_1 - L_2}{\Delta t} * 100$$

Ecuación 42

Donde

V_{cr} : Velocidad de cristalización ($\mu\text{m}/\text{h}$)

L_1 : Longitud del ancho del cristal en un tiempo 0 (μm)

L_2 : Longitud del ancho del cristal en un tiempo 1 (μm)

Se realizan los cálculos con el ancho del cristal puesto que con el largo pueden darse cálculos errados debido al efecto de elongación de la dextrana.

Con los datos proporcionados se calcula además la relación largo/ancho mediante la toma de la mediana, tanto del ancho como del largo, del conjunto de cristales obtenidos como se muestra en la **Ecuación 43**.

$$\frac{\text{largo}}{\text{ancho}} = \frac{\text{Mediana de lado largo}}{\text{Mediana de lado ancho}} \quad \text{Ecuación 43}$$

VI. RESULTADOS Y ANÁLISIS

N. Resultados pruebas preliminares

Inicialmente se realizan los cálculos pertinentes para el llegar a la sobresaturación deseada, el brix de semillamiento y la cantidad de semilla a adicionar. Según los modelos de cálculo mostrados en la sección 6.3 y 6.4 se tienen los valores de la **TABLA XII**.

TABLA XII.

VARIABLES CALCULADAS PARA PUNTO DE SEMILLAMIENTO

Tipo de prueba	Brix semillamiento (%)	Peso de cristales de semilla (g)
Sin dopar	84,41	88,96
Sin dopar	84,45	82,62
Dopaje 14000 ppm	84,38	88,12
Dopaje 17000 ppm	84,41	90,19

Luego de realizada la prueba se obtienen resultados en términos de agotamiento, velocidad de cristalización y morfología de cristal.

En la **Figura 40** se puede observar la reducción del agotamiento en mieles cuando se tiene un dopaje de dextrana, teniendo el menor agotamiento a la mayor concentración de dextrana. Se puede apreciar la correlación con la velocidad de cristalización (ver **Figura 42**), donde se observa un comportamiento similar: a mayor concentración de dextrana se tiene una menor velocidad de cristalización. Tasas de cristalización bajas conllevan a bajos agotamientos, pues implica que la sacarosa presente en la miel no se cristalizó en su totalidad para favorecer el crecimiento del cristal semilla y por el contrario quedó disuelta en la miel de proceso, siendo un escenario totalmente desfavorable para la industria.

Adicionalmente, se tiene la **Figura 41** donde se observa la relación largo/ancho de cristal para las diferentes pruebas preliminares. Se evidencia un aumento significativo en las dos últimas pruebas así como una alta variabilidad; esta dispersión puede dificultar la óptima selección del tamaño de poro empleado en la etapa de centrifugación, y por ende el rendimiento en la separación se ve afectado con el aumento en la pureza de la miel final cuando muchos de los cristales atraviesan fácilmente la malla filtrante. Este comportamiento se ve reflejado la **Figura 40** donde se tiene bajos agotamientos de miel. Se obtiene así una relación máxima de aproximadamente 2.8 con la mayor concentración de dextrana, y un incremento del 72% en el elongamiento del cristal. Altas concentraciones de dextrana llevan a una disminución drástica en la velocidad de cristalización como se muestra en la **Figura 42** como consecuencia del aumento en la viscosidad, según los resultados mencionado en la sección 4.2.1. En todos los resultados mostrados en las **Figura 40**, **Figura 41** y **Figura 42** se evidencia el efecto de la dextrana de alto peso molecular, en diferentes parámetros de proceso, como la morfología del cristal, agotamiento y velocidad de cristalización.

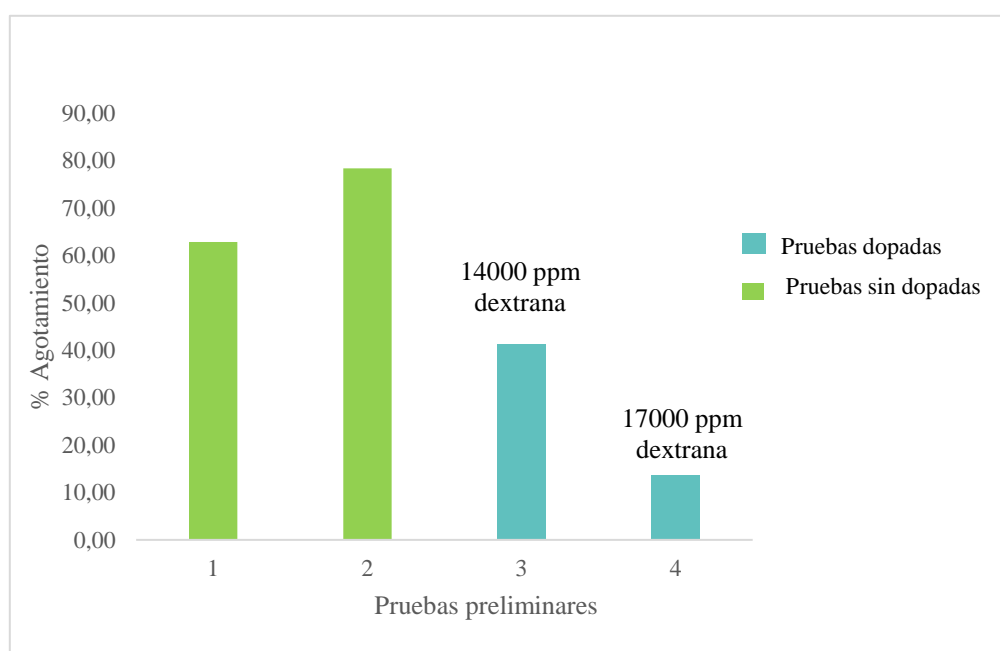


Figura 40. Agotamiento en mieles en pruebas preliminares

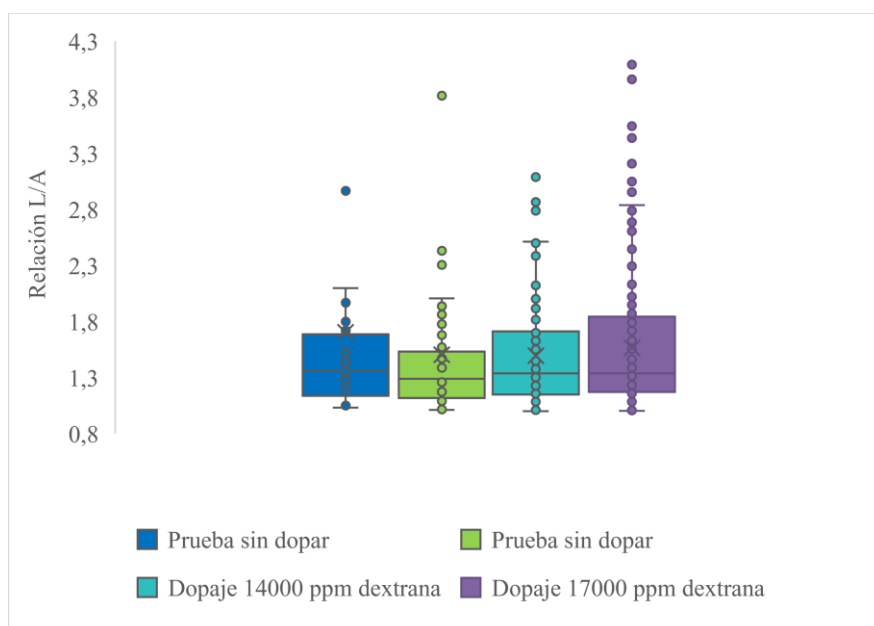


Figura 41. Relación largo/ancho en pruebas preliminares

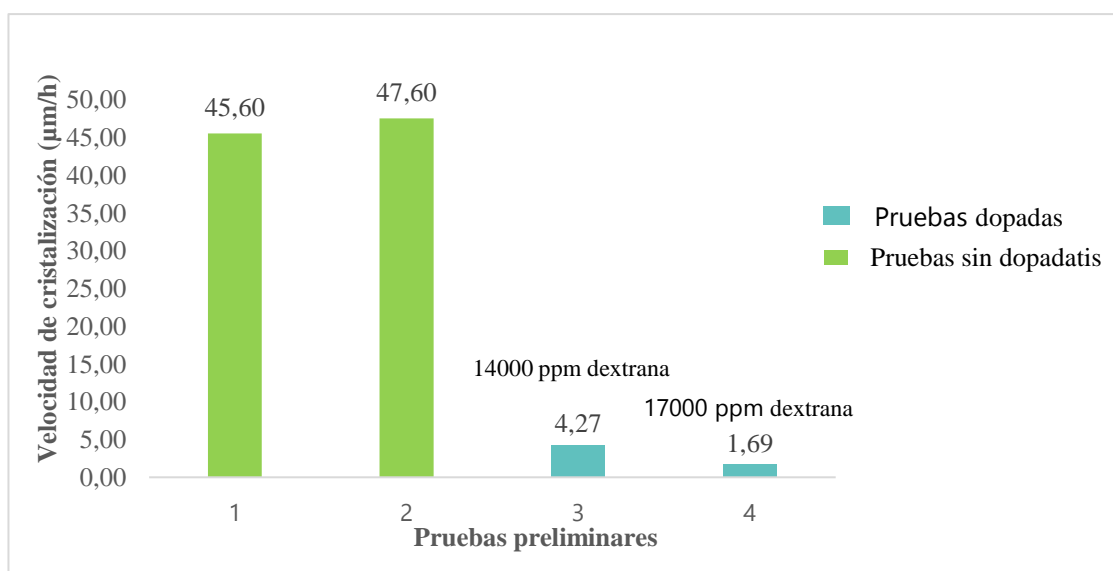


Figura 42. Velocidad de cristalización, pruebas preliminares

Se tiene una reducción en la velocidad de cristalización de aproximadamente el 93%, con el aumento en la concentración de dextrana de alrededor 6000 ppm de alto peso molecular, mostrando el fuerte impacto de este tipo de polisacáridos en parámetros de proceso.

A partir de la **Figura 43** se observa la morfología de los diferentes cristales de azúcar, evidenciando la generación de cristales elongados y de menor tamaño comparado con la **Figura 44** donde se tienen cristales más uniformes y con una morfología rectangular. Es importante aclarar que ambas fotos son tomadas con el mismo objetivo de microscopio (2X) por lo que no

se presentan distorsiones en la visualización de las imágenes al momento de compararlas. Se notan además en la **Figura 43** cristales con características rugosas y amorfas, lo que se puede relacionar con la adsorción de la dextrana en la superficie del cristal, haciendo que la red cristina sea menos selectiva [4]. Así mismo, se percibe la presencia de cristales pequeños lo que indica que posiblemente hubo nucleación espontánea en las pruebas dopadas con dextrana, como es mencionado como uno de los efectos en la sección 4.2.3 [9].

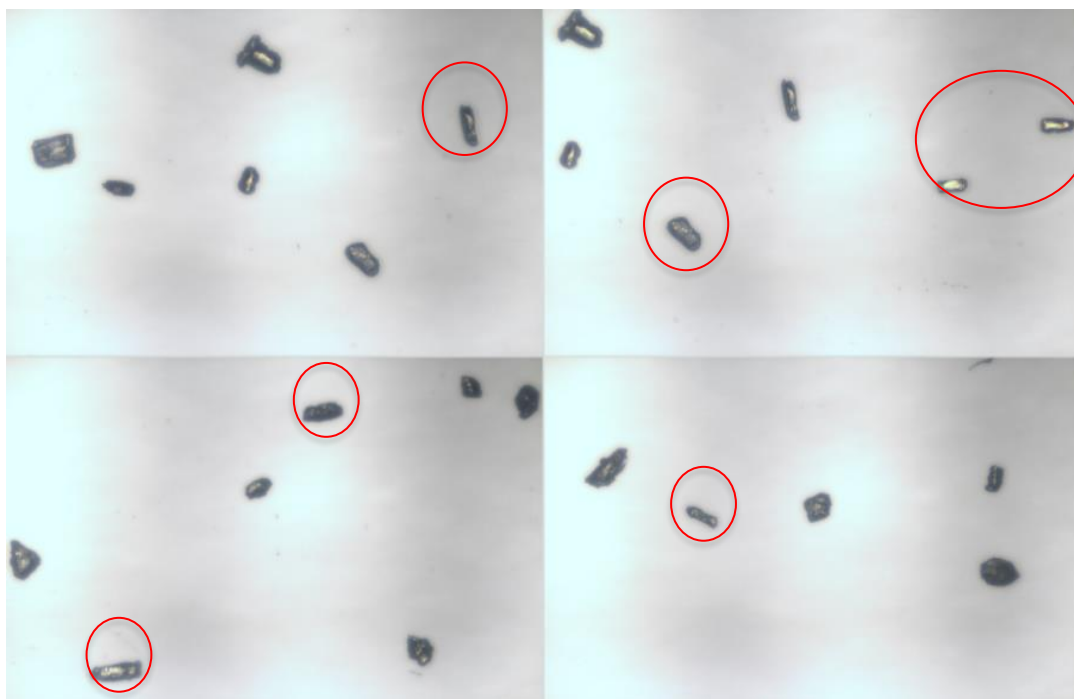


Figura 43. Cristales aguja para pruebas dopadas

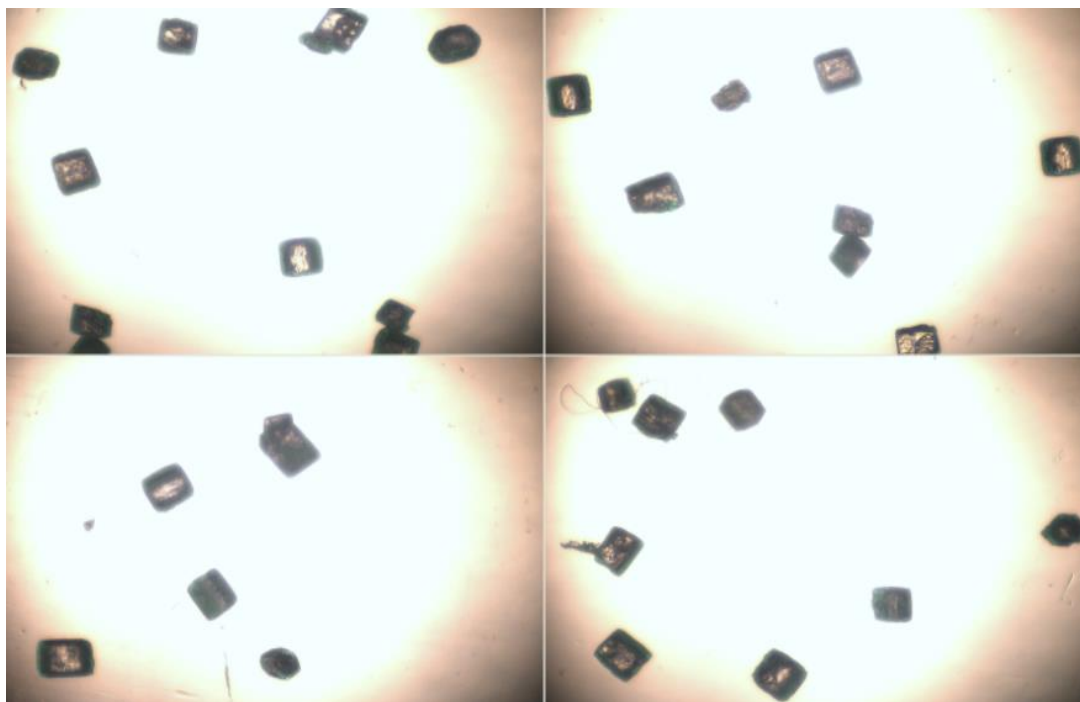


Figura 44. Imágenes de cristalografía para pruebas sin dopar

O. Pruebas viscosidad

En la **Figura 45** y **Figura 46**, se muestran los resultados obtenidos. Se puede evidenciar que la dextrana de alto peso molecular tiene un efecto significativo, alcanzando valores de consistencia **K** cercanos a 200cP para la concentración máxima de dextrana dopada. De igual forma, los estudios muestran que su criticidad se ve reflejada luego de alcanzar una concentración superior a 12000 ppm/Brix de dextrana, a diferencia de lo observado en la **Figura 46** donde el impacto en la viscosidad es menor cuando se tienen dextranas de bajo peso molecular, alcanzando un máximo de aproximadamente 130Cp para la máxima concentración de dextrana.

Es relevante que incrementos de 1000ppm/brix de dextrana de alto y bajo peso molecular se traducen en aumentos en la viscosidad de 11.4cP y aproximadamente 5cP, respectivamente.

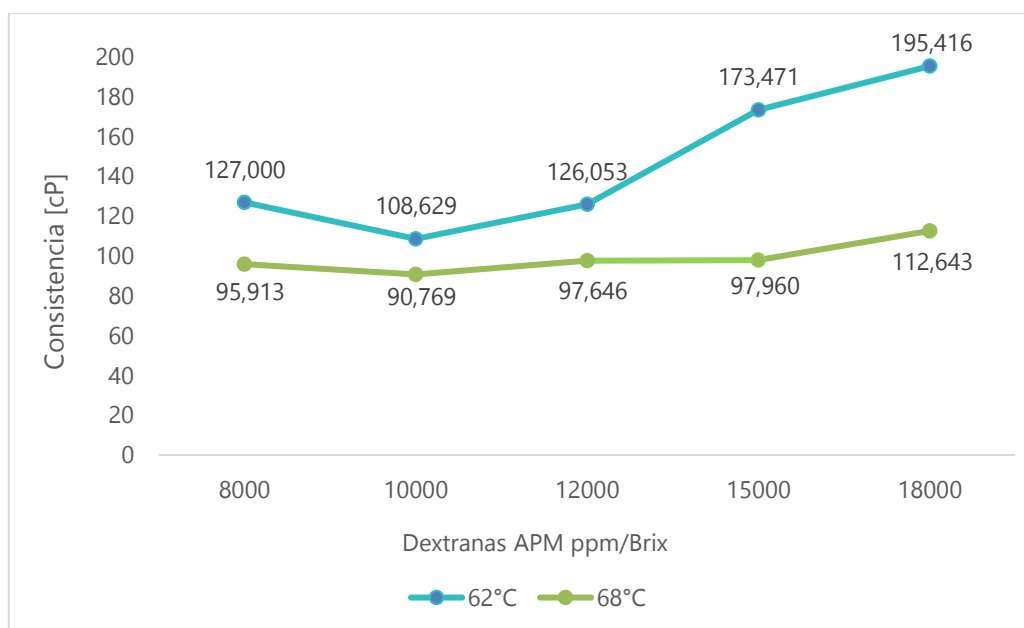


Figura 45. Consistencia para miel A dopada con dextrana de alto peso molecular.

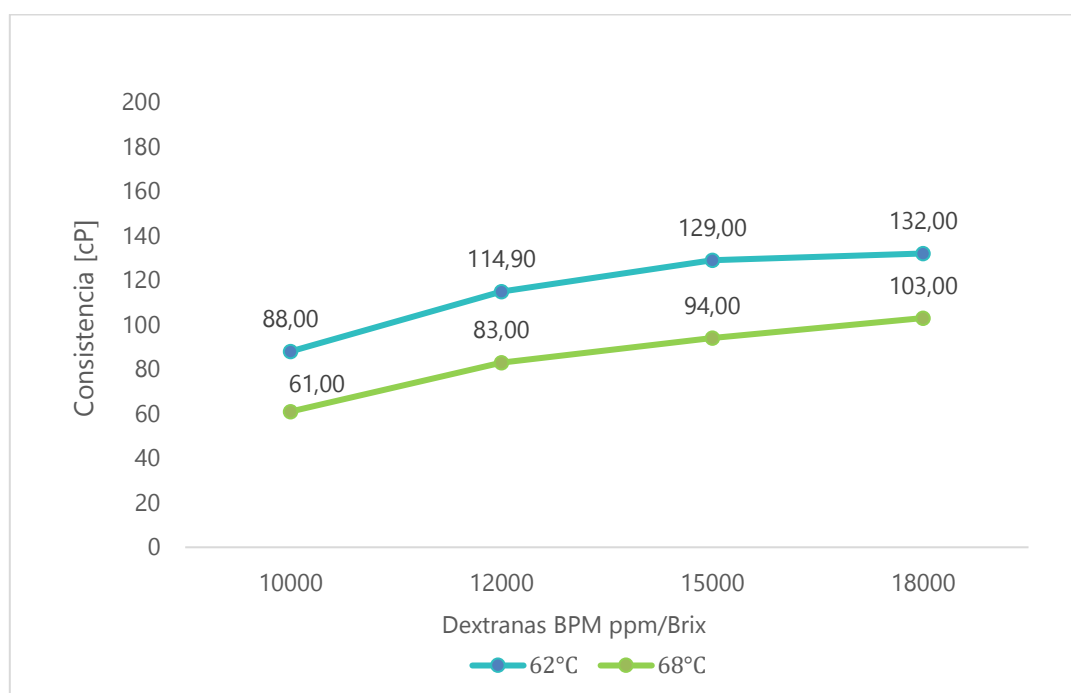


Figura 46. Consistencia de miel A dopada con dextrana de bajo peso molecular

En la **Figura 45** y **Figura 46** se observa que el efecto de la temperatura en la viscosidad de la miel puede considerarse como una alternativa de mitigación al tener concentraciones superiores a 12000 ppm/brix de dextrana de alto o bajo peso molecular

P. Resultados diseño experimental

Para el diseño experimental planteado se evalúa el comportamiento de las variables de respuesta, morfología de cristal y velocidad de cristalización. Se realiza un análisis estadístico

con el fin de determinar el efecto de los factores planteados, con un **nivel de confianza del 90%**, es decir una significancia de $\alpha=0.1$, la cual es aceptada para el proceso estudiado debido a la complejidad de la matriz del material, es decir, la miel, que, como se ha mencionado anteriormente, tiene la presencia de impurezas de diferentes tipos como minerales, polisacáridos, azúcares reductores, ácidos orgánicos e inorgánicos que pueden interferir significativamente. Así mismo, a nivel industrial la obtención de azúcar involucra procesos físicos y físico-químicos en los que parámetros operacionales pueden variar según las condiciones ambientales, geográficas, variedad de caña de azúcar, entre otros. Aumentar el nivel de confianza podría omitir efectos significativos en los factores planteados que impactan actualmente a nivel industrial.

Se realiza una prueba control con el valor mínimo de AR/cenizas y sin ningún tipo de dopaje de dextrana. En la **TABLA XIII** se muestran las variables calculadas para el punto de semillamiento.

TABLA XIII.
VARIABLES CALCULADAS PARA PUNTO DE SEMILLAMIENTO

Tipo de prueba AR/cenizas- Concentración dextrana	Brix semillamiento (%)	Peso de cristales de semilla (g)
Control	84,00	190,82
Mínimo -Mínimo	83,00	176,03
Mínimo -Máximo	83,50	196,17
Máximo-Mínimo	82,30	196,31
Máximo-Máximo	82,70	184,41
Medio-Medio	83,70	188,18
Medio-Medio	84,90	187,02
Medio-Medio	85,00	189,39
Medio-Medio	86,00	194,58

38) *Relación Largo/Ancho*

Se realiza un análisis de varianza para determinar si hay un efecto significativo de los factores en la relación largo/ancho, como se muestra en la **TABLA XIV**.

TABLA XIV.
ANÁLISIS DE VARIANZA PARA LA RELACIÓN L/A

Fuente	GL	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor p
Modelo	4	0,013645	0,003411	4,21	0,134
Lineal	2	0,007305	0,003652	4,51	0,125
AR/czas	1	0,001877	0,001877	2,32	0,225
Concentración dextrana	1	0,005427	0,005427	6,7	0,081
Interacciones de 2 términos	1	0,000687	0,000687	0,85	0,425
AR/czas*Concentración dextrana	1	0,000687	0,000687	0,85	0,425
Curvatura	1	0,005653	0,005653	6,98	0,078
Error	3	0,002431	0,00081		
Total	7	0,016077			

Se encuentra que el P-valor es menor a **0.1** para el caso de la concentración de dextrana, lo que indica que la concentración de dextrana afecta significativamente en la morfología del cristal. Por el contrario, el factor relación azúcares reductores/cenizas presenta un valor P- superior al α lo que indica que no impacta de manera significativa en la relación largo/ancho. El P-valor de la curvatura sugiere que hay un óptimo y es necesario realizar puntos adicionales para determinar el comportamiento en este punto.

En la **Figura 47** se grafican los efectos principales. Se observa una pendiente positiva pronunciada para la concentración de dextrana, lo que indica su fuerte impacto en el aumento en la relación largo/ancho, obteniendo un aumento de **5.38%** en la media de relación L/A para los niveles evaluados. Por otra parte, se observa menor impacto de los azúcares reductores/cenizas en la morfología del cristal. Sin embargo, se muestra una reducción en el largo/ancho cuando se incrementan las cantidades de glucosa y fructosa, por lo que altos niveles de estos azúcares podrían favorecer la cristalización de manera uniforme, al solapar o interferir con la adherencia de la dextrana en la superficie del cristal de sacarosa.

Se visualiza en la **Figura 47** lo mencionado con respecto a la significancia de la curvatura mostrada en la **TABLA XIV** (un valor óptimo para la relación L/A en el punto central de

ambos efectos), reiterando la necesidad de evaluar en rangos cercanos a este valor para determinar el comportamiento de la variable de respuesta a detalle.

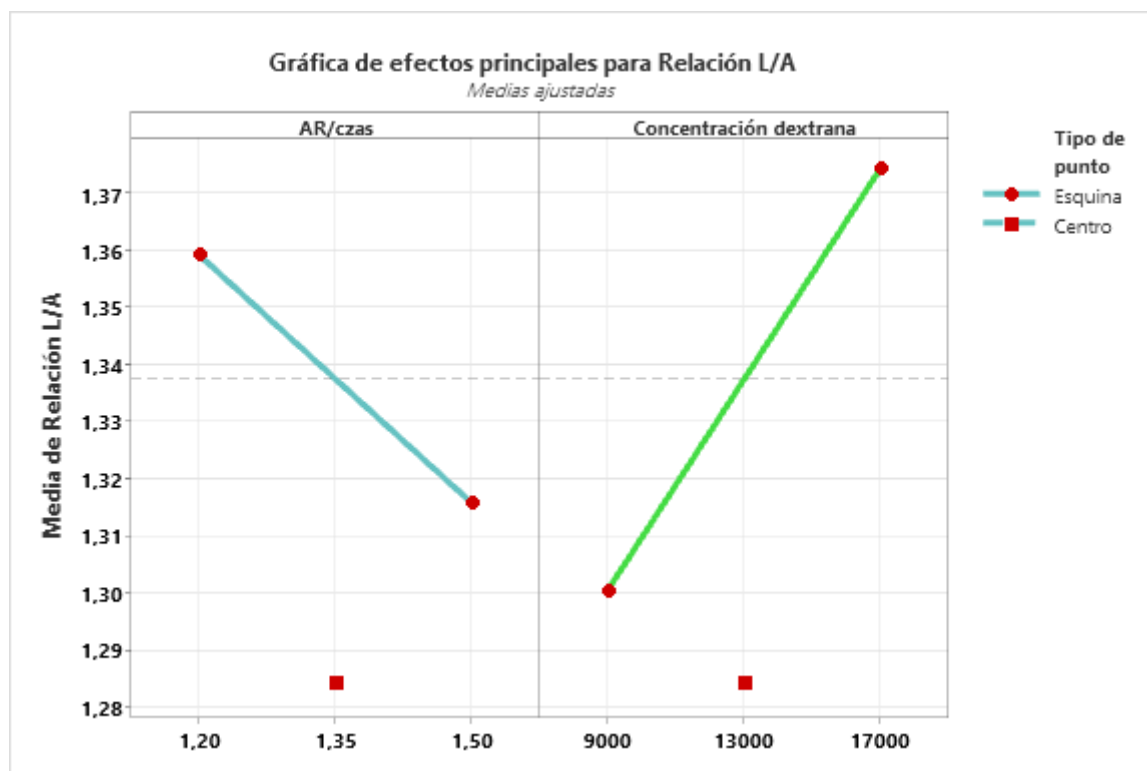


Figura 47. Efectos principales para la relación L/A

Este resultado muestra el crecimiento en la generación de grano elongado, que conlleva al aumento en la pureza de la miel final, es decir, una reducción en el agotamiento de mieles, generando de esta manera bajos rendimientos en la casa de cocimientos, al no ser separados apropiadamente los cristales de la miel en los tiempos de centrifuga a nivel industrial.

39) Velocidad de cristalización

En la TABLA XV se tiene el análisis de varianza obtenido para la velocidad de cristalización.

TABLA XV.
ANÁLISIS DE VARIANZA PARA VELOCIDAD DE CRISTALIZACIÓN

Fuente	GL	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor p
Modelo	4	523,82	130,955	6,57	0,077
Lineal	2	137,36	68,68	3,44	0,167
AR/cenizas	1	112,36	112,36	5,63	0,098
Concentración dextrana	1	25	25	1,25	0,344
Interacciones de 2 términos	1	0,04	0,04	0	0,967
AR/czas*Concentración dextrana	1	0,04	0,04	0	0,967
Curvatura	1	386,42	386,42	19,37	0,022
Error	3	59,84	19,947		
Total	7	583,66			

Se puede apreciar en la **TABLA XV** que el P-valor para el efecto de AR/cenizas es menor que el nivel de significancia $\alpha=0.1$, por lo que tiene un impacto significativo en la velocidad de cristalización a diferencia de la concentración de dextrana que supera el α , por lo que los efectos generados por la concentración podrían ser despreciables para el caso de la dextrana de bajo peso molecular. Adicionalmente el P-valor de la curvatura es inferior a 0.1, sugiriendo de igual manera un óptimo para la velocidad de cristalización.

En la **Figura 48** se muestra una disminución en la velocidad de cristalización cuando hay un aumento de dextrana, lo que es de esperarse debido al leve aumento en la viscosidad que se muestra en la **Figura 46**, por lo que los procesos de transferencia de masa, transferencia de calor y circulación de masa se dificultan. Sin embargo, el mayor impacto se puede apreciar con el incremento en la relación de azúcares reductores/cenizas, apreciándose la disminución de la solubilidad de la sacarosa por la presencia de glucosa y fructosa, favoreciendo así los procesos de cristalización, teniendo en cuenta que la cantidad de cenizas permanece constante y no hay degradación de sacarosa.

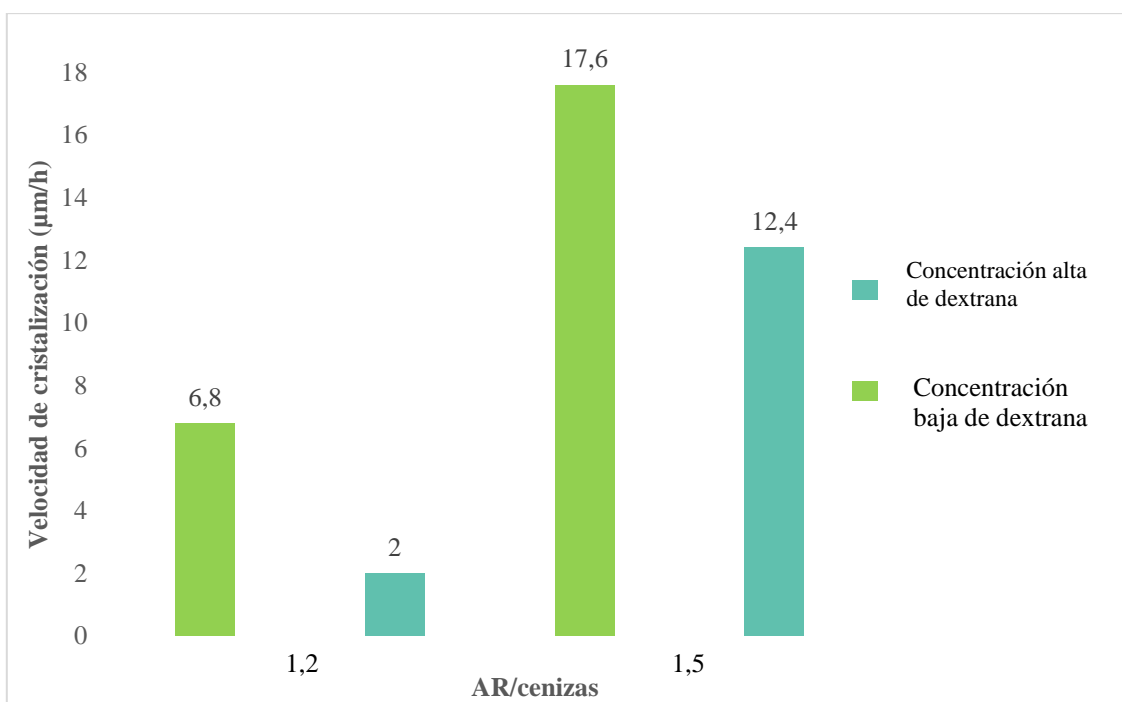


Figura 48. Comportamiento de la velocidad de cristalización

Soportando la tendencia mostrada en la **Figura 48**, así como los resultados mostrados en la **TABLA XV**, en la **Figura 49** se muestran los efectos principales para la velocidad de cristalización: el efecto con mayor grado de impacto es la relación azúcares reductores/cenizas, teniendo una pendiente de la recta más inclinada, por lo que un cambio de 0.3 en la relación azúcares reductores cenizas podría triplicar la velocidad de cristalización.

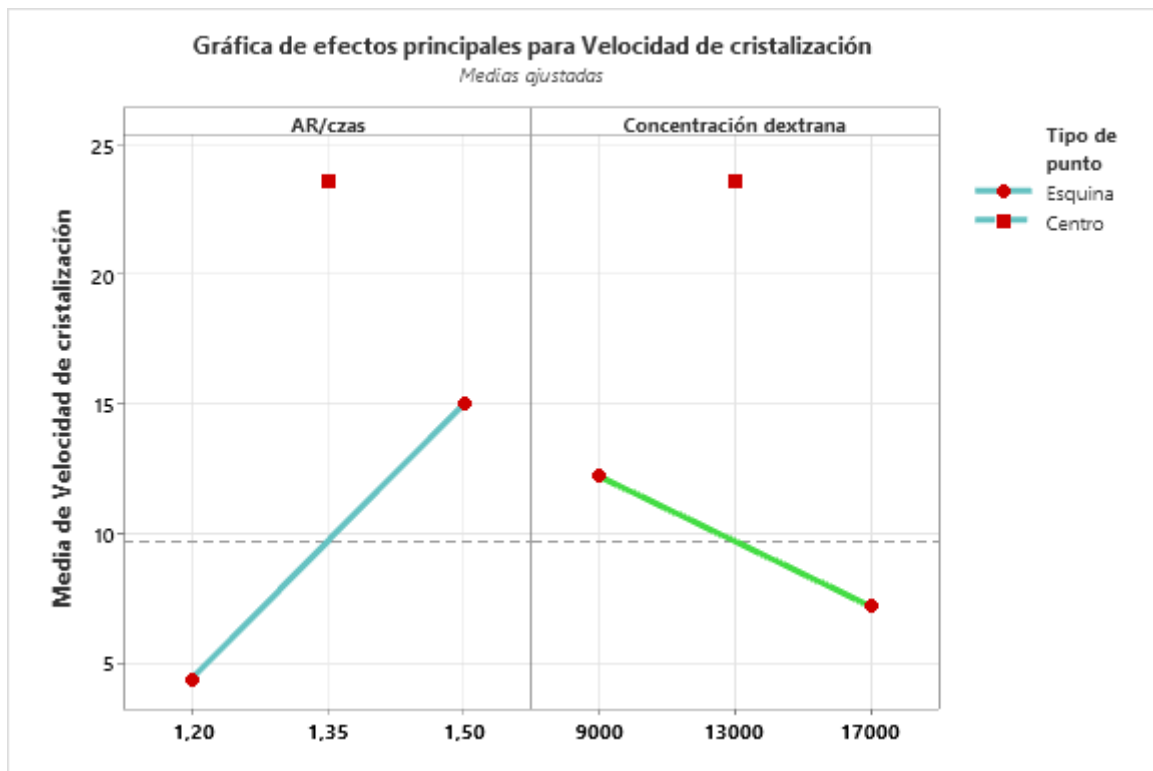


Figura 49. Gráfica de efectos principales para la velocidad de cristalización

Al aumentar la velocidad de cristalización se genera mejor agotamiento y menor volumen en la miel final, puesto que es posible extraer mayor cantidad de sacarosa en un tiempo determinado. Se obtienen, además, tamaños de cristal objetivo más rápidamente y con ello es posible acotar tiempos de templa, mejorando de esta forma el rendimiento en la casa de cocimientos.

VII. CONCLUSIONES

- La viscosidad en mieles de proceso se ve incrementada de manera significativa cuando se tienen concentraciones superiores a 12000 ppm de dextrana de alto peso molecular, obteniéndose aumentos de 11.4 cP. De otra parte, en la dextrana de bajo peso molecular los incrementos no superan los 5 cP. Además, se observa que la temperatura mitiga este impacto.
- La velocidad de cristalización se ve afectada con el aumento significativo en la viscosidad del material cuando se tienen dextranas de alto peso molecular, teniendo una reducción drástica del 93.6% en la tasa de crecimiento del cristal para una concentración de 17000 ppm. De manera contraria, las dextranas de bajo peso molecular no generan un efecto significativo en la velocidad de cristalización al definir un nivel de significancia $\alpha=0.1$.
- Los azúcares reductores favorecen los procesos de cristalización al disminuir la solubilidad de la sacarosa, encontrándose que al aumentar la cantidad total de glucosa y fructosa en un 25% el incremento en la velocidad de cristalización es de 158% aproximadamente para valores de concentraciones mínimas de dextrana de bajo peso molecular. El P-valor de 0.098 confirma el efecto significativo de este factor en la velocidad de cristalización.
- Dextranas de bajo y alto peso molecular afectan la morfología del cristal debido a su oclusión y adherencia en una de las caras, generando cristales elongados o tipo aguja. Sin embargo, se observan incrementos mayores al doparse con dextrana de alto peso molecular, obteniéndose un incremento del 72% y 5% en la relación largo/ancho cuando se tienen las concentraciones máximas de dextrana de alto y bajo peso molecular, respectivamente.
- La curvatura significativa mostrada para las variables de respuesta sugiere la conveniencia de añadir puntos experimentales para ajustar el modelo estadístico y así poder observar el comportamiento en la zona central, donde posiblemente se tienen óptimos en las variables de respuesta, velocidad de cristalización y morfología de cristal

- Los valores obtenidos para cada una de las variables de respuesta no necesariamente coinciden con los reportados a nivel industrial puesto que, si bien muchas de las condiciones operaciones son posibles a escala piloto, los mecanismos de transferencia de calor y forma de alimentación a nivel industrial pueden diferir. Sin embargo, el impacto en las variables de respuesta es independiente a los valores absolutos que se puedan obtener.

VIII. RECOMENDACIONES

- Emplear temperaturas de operación altas (que no superen los 70°C) puede ser una alternativa de mitigación para el efecto de la dextrana de alto peso molecular en la viscosidad en mieles de proceso. Así mismo, el uso de enzimas como dextranasa puede usarse para el rompimiento de cadenas largas y reducir el impacto generado por este tipo de dextrana.
- Luego de observar el comportamiento de ambos tipos de dextrana se hace necesario el planteamiento de un diseño experimental para la dextrana de alto peso molecular que muestra tener un mayor impacto en las variables de respuesta.

IX. REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS

- [1] P. Rein, Cane Sugar Engineering 2nd ed. 2017
- [2] Cenicaña, “Diagrama del proceso de obtención de azúcar.” Florida, Valle del Cauca, 2019.
- [3] Cenicaña, “Etapa de cristalización y centrifugación.” Florida, Valle del Cauca, 2019.
- [4] A. Agudelo and J. Luna, “DETERMINACIÓN DEL COEFICIENTE DE SOLUBILIDAD DE LA SACAROSA EN MIELES DE INGENIOS COLOMBIANOS Y EVALUACIÓN DE LAS CONDICIONES Y ASPECTOS CLAVE EN LA PREPARACIÓN DE SLURRY.” Florida, Valle del Cauca, 2019.
- [5] M. Saska, “Crystallization rate , heat transfer and viscosity of technical sugarcane liquors,” no. February, 2016.
- [6] S. Kaur and R. S. S. Kaler, “Dextran and its effect on the flow behaviour of molasses and crystallization rate,” vol. 86, pp. 55–60, 2008, doi: 10.1016/j.jfoodeng.2007.09.010.
- [7] M. Edgecombe, “DEALING WITH DEXTRAN IN THE SOUTH AFRICAN SUGAR INDUSTRY,” pp. 28–47, 2005.
- [8] N. Faria, M. N. Pons, S. Feyo de Azevedo, F. A. Rocha, and H. Vivier, “Quantification of the morphology of sucrose crystals by image analysis,” Powder Technol., vol. 133, no. 1–3, pp. 54–67, 2003, doi: 10.1016/S0032-5910(03)00078-0.
- [9] A. Borji, F. E. Borji, and A. Jourani, “Sugar Industry: Effect of Dextran Concentrations on the Sucrose Crystallization in Aqueous Solutions,” J. Eng. (United Kingdom), vol. 2019, no. 1, pp. 1–7, 2019, doi: 10.1155/2019/7987369.
- [10] M. M. Bukhari, S. El Khaseh, A. Osman, and S. E. F. Hegazi, “Investigations of the influence of dextran on sugar cane quality and sugar cane processing in Kenana sugar factory,” J. Chem. Pharm. Res., vol. 7, no. 4, pp. 381–392, 2015.
- [11] Cenicaña, “Metodología para la determinación de polisacáridos totales en mieles.” Florida, Valle del Cauca, 2020.
- [12] Cenicaña, “Protocolo cristalizador piloto.” Florida, Valle del Cauca, 2021.