

UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR
FACULTAD DE INGENIERÍA Y ARQUITECTURA
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA E INGENIERÍA DE ALIMENTOS



**IMPACTO DE LAS IMPUREZAS SOBRE EL
COEFICIENTE DE SOLUBILIDAD DE LA SACAROSA Y
PUREZA OBJETIVO EN EL PROCESO DE RECOBRADO
DE AZÚCAR DE CAÑA**

PRESENTADO POR:

SALVADOR ENRIQUE COLOCHO TRIGUEROS

JUAN MANUEL GUZMÁN ORTEGA

PARA OPTAR AL TÍTULO DE:

INGENIERO QUÍMICO

CIUDAD UNIVERSITARIA, ABRIL DE 2018

UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR

RECTOR:

M.Sc. ROGER ARMANDO ARIAS ALVARADO

SECRETARIO GENERAL:

M.Sc. CRISTÓBAL HERNÁN RÍOS BENÍTEZ

FACULTAD DE INGENIERÍA Y ARQUITECTURA

DECANO:

ING. FRANCISCO ANTONIO ALARCÓN SANDOVAL

SECRETARIO:

ING. JULIO ALBERTO PORTILLO

**ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA E INGENIERÍA DE
ALIMENTOS**

DIRECTORA:

DRA. TANIA TORRES RIVERA

UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR
FACULTAD DE INGENIERÍA Y ARQUITECTURA
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA E INGENIERÍA DE ALIMENTOS

Trabajo de graduación previo a la opción al grado de:

INGENIERO QUÍMICO

Título:

**IMPACTO DE LAS IMPUREZAS SOBRE EL COEFICIENTE
DE SOLUBILIDAD DE LA SACAROSA Y PUREZA
OBJETIVO EN EL PROCESO DE RECOBRADO DE
AZÚCAR DE CAÑA**

Presentado por:

SALVADOR ENRIQUE COLOCHO TRIGUEROS

JUAN MANUEL GUZMÁN ORTEGA

Trabajo de Graduación Aprobado por:

Docentes asesores:

DR. JOSÉ ANÍBAL ERAZO CORNEJO

San Salvador, Abril 2018

Trabajo de Graduación Aprobado por:

Docente Asesor:

DR. JOSÉ ANÍBAL ERAZO CORNEJO

RESUMEN

A continuación, se presenta una descripción detallada del proceso utilizado para la obtención de correlaciones que permitan el cálculo del coeficiente de solubilidad, así como de pureza objetivo en mieles finales del proceso de fabricación de azúcar. La investigación fue realizada durante el período de zafra 2016 / 2017 en un ingenio azucarero de El Salvador.

En el proceso de producción de azúcar de caña, el Coeficiente de Solubilidad (CS) y la Pureza Objetivo (PO) tienen una gran relevancia debido a su utilidad para definir parámetros de operación en la etapa de cristalización de sacarosa (que es el producto de interés en el proceso), así como para evaluar el rendimiento general del proceso de recobrado de azúcar mediante la Pureza Objetivo. Para definir e interpretar estas propiedades se hace uso de los conceptos de: solubilidad, saturación, coeficiente de sobresaturación, pérdidas de sacarosa, relación de no sacarosa sobre agua (NS/W).

Para obtener los datos de interés se realizó un proceso experimental, iniciando por el tipo y selección de muestra utilizada, se establecieron los balances de materia, se determinaron las ecuaciones a utilizar describiendo sus variables respectivas, y se aplicaron metodologías y procedimientos a nivel de laboratorio que permitieron la caracterización de las muestras de melaza seleccionadas. Los resultados obtenidos se presentan en la parte final del documento y son detallados según el código de identificación de cada muestra de melaza caracterizada. Mediante el análisis de la información generada se presentan correlaciones matemáticas para el coeficiente de solubilidad y pureza objetivo en función de las relaciones de no sacarosa/agua (NS/W) y azúcares reductores/cenizas (AR/C) respectivamente, estas correlaciones presentan un coeficiente R^2 de 0.9751 en promedio para el coeficiente de solubilidad y de 0.6032 para pureza objetivo. Adicional a lo antes mencionado, se describe el impacto que tienen los componentes caracterizados (K, Ca, Na, Mg), identificándose al Sodio (Na) como el elemento que aumenta en mayor grado el coeficiente de solubilidad y por tanto es el que tiene un mayor impacto en la generación de melaza y pérdida de sacarosa, seguidos del Magnesio, Calcio y Potasio con un efecto menor. En lo que respecta a la pureza objetivo sigue siendo el Sodio el elemento que más afecta su comportamiento, llegando a reducir la pureza objetivo casi el doble en comparación con el siguiente elemento (Mg).

Índice General

Introducción.....	1
Objetivos.....	3
Objetivo general	3
Objetivos específicos.....	3
Capítulo I: Antecedentes y fundamentos teóricos de la producción de azúcar de caña	4
1.1. Estructura de la caña de azúcar.....	4
1.1.1. Variedades de la Caña de Azúcar	4
1.1.2. Composición Química de la Caña de Azúcar y el Jugo de Caña.....	6
1.1.3. Efecto de la Tardanza entre Cosecha y Molienda.....	8
1.2. Industria de la Caña de Azúcar en El Salvador	8
1.2.1. Ingenios Azucareros Operando en la Actualidad en El Salvador (2017)	9
1.3. Definición y estructura química del azúcar	11
1.4. Clasificación de la azúcar	11
1.5. Descripción de Proceso de fabricación de la azúcar.....	13
1.5.1. Recepción y Preparación de la Caña.....	14
1.5.2. Extracción de jugo	14
1.5.3. Clarificación y purificación de jugo	15
1.5.4. Evaporación	16
1.5.5. Clarificación de meladura.....	16
1.5.6. Cocimiento y cristalización	16
1.5.7. Centrifugación	17
1.5.8. Secado de azúcar.....	17
1.5.9. Pesado de azúcar.....	18

1.5.10. Envasado y almacenaje del azúcar.....	18
1.5.11. Refinación de azúcar.....	18
1.6. Subproductos de fabricación de azúcar de caña	19
1.6.1. Bagazo	19
1.6.2. Cachaza.....	21
1.6.3. Melaza.....	22
1.6.4. Potencial de mejora para el recobrado de sacarosa remante en Melaza	22
Capítulo II: Recobrado de azúcar y agotamiento de mieles	24
2.1. Evaporación	24
2.2. Cristalización	26
2.3. Parámetro de operación del proceso de Centrifugación	29
2.4. Solubilidad y Coeficiente de sobresaturación.....	29
2.4.1. Solubilidad.....	29
2.4.2. Coeficiente de Solubilidad.....	31
2.4.3. Sobresaturación y Coeficiente de Sobresaturación.....	33
2.5. Pérdidas de sacarosa en mieles finales y ensayos de agotamiento	33
2.6. Pureza Objetivo.....	35
Capítulo III: Metodología Experimental	38
3.1. Descripción del Experimento de Saturación.....	38
3.2. Metodología de Recolección de Muestra.....	39
3.2.1. Identificación de muestras.	40
3.3. Tamaño de Muestra	40
3.4. Diseño del Experimento.....	41
3.4.1. Preparación de la muestra	41
3.4.2. Determinación del tiempo de residencia.....	44

3.4.3. Montaje del experimento de saturación.....	45
3.4.4. Filtrado de Masa cocida para obtención de licor madre	47
3.4.5. Control de las pruebas.....	47
3.5. Determinación de Parámetros de Interés en Melaza.....	48
3.5.1. Determinación de Viscosidad.....	48
3.5.2. Determinación de Sacarosa Aparente (Polarimetría).....	49
3.5.3. Determinación de Solidos Secos Refractométricos	51
3.5.4. Determinación de Cenizas Conductimétricas	52
3.5.5. Determinación de Sacarosa, Fructosa y Glucosa por Cromatografía Líquida de Alta Eficiencia (HPLC).	53
3.5.6. Caracterización de Cenizas en Melaza (Sodio, Potasio, Magnesio y Calcio por Absorción Atómica).....	54
Capítulo IV: Análisis y discusión de resultados.....	55
4.1. Caracterización de muestras de melaza	55
4.2. Resultados de Balance de materia para la preparación de pruebas experimentales.	56
4.3. Resultado de las pruebas experimentales para la determinación del Coeficiente de Solubilidad y Pureza Objetivo.....	58
4.4. Estimación de tamaño final del cristal para control de prueba	59
4.5. Análisis de Resultado.....	61
4.5.5. Obtención de correlación de coeficiente de solubilidad para sacarosa.....	66
4.5.6. Comparación de Correlación de Coeficiente de Solubilidad con Distintos Autores	70
4.5.7. Comparación de Correlaciones de Coeficiente de solubilidad contra Resultado Experimentales de Diferentes Muestras de Melaza.....	71
4.5.8. Efecto de impurezas sobre el coeficiente de solubilidad	72

4.5.9. Obtención de correlación de Pureza Objetivo	77
4.5.10. Verificación de correlaciones de pureza objetivo experimentales.....	80
4.5.11. Efecto de impurezas sobre la pureza objetivo	82
4.6. Evaluación de pérdidas de sacarosa en mieles finales.....	86
Conclusiones.....	90
Recomendaciones	92
Referencias bibliográficas	93
Anexos	94
Anexo A: Análisis de muestras por cromatografía líquida de alta eficacia (HPLC).....	95
Anexo B: Certificados de la determinación por espectroscopia de absorción atómica de potasio, sodio, magnesio y calcio.....	102
Anexo C: Ejemplo de Cálculo para la estimación de diámetro final del cristal	105
Anexo D: Inspección de control realizado por microscopio	108
Anexo E: Ejemplo de cálculo de relación componente (K, Na, Ca, Mg) entre agua	112
Anexo F: Estadísticos de Variación.....	116

Índice de Figuras

Figura 1.1. Tallo de caña de azucar	5
Figura 1.2. Estructura de la hoja.....	5
Figura 1.3. Zonas Productoras de Caña en El Salvador, MARN, 2015	9
Figura 1.4. Representación espacial de las formas cíclicas de la glucosa, fructosa y sacarosa, P. Chen, 2000	11
Figura 1.5. Azúcar Cruda	12
Figura 1.6. Azúcar Sulfitada.....	12
Figura 1.7. Azúcar Refinada.....	13
Figura 1.8. Etapas generales del Proceso de Fabricación de azúcar.....	13
Figura 1.9. Almacenaje de bagazo a granel.....	20
Figura 2.1. Esquema de Evaporadores de cuatro efectos	25
Figura 2.2. Esquema de Casa de Cocimiento de 3 etapas	27
Figura 2.3. Relación entre concentración de elementos y efecto en la solubilidad de la sacarosa, (Van der Poel, 1998).....	30
Figura 2.4. Grafica de relaciones para Coeficiente de Solubilidad de diversos autores a condiciones 50 °C y AR/C=1.0, Rein,2012.....	32
Figura 2.5. Curva de Solubilidad y Coeficiente de Sobresaturación, Rein, 2012	34
Figura 3.1. Esquema de experimento de migración de sacarosa.	39
Figura 3.2. Variación de cenizas en melaza para zafra 2016/2017 en el ingenio de estudio. (Porcentuales).	41
Figura 3.3. Curva de Pureza contra tiempo para determinar el tiempo de residencia del experimento de saturación.	44
Figura 3.5. Agitador en beaker de pruebas con materiales de mezclado.....	46
Figura 3.4. Agitador tipo tornillo sin fin.	46
Figura 3.6. Montaje de experimento de saturación completo.....	46
Figura 3.7. Filtro de Pistón Utilizado para separar licor madre de masa cocida.	47
Figura 3.8. Malla Utilizada para el filtrado.	47

Figura 3.9 Viscosímetro Brookfield Modelo RVDV-E utilizado para caracterizar muestras de melaza	49
Figura 3.10. Polarímetro Especial de sacarosa (Sacarímetro Anton Para Modelo: MCP 500 SUCROMAT).....	50
Figura 3.11. Refractómetro ATAGO Modelo: RX-5000X para medición de grados Brix	51
Figura 3.12. Equipo de conductimetría Mettler Toledo Modelo: Seven Compact.....	53
Figura 3.13. Sistema de Cromatografía líquida de alta eficiencia.....	54
Figura 4.1 Grafica de Coeficiente de Solubilidad (CS) vs Relación No Sacarosa entre Agua (NS/W) para muestra 1 CH.....	66
Figura 4.2. Grafica de Coeficiente de Solubilidad (CS) vs Relación No Sacarosa entre Agua (NS/W) para muestra 13 IZ	66
Figura 4.3. Curva de ajuste de Coeficiente de Solubilidad (CS) vs Relación No Sacarosa entre Agua (NS/W) para Muestra 1 CH	69
Figura 4.4. Curva de ajuste de Coeficiente de Solubilidad (CS) vs Relación No Sacarosa entre Agua (NS/W) para Muestra 13 IZ	69
Figura 4.5. Comparación de Resultados de Coeficiente de Solubilidad de obtenido vs otros autores	70
Figura 4.6. Grafico de comparación de resultados de las correlaciones de coeficiente de solubilidad contra resultados experimentales de diferentes muestras de melaza	71
Figura 4.7. Coeficiente de Solubilidad vs Concentraciones de impurezas para muestra 1 CH	73
Figura 4.8. Coeficiente de Solubilidad vs. Concentraciones de impurezas para muestra 13 IZ	74
Figura 4.9. Comparación de efecto del Potasio sobre el coeficiente de solubilidad de las muestras de melaza del 2 al 14 con las curvas de coeficiente de solubilidad de 1CH y 13IZ	75
Figura 4.10. Comparación de efecto del Sodio sobre el coeficiente de solubilidad de las muestras de melaza del 2 al 14 con las curvas de coeficiente de solubilidad de 1CH y 13IZ	76

Figura 4.11. Comparación de efecto del Calcio sobre el coeficiente de solubilidad de las muestras de melaza del 2 al 14 con las curvas de coeficiente de solubilidad de 1CH y 13IZ	76
Figura 4.12. Comparación de efecto del Magnesio sobre el coeficiente de solubilidad de las muestras de melaza del 2 al 14 con las curvas de coeficiente de solubilidad de 1CH y 13IZ	77
Figura 4.13. Grafica de Pureza de Equilibrio vs relación de azúcares reductores entre ceniza (AR/C) para muestra 1CH.....	78
Figura 4.14. Grafica de Pureza de Equilibrio vs relación de azúcares reductores entre ceniza (AR/C) para muestras 13IZ.....	78
Figura 4.15. Curva de ajuste de Pureza Objetivo (PO) vs Relación de azúcares reductores entre ceniza (AR/C) para Muestra 1 CH.....	79
Figura 4.16. Curva de ajuste de Pureza Objetivo (PO) vs Relación de azúcares reductores entre ceniza (AR/C) para Muestra 13IZ.....	79
Figura 4.17. Pureza objetivo vs Concentraciones de impurezas para muestra 1CH	82
Figura 4.18. Pureza objetivo vs Concentraciones de impurezas para muestra 13IZ	83
Figura 4.19. Comparación de efecto del Sodio sobre el coeficiente de solubilidad de las muestras de melaza del 2 al 14 con las curvas de coeficiente de solubilidad de 1CH y 13IZ	84
Figura 4.20. Comparación de efecto del Potasio sobre el coeficiente de solubilidad de las muestras de melaza del 2 al 14 con las curvas de coeficiente de solubilidad de 1CH y 13IZ	84
Figura 4.21. Comparación de efecto del Calcio sobre el coeficiente de solubilidad de las muestras de melaza del 2 al 14 con las curvas de coeficiente de solubilidad de 1CH y 13IZ	85
Figura 4.22. Comparación de efecto del Magnesio sobre el coeficiente de solubilidad de las muestras de melaza del 2 al 14 con las curvas de coeficiente de solubilidad de 1CH y 13IZ	85
Figura 4.23. Recuperación de sacarosa vs Concentración de Calcio en muestras de melaza	87

Figura 4.24. Recuperación de sacarosa vs concentración de Potasio en muestras de melaza	88
Figura 4.25 Recuperación de sacarosa vs concentración de Sodio en muestras de melaza	88
Figura 4.26. Recuperación de sacarosa vs concentración de Magnesio en muestras de melaza.	89

Índice de Tablas

Tabla 1.1 Composición de la caña de azúcar y de los sólidos del jugo de caña. Chen, (2000).	7
Tabla 1.2. Composición típica de cachaza (Base Seca), Rein, 2012	21
Tabla 1.3. Composición típica de Melaza, Tellez (2004).....	23
Tabla 2.1. Valores Promedio de los parámetros de operación en la estación de evaporación del ingenio en estudio	25
Tabla 2.2. Parámetros promedio de operación de etapa de cristalización	27
Tabla 2.3. Parámetros promedio de operación de centrifugación.	29
Tabla 2.4. Ecuaciones de Pureza Objetivo presentadas por diversos autores	37
Tabla 3.1. Variables conocidas para el balance de materia	42
Tabla 3.2 Variables desconocidas para el balance de materia.....	43
Tabla 4.1 Parámetros medidos en muestras de melaza del ingenio azucarero en estudio.....	55
Tabla 4.2. Concentraciones de metales en muestras de melaza del ingenio azucarero en estudio.....	56
Tabla 4.3. Datos experimentales para curvas de Coeficiente de Solubilidad aplicando balance de materia	57
Tabla 4.4. Resultados de Balances de Materia de Distintas muestras de melaza	57
Tabla 4.5. Resultados de las pruebas para la determinación del Coeficiente de solubilidad y Pureza Objetivo para las muestras 1CH y 13 IZ	58
Tabla 4.6. Resultado de las pruebas para diferentes muestras melaza del 2 al 14.	59
Tabla 4.7. Diámetro final de cristal para pruebas experimentales de Coeficiente de Solubilidad y Pureza Objetivo.....	59
Tabla 4.8. Diámetro final de cristal para pruebas de distintas muestras.	60
Tabla 4.9. Resultado de cálculo de pruebas para la determinación de curvas de Coeficiente de Solubilidad y Pureza Objetivo en muestras 1CH y 13IZ.....	64
Tabla 4.10. Resultado de Cálculo para las pruebas de distintas muestras de melaza del 2 al 14.....	65

Tabla 4.11. Datos experimentales para análisis de regresión para muestra 1CH.....	67
Tabla 4.12. Variables de regresión para muestra 1 CH.....	67
Tabla 4.13. Datos experimentales para análisis de regresión para muestra 13 IZ.....	68
Tabla 4.14. Variables de Regresión para muestra 13 IZ	68
Tabla 4.15.Comparativo de resultado de CS con distintas muestras.....	71
Tabla 4.16. Datos de concentraciones de impurezas en función del agua presente en muestra 1 CH.....	72
Tabla 4.17. Datos de concentraciones de impurezas en función del agua presente en Muestra 13 IZ.....	73
Tabla 4.18. Datos de concentraciones de impurezas en función del agua presente en las diferentes muestras	75
Tabla 4.19. Estadísticos de correlaciones de Pureza Objetivo	80
Tabla 4.20. Comparación de correlaciones de pureza objetivo generadas experimentalmente.....	80
Tabla 4.21. Comparación de correlaciones de Pureza Objetivo generadas con ecuaciones reportadas.....	81
Tabla 4.22 Cantidad de Sacarosa recuperada con respecto a la concentración de impurezas	86
Tabla 4.23 Estadísticos de regresión para evaluar impacto individual de componentes sobre el recobrado de azúcar.....	87

Introducción

Dentro de los principales rubros de la agroindustria salvadoreña está incluida la producción de azúcar de caña, la cual se obtiene a partir de diferentes variedades de caña dependiendo de las condiciones agrícolas de cada región como tipo de suelo, uso de fertilizantes y fuente de agua para riegos, por ende, se dan variaciones en las concentraciones de sacarosa y compuestos no sacarosos denominados impurezas, que se presentan durante el proceso de recobrado de la azúcar. Estas impurezas están constituidas por diferentes compuestos, de los cuales los principales son: Azúcares reductores, cenizas (Potasio, Sodio, Magnesio, Calcio), proteínas y ácidos orgánicos, entre otras (Rein, 2012). Además, la cantidad de estas impurezas ingresando a la etapa de recobrado en el jugo crudo y la cantidad de azúcares reductores ya sea eliminadas o generadas durante el proceso de fabricación determinará la cantidad de mieles finales producidas, al ser estas las que modifican la solubilidad de la sacarosa durante todo el proceso y por tanto las pérdidas de la misma en las mieles finales o melazas.

El proceso de obtención de azúcar es realizado mediante varias etapas, dentro de las cuales las más importantes para la eliminación de impurezas son la clarificación y purificación las cuales dejan el jugo de caña con una pureza entre 75 y 92% (Zepeda E. , 2012). Posterior a este proceso la cantidad de impurezas presentes se mantiene prácticamente constante hasta la generación de las mieles finales. Se relacionan todos los estudios con respecto a la melaza debido a que es en esta que se presentan las mayores pérdidas de sacarosa en el proceso de producción de azúcar, alcanzado unos valores promedio de 30% del total de la caña procesada durante una zafra (Zepeda E. , 2012). Debido al valor económico relativamente bajo de la melaza en comparación con del azúcar, se busca minimizar la pérdida de sacarosa remanente en la melaza, para así poder aumentar los ingresos de todo el proceso productivo, ya que, al haber menos sacarosa en la melaza, hay un mayor grado de recuperación y por tanto mayor ganancia económica. En la etapa de recobrado de azúcar hay muchos aspectos importantes que determinan su eficiencia; los que se abordarán en este trabajo son la solubilidad de la sacarosa haciendo énfasis en el coeficiente de solubilidad, que relaciona la solubilidad de una solución impura con respecto a una solución pura, además el impacto que tienen las

impurezas remanentes sobre este coeficiente; particularmente las cenizas y azúcares reductores que son las más destacables. Y también el efecto de dichas impurezas sobre la determinación de pureza objetivo, que es la mínima pureza de melaza alcanzable en laboratorio; con esta pureza es posible evaluar el desempeño de la etapa de recobrado utilizando la definición de Diferencia de Pureza Objetivo.

Para la evaluación de estas características se realizarán y presentarán una serie de métodos desarrollados para el agotamiento de las mieles y caracterización de cenizas, para luego establecer ecuaciones que describan el comportamiento de estas variables con respecto a la pureza de las melazas. Ya que al conocer que componentes afectan en mayor proporción tanto a la solubilidad como a la pureza objetivo, se pueden tomar medidas que reduzcan los impactos de las mismas sobre el recobrado de sacarosa.

Objetivos

Objetivo general

Determinar el impacto de las impurezas sobre coeficiente de solubilidad de la sacarosa y pureza objetivo de las mieles en función de las cantidades de cenizas presentes en la meladura durante el proceso de cristalización y recobrado de azúcar de caña.

Objetivos específicos

1. Implementar metodologías analíticas para la determinación de los compuestos que tienen mayor influencia en el coeficiente de solubilidad en materiales azucarados.
2. Cuantificar componentes contenidos en la ceniza de la melaza saliendo del área de recobrado que puedan influir en el coeficiente de solubilidad de la sacarosa.
3. Desarrollar una correlación para el cálculo de la pureza objetivo utilizando datos obtenidos de la melaza generada en el ingenio.
4. Desarrollar una correlación para la determinación del coeficiente de solubilidad en función de las características de la materia prima utilizada.
5. Evaluar el efecto de los componentes que constituyen las cenizas en la cantidad de azúcar recobrada durante el periodo de estudio.

Capítulo I

Antecedentes y fundamentos teóricos de la producción de azúcar de caña.

La caña de azúcar es una planta de la especie *Saccharum officinarum* que por su alto contenido de sacarosa¹ es principalmente usada para la producción de azúcar, siendo cultivada en países con clima tropical o sub-tropical.

La producción de caña varía significativamente de una (región geográfica) a otra, dependiendo de la variedad, factores climáticos, disponibilidad del agua, prácticas de cultivo y la duración del periodo de crecimiento (Rein, 2012). En El Salvador y Centroamérica la temporada de cosecha del cultivo de la caña de azúcar está comprendido entre el periodo de noviembre hasta abril, conociéndose a este periodo como zafra.

1.1. Estructura de la caña de azúcar

La mayoría del azúcar se encuentra contenido en los tallos de la caña madura. La Figura 1.1 ilustra un tallo de caña de azúcar con nudos espaciados entre 150 y 200 mm, donde las secciones en medio de nudos consecutivos se conocen como entrenudos. En los nudos se encuentran las hojas ligadas al tallo, que pueden ser hojas verdes u hojas viejas y oscuras que no participan en el proceso de fotosíntesis. La Figura 1.2 representa la estructura de una hoja ligada al tallo de caña. Generalmente la sección superior o ápice del tallo se denomina cogollo. Idealmente para preparar la caña para el proceso de producción de azúcar, se desea contar con tallos de caña libres de hojas y cogollos, pero esto rara vez se logra. (Rein, 2012)

1.1.1. Variedades de la Caña de Azúcar (Zepeda E. , 2012)

La gran mayoría de las variedades de cañas de azúcar que se cultivan actualmente resultan de la hibridación de las distintas variedades de cañas nobles como la *Saccharum officinarum* con otras especies.

¹ Estado Puro de la azúcar, se ampliará en la sección 1.3.

Las variedades de caña de azúcar tienden a alcanzar su grado de madurez en diferentes períodos con respecto a la época de cosecha. Algunas variedades alcanzan la madurez más temprano que otras en idénticas condiciones de campo. Esta propiedad genética de la caña de azúcar permite clasificarla en tres tipos de variedades.

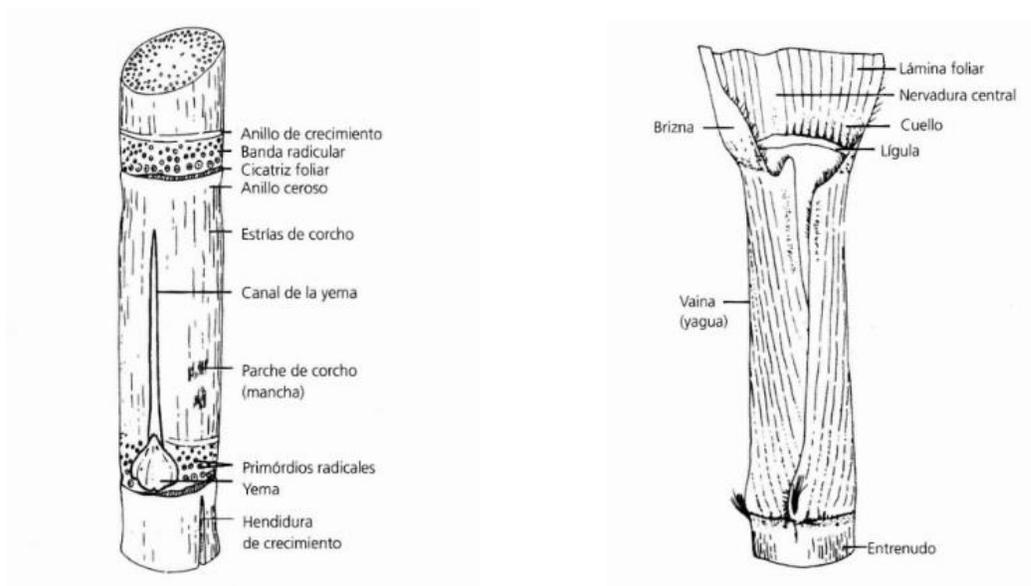


Figura 1.1. Tallo de caña de azúcar, Rein, (2012) Figura 1.2. Estructura de la hoja, Rein, (2012)

a) Variedades Tempranas

Alcanzan su madurez óptima al inicio de la zafra. (08 de Diciembre - 06 de Enero). Entre éstas se mencionan las variedades Canal Point (CP) siguientes: CP 86-1664, CP 81-1384, CP 81- 1425 y CP 88-1165, originarias de Florida, Estados Unidos y la variedad CGCP-9555 originada como un híbrido de la variedad Cengicaña Guatemala (CG) y Canal Point originaria de Florida, Estados Unidos.

b) Variedades Intermedias

Alcanza su madurez en el período intermedio de la zafra (07 de Enero - 25 de Enero). Entre éstas se encuentran la variedad Pantaleón – Guatemala - México 89-118 (PGM 89118), las variedades SP 79-2233 y SP 79-1011 originarias de Sao Paulo, Brasil y la variedad PR 76-3358 originaria de Puerto Rico.

c) Variedades Tardías

Este tipo de variedad alcanza su punto de madurez al final del periodo de zafra (21 de Febrero - Fin de la zafra). Entre éstas se mencionan la variedad CGCP 9579 (Cengicaña, Guatemala- Canal Point, USA), la variedad B 80-251 originaria de Barbados, la BJ 7504 (Barbados- Jamaica 7504), la variedad EROS originaria de Australia y las SP 81-3250, SP 81-1842 originarias de Sao Paulo, Brasil.

1.1.2. Composición Química de la Caña de Azúcar y el Jugo de Caña

La composición de la caña de azúcar depende muchos factores entre los cuales se mencionan:

- Métodos de cultivo
- Variedades de cañas
- Fertilizantes usados
- Métodos de cosecha
- Variaciones climáticas de cada región, entre otros.

La sacarosa en el jugo y la celulosa en la fibra son los dos principales constituyentes químicos de la caña de azúcar; cada uno de estos está compuesto de azúcares simples, los azúcares simples, glucosas (dextrosa) y fructosa (levulosa) se encuentran asimismo sin formar cadenas en la caña de azúcar, por lo general en cantidades menores que la sacarosa (Chen, 2000).

El jugo de caña también conocido como guarapo está compuesto por azúcares, sustancias solubles llamados no azúcar y agua. Entre los primeros, la sacarosa es el principal constituyente, siguiéndole en concentraciones decrecientes, la glucosa, fructosa y los oligosacáridos. Los no azúcares son sales de ácidos orgánicos e inorgánicos, ácidos carboxílicos, aminoácidos, proteínas, polisacáridos solubles, almidón, ceras y grasa y otros compuestos minoritarios, tales como flavonoides, polifenoles, etc. (Zossi, Cárdenas, Sorol y Sastre, 2010).

Los componentes inorgánicos del jugo de caña son conocidas como cenizas y están constituidas principalmente por cationes de potasio, calcio, magnesio y sodio; y aniones de cloruro, sulfato y fosfato.

Los componentes no azúcares son generalmente factores importantes, responsables de efectos negativos en la recuperación de azúcar en la industria. Por ejemplo, un aumento en el contenido de cenizas provoca una disminución en la recuperación de la sacarosa del jugo; asimismo, concentraciones bajas de fosfatos, por debajo de 300 mg/kg, ocasionan una clarificación deficiente (Zossi et al., 2010). En la tabla 1.1. Se muestran las composiciones típicas de la caña de azúcar y de los sólidos del jugo de caña.

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

Caña Triturada	Caña (%)
Agua	73 - 76
Sólidos	24 - 27
- Sólidos Solubles	10 - 16
- Fibra (seca)	11 - 16
Componentes del Guarapo	Sólidos Solubles (%)
Azúcares	75 - 92
- Sacarosa	70 - 88
- Glucosa	2 - 4
- Fructosa	2 - 4
Sales	3.0 - 4.5
- Ácidos Inorgánicos	1.5 - 4.5
- Ácidos Orgánicos	1.0 - 3.0
Ácidos Orgánicos	1.5 - 5.5
- Ácidos Carboxílicos	1.1 - 3.0
- Aminoácidos	0.5 - 2.5
Otros no azúcares Orgánicos	
- Proteínas	0.5 - 0.6
- Almidón	0.001 - 0.050
- Gomas	0.30 - 0.60
- Ceras, Grasa, fosfátidos	0.05 - 0.15
Otros	3.0 - 5.0

1.1.3. Efecto de la Tardanza entre Cosecha y Molienda (Rein, 2012)

Luego del corte, la caña de azúcar está sujeta a deterioro, en gran parte debido a la actividad de microorganismos. Esto resulta en pérdidas de azúcar y la formación de impurezas indeseables. El grado de deterioro es determinado por varios factores, pero en todos los casos el efecto en la recuperación de azúcar y procesamiento de caña es desfavorable. Por lo tanto, la tardanza entre cosecha y molienda debe mantenerse al mínimo.

El deterioro en caña quemada comienza a partir del momento de la quema, pues generalmente el calor del fuego resquebraja la corteza y expone parte del jugo. En caña sin quemar, el deterioro comienza en el momento del corte.

En caña verde, este ocurre únicamente en las puntas cortadas. El deterioro es más rápido en la caña cosechada mecánicamente porque se tienen muchas más puntas expuestas. Este efecto puede ser minimizado aumentando la longitud de los trozos de caña y asegurando que las cuchillas cortadoras de las cosechadoras estén afiladas para lograr un corte limpio; asegurando así que la cantidad de jugo expuesta a la atmósfera se mantenga en un mínimo. En general, la velocidad de deterioro es más rápida en caña quemada que en caña verde.

1.2. Industria de la Caña de Azúcar en El Salvador

La industria de la caña de azúcar representa el 2.7% del Producto Interno Bruto (PIB) y constituye el 12% del PIB agropecuario y agroindustrial del país² siendo de esta manera una de las principales industrias en El Salvador. Para la zafra 2016/2017 se realizó una molienda de 7,202,141.36 toneladas de caña y una producción de azúcar de 1,663,995.25 toneladas.³ En este país se destinan aproximadamente 113,004.92 manzanas⁴ de superficie para el cultivo de caña de azúcar donde el 98% de la cosecha es destinada para la producción de azúcar y el 2% restante es usado como semilla, producción de panela y otros usos. En la figura 1.1 Se puede apreciar las zonas destinadas al cultivo de caña de azúcar en el país.

² Datos de PIB tomados de la página web: <http://azucardeelsalvador.com/impactos-economicos/#PIB>

³ Informe Final de Producción ZAFRA 2016/2017, CONSAA

⁴ Superficie de tierra equivalente a 10,000 varas cuadradas o 6,989 metros cuadrados

1.2.1. Ingenios Azucareros Operando en la Actualidad en El Salvador (2017)

Se conoce como ingenio azucarero o simplemente ingenio a la fábrica agroindustrial destinada para el procesamiento de la caña de azúcar y la obtención de la azúcar en sus distintas variedades y los sub-productos de este procesamiento. Son seis los ingenios azucareros que procesan toda la cosecha de caña de azúcar en El Salvador, los cuales son:

a) Ingenio Central de Izalco

Ubicado en el municipio de Izalco, departamento de Sonsonate. Conocida Actualmente como Central Izalco, fue fundada en 1964 por Tomas Regalado González y María Regalado de Mathies (Alfaro y Gómez, 2018). Actualmente con una Capacidad de Molienda aproximada a 12,637.25 Toneladas de Caña (TC) por día⁵.

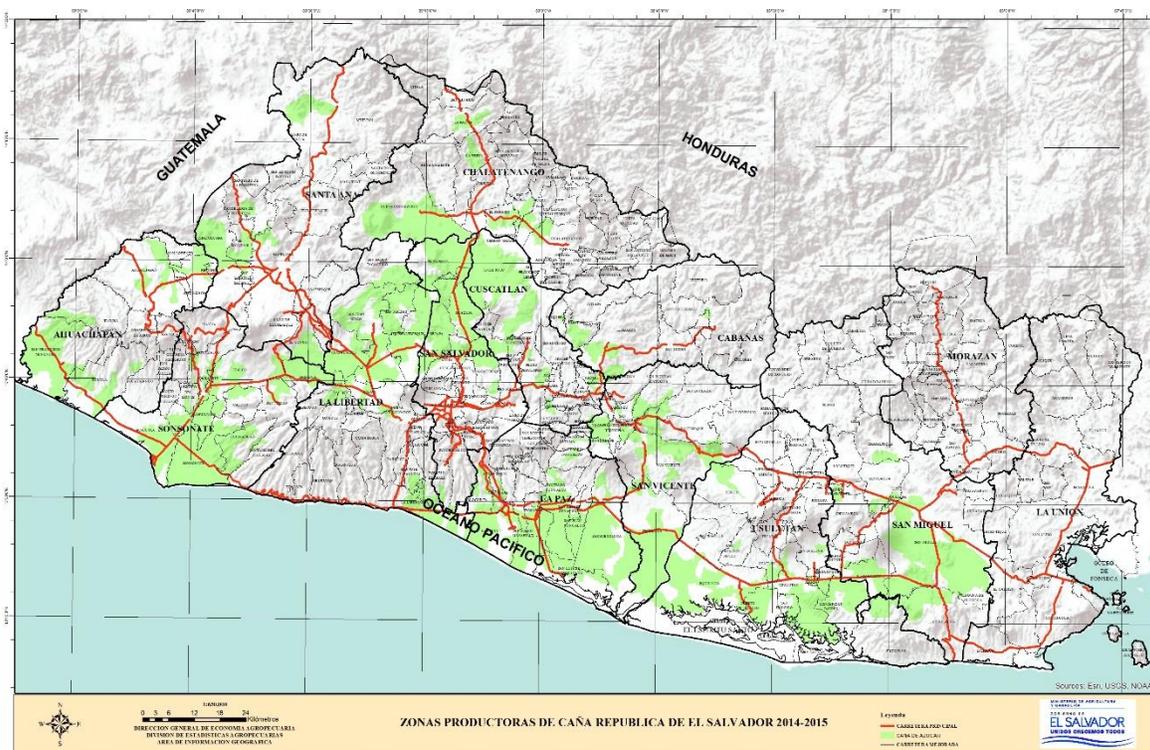


Figura 1.3. Zonas Productoras de Caña en El Salvador, MARN, 2015

⁵ Informe Final de Producción, CONSAA 2017. Todos los datos de molienda diaria para cada Ingenio azucarero son referenciados al mismo documento.

b) Ingenio Chaparrastique

Localizado en el departamento de San Miguel. En 1978 se tomó la decisión de construir un Ingenio Azucarero en la zona oriental del país, propiedad del estado, se tomó como base los equipos de los ex Ingenios San Esteban y San Isidro en los Departamentos de San Salvador y Sonsonate. En 1995 fue privatizado como “Ingenio Chaparrastique, S.A.” (Alfaro et al., 2008). Pudiendo procesar actualmente 8,029.95 Toneladas de Caña (TC) por día.

c) Ingenio El Ángel

Localizado en el municipio de Apopa, departamento de San Salvador. En sus inicios la vieja molienda fue montada por la familia Meléndez en el siglo XIX. Para 1948 Ingenio El Ángel tenía la primera categoría en producción de azúcar, de la cual el 93% de su producción se exportaba (Alfaro et al., 2008). Con una capacidad actual de 12,321.20 Toneladas de Caña (TC) por día.

d) Ingenio Jiboa

Ubicado en el cantón San Antonio Caminos, departamento de San Vicente. El Ingenio Jiboa fue establecido en el año de 1976 y asignado a la firma inglesa FLETCHER & STEWART por INAZUCAR (Alfaro et al., 2008). Teniendo en la actualidad una capacidad de 6,404 Toneladas de Caña (TC) por día.

e) Ingenio La Cabaña

Localizado en El Paisnal, departamento de San Salvador. Ingenio La cabaña se fundó hace aproximadamente 64 años, durante ese tiempo ha vivido dos etapas: en sus inicios fue una empresa familiar y formaba parte de la Hacienda La Cabaña, Al inicio de los años 80 con el proceso de nacionalización el ingenio paso a ser propiedad del estado y administrado por INAZUCAR por un periodo de 15 años (Alfaro et al., 2008). Teniendo una capacidad de 6,527 Toneladas de Caña (TC) por día.

f) Ingenio La Magdalena

El ingenio La Magdalena, S. A. se encuentra ubicado en el cantón La Magdalena del municipio de Chalchuapa, departamento de Santa Ana. Teniendo una capacidad de molienda de 3,279 Toneladas de Caña (TC) por día.

1.3. Definición y estructura química del azúcar

Azúcar es el término usado para la sacarosa disacárido y producto de la industria azucarera, compuesta esencialmente por sacarosa, La composición química pura de la sacarosa es $C_{12}H_{22}O_{11}$ que es conocido como azúcar blanco, generalmente medido utilizando la técnica de polarimetría en caso de soluciones puras y con cromatografía líquida de alta precisión (HPLC por sus siglas en inglés) en caso de soluciones de baja pureza. El nombre químico de la sacarosa es β -D-Fructofuranosil α -D-glucopiranosido y su estructura química es representada en la figura 4.

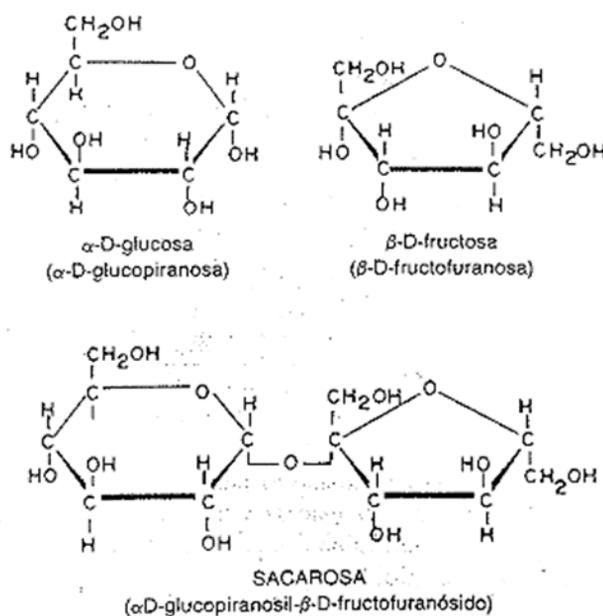


Figura 1.4. Representación espacial de las formas cíclicas de la glucosa, fructosa y sacarosa, P. Chen, 2000

1.4. Clasificación de la azúcar

Según los procesos utilizados para la producción de azúcar y refinación de esta misma se puede obtener azúcar de distintas calidades y de esta manera clasificarlas la azúcar por su calidad. A continuación mencionaremos las clases de azúcares⁶ más comunes y sus características:

⁶ Clases de Azúcar y fotos obtenidas de la página: <http://www.grupocassa.com/oferta-de-valor/azucar/>

a) Azúcar Cruda o Morena

Es la azúcar que en su proceso de producción no se incluye la sulfitación⁷ y además en el proceso de centrifugación⁸ quedan residuos de miel madre⁹ en los cristales de sacarosa dándole un color café muy característico.

Características típicas del Azúcar Cruda de Consumo Directo:

- Grados de Polarización < 98.5°
- Color > 800 UI¹⁰
- Humedad < 0.20 (Porcentaje peso)



Figura 1.5. Azúcar Cruda

b) Azúcar Sulfitada o Blanco

Azúcar en la cual durante el proceso de obtención es incluido el proceso de sulfitación el cual ayuda a eliminar las impurezas que generan color en los cristales de sacarosa y además en el proceso de centrifugación se realiza aspersión para poder eliminar la capa de miel madre en los cristales de sacarosa obteniendo cristales más puros y por ende con tonalidades de color más blancos.



Figura 1.6. Azúcar Sulfitada.

Características típicas del Azúcar blanca estándar:

- Grados de Polarización 99.5 °- 99. 7°
- Color < 300 UI
- Humedad < 0.06 (Porcentaje peso)

⁷ Etapa del proceso de fabricación de azúcar descrita en la sección 1.5.3.

⁸ Etapa del proceso de fabricación de azúcar descrita en la sección 1.5.7.

⁹ Miel a partir de la cual se formaron cristales de sacarosa y en la que los cristales se encuentran inmersos.

¹⁰ Unidades ICUMSA, unidades descritas en el método de determinación de color de la azúcar propuesta por la Comisión Internacional para Uniformidad de Métodos de Análisis del Azúcar (ICUMSA por sus siglas en ingles).

c) Azúcar Refinada

Azúcar obtenido a partir de la fundición de azúcar crudo o blanco, la cual es vuelta a clarificar y tratada con carbón activado con el objetivo de remover impurezas remanentes y luego es vuelto a cristalizar, obteniéndose de esta manera un cristal más puro que el azúcar blanco.

Características típicas del Azúcar Refinada:

- Grados de Polarización > 99. 9°
- Color < 45 UI
- Humedad < 0.04 (Porcentaje peso)



Figura 1.7. Azúcar Refinada

1.5. Descripción de Proceso de fabricación de la azúcar

El proceso de fabricación de azúcar puede variar según las tecnologías que se tienen a disposición y la calidad de azúcar que se desea obtener, siendo las etapas comunes del proceso de fabricación de azúcar las que se mencionan a continuación: Recepción y Preparación de la Caña, Extracción de jugo, Clarificación y purificación de jugo, Evaporación, Clarificación de meladura, Cocimiento y cristalización, Centrifugación, Secado de azúcar, Pesado de Azúcar, Envasado y Almacenaje del azúcar; y Refinación de Azúcar. Estas etapas se describirán de manera general de la sección 1.5.1. A la sección 1.5.11. para posteriormente detallar las etapas de interés para esta investigación en las secciones 2.1 a 2.3.

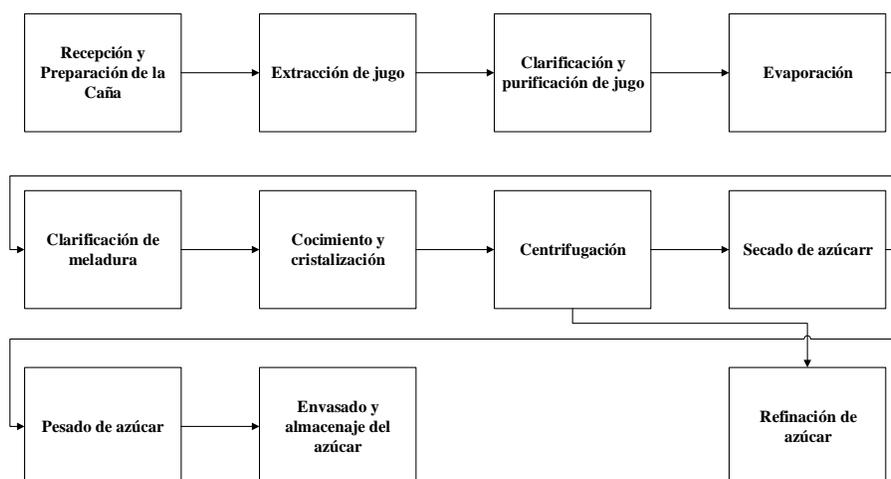


Figura 1.8. Etapas generales del Proceso de Fabricación de azúcar

1.5.1. Recepción y Preparación de la Caña

La caña de azúcar llega al ingenio azucarero transportada por camiones especializados, los camiones inicialmente deben pasar por la sección de control de calidad de materia prima en donde se extrae una muestra utilizando una sonda mecánica (core sampler), la muestra es analizada posteriormente para determinar la calidad de esta caña, ya que según la calidad de la caña entregada es el pago que recibe el cultivador, siendo esto un incentivo para a mejorar la calidad de caña producida.

Luego de tomada la muestra por medio del core sampler, el camión con su carga es dirigido a la báscula de plataforma para su pesaje. La medición de la masa de caña entregada es una operación importante debido a las implicaciones en el pago de caña (Rein, 2012).

Una vez pesado el camión con su carga esta pasa al área de descarga, en esta sección la caña es descargada en las mesas alimentadoras mediante grúas de descarga accionadas de manera hidráulica conocidas como Chain-net, o bien por medio de plataforma de volteo. Luego de la descarga los camiones pasan nuevamente al área de pesaje para determinar el contenido neto entregado de caña (Peso de camión con caña – peso de camión vacío).

La caña pasa de la mesa de alimentación la cual cuenta con niveladoras de caña cuya función es obtener una altura estable del colchón de caña que alimenta a las picadoras o a la desfibradora, y de esta manera evitando el atascamiento de la caña. Las picadoras de caña se utilizan con el objetivo de reducir el tamaño de los trozos de caña hasta un tamaño adecuado para su manipulación en el proceso de extracción, en el cual se rompen las células portadoras de azúcar de la caña mediante presión y de esta manera facilitar la extracción de azúcar y producir un material que tenga las características apropiadas para la molienda o difusión (Rein, 2012).

1.5.2. Extracción de jugo

La extracción del jugo consiste en el paso de la caña de azúcar a través de pesados rodillos la combinación de estos rodillos se conocen como molino, en los molinos la caña es exprimida, separando el jugo con alto contenido en sacarosa de la fibra de caña conocida como bagazo, la etapa de extracción esta normalmente conformada por una combinación en

serie de cuatro molinos donde pasa sucesivamente el bagazo resultante para de esta manera lograr extraer la máxima cantidad posible de jugo.

Para ayudar a la extracción del jugo se aplican aspersiones de agua o jugo diluido sobre la capa de bagazo a la salida de cada unidad de molienda; lo anterior contribuye a extraer por lixiviación el azúcar (Chen, 2000).

1.5.3. Clarificación y purificación de jugo

El proceso de clarificación, diseñado para remover las impurezas tanto solubles como insolubles, emplea en forma universal cal y calor agentes clarificantes.

La lechada de cal, alrededor de 1lb a 2 lb y 5° Bé (0.5 Kg de CaO) por tonelada de caña, neutraliza la acidez natural del jugo, formando sales insolubles de calcio, en su mayor parte fosfato de calcio. El calentamiento del guarapo alcalizado hasta el punto de ebullición o ligeramente arriba coagula la albumina y algunas grasas, ceras y gomas; el precipitado y los coagulantes de poliacrilamida formados atrapan 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 o filtros de banda los cuales han sido recientemente incorporados en los ingenios de El Salvador. El jugo filtrado regresa al proceso o pasa directamente al jugo clarificado y la torta de la prensa (cachaza) es usada como fertilizante en los campos de cultivo (Chen, 2000). Actualmente es más utilizado el sacarato de cal que la lechada de cal debido a que genera menor turbidez en el jugo.

Existen variaciones respecto al proceso de clarificación que buscan reducir el color y turbidez del jugo clarificado siendo una de estas variaciones es la sulfitación el cual es el proceso más difundido para el mejoramiento de la clarificación. La sulfitación consiste en la combinación del tratamiento con ácido sulfuroso (a partir de SO₂ gas) y con solución de cal la cual puede ser realizada sobre jugo clarificado frío o caliente, así como también sobre meladura de los evaporadores (Doble sulfitación), la acción del dióxido de azufre sobre el jugo permite la eliminar parte de la materia colorante y reduce a compuesto incoloros las sales férricas que han sido formadas por contacto con los molinos, tanques y tuberías (Rein, 2012).

1.5.4. Evaporación

El jugo Clarificado, que tiene más o menos las mismas cantidades de azúcares (sacarosa, fructosa, glucosa) que el jugo crudo extraído, exceptuando las impurezas precipitadas por el tratamiento con cal, contiene aproximadamente 85% (Porcentaje peso) de agua. Dos terceras partes de esta agua se evaporan en evaporadores al vacío de múltiple efecto, los cuales consisten en una sucesión (generalmente de cuatro) 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 introducido en el primer cuerpo efectúa una evaporación de múltiple efecto (Chen, 2000). El jugo concentrado al final del proceso de evaporación es conocido como meladura, el contenido de sólidos disueltos en la meladura ronda 65% y el contenido de agua el 35%.

1.5.5. Clarificación de meladura

La clarificación de la meladura es una operación destinada a la producción de azúcar blanco directo y azúcar refinada, la cual ayuda a remover sólidos suspendidos y/o reducir su contenido en la meladura. En este caso, se añaden a la meladura cal y ácido fosfórico y luego se aérea junto con la adición de una mezcla de poliacrilamidas, a continuación la meladura floculada se pasa directamente a un clarificador (Chen, 2000).

1.5.6. Cocimiento y cristalización

El cocimiento es el nombre que se le da a la etapa de formación y crecimiento de cristales de azúcar (Rein, 2012), este proceso se da por medio de la concentración de la meladura mediante evaporación.

La etapa de cocimiento se realiza en equipos de efecto simple llamados tachos (cristalizadores), esto debido al aumento en la viscosidad de la meladura y por tanto una menor capacidad de movimiento en tuberías. Dentro de los tachos se evapora agua de la meladura entrando con la finalidad de concentrar la misma hasta llegar al punto de

sobresaturación. Luego de alcanzado este punto se realiza el proceso de semillamiento¹¹, que garantiza los parámetros de producto deseados, para esto se dan tiempos de residencia dependientes de las características propias de cada equipo. A la solución resultante se le da el nombre de masa cocida que es una mezcla tanto de cristales de azúcar como de licor madre. El tipo de cocimiento utilizado determina el número y arreglo de las etapas de cristalización y por tanto las rutas que siguen las masas cocidas hacia los equipos de intercambio de calor donde se termina de adherir sacarosa al cristal, logrando así un mayor agotamiento del licor madre.

1.5.7. Centrifugación

Consiste en la separación del cristal de azúcar formado en los tachos de las mieles por medio de la utilización de fuerza centrífuga y el posterior lavado que se realiza a los cristales para eliminar la capa de miel remanente, esto con el propósito de disminuir el color del cristal dependiendo de las especificaciones de fábrica. La distribución de las masas cocidas depende del tipo de cocimiento utilizado por el ingenio.

Generalmente este proceso se realiza en centrifugadoras discontinuas para la descarga de tachos de primera y de forma continua para tachos de segunda y tercera. Para este proceso se siguen las siguientes etapas: Pre lavado de mallas, carga, aceleración, lavado, secado, desaceleración y descarga.

1.5.8. Secado de azúcar

La etapa de secado se utiliza únicamente cuando se está produciendo azúcar blanco o azúcar refinado. Esta consiste en hacer pasar los cristales centrifugados por un cilindro rotativo por el cual se hace pasar una corriente de aire caliente a temperaturas de entrada promedio de 66 °C y temperatura de salida promedio de 45°C, con tiempos de residencia de 5 a 7 minutos dependiendo de la cantidad de humedad a eliminar, por lo general la azúcar de salida tiene una humedad promedio menor al 0.05% (Porcentaje másico). Al salir del secador la azúcar

¹¹ Semillamiento: Inyección de cristales fragmentados para inducir la nucleación, como medio de inicio del proceso de cristalización

pasa por un tamiz que retiene los terrones formados para que sean mezclados con el azúcar crudo.

1.5.9. Pesado de azúcar

El pesaje se realiza similar para azúcar crudo y para azúcar blanco. Para el azúcar crudo se tiene a la salida del centrifugador una serie de tolvas en donde caen los cristales, dentro de estas tolvas se encuentra una báscula con una capacidad de aproximadamente 5000 lb, estas basculas tienen el propósito de contabilizar el azúcar producido. Luego del pesaje es enviada por medio de una banda hacia las bodegas. Para el azúcar blanco este proceso se realiza a la salida del secador y se transporta por bandas con aislamiento atmosférico.

1.5.10. Envasado y almacenaje del azúcar

Para el azúcar crudo es enviado a bodegas donde se almacena a granel, aunque puede ser envasado en presentación de 50 kg si es requerido por un cliente; en cuanto al azúcar blanco antes de su almacenamiento se envasa en sacos de 50 kg o en sacos jumbo de 27 quintales los cuales se envían a la bodega para su posterior estibamiento. También se envasan presentaciones de 1, 3 o 5 kg para la distribución local del producto tanto de azúcar crudo como de azúcar blanco.

El proceso de envase del azúcar refino y el azúcar blanco directo se realiza directamente en el área de refinería, esta cuenta con una sola línea de envasado que se lleva a cabo en sacos de polietileno con una capa interior de plástico que garantiza la calidad del azúcar envasado, estos sacos tienen una capacidad de 50 kg.

1.5.11. Refinación de azúcar

Este proceso se realiza para aumentar la calidad y pureza de la azúcar producida normalmente. Y se destina generalmente a la exportación.

Partiendo de la azúcar saliendo de las tolvas de azúcar crudo o azúcar blanco se envía por medio de bandas hacia un tanque de fundición el cual es alimentado con agua y vapor vivo para general la nueva meladura que recibe el nombre de licor madre. Posteriormente se

realiza una clarificación del licor por fosfoflotación¹² para eliminar las impurezas remanentes, luego se almacena en un tanque alimentador donde es tratado con carbón activado y tierras infusorias para remover color y demás impurezas; este licor madre cae por rebalse a un contenedor donde se realizará un filtrado doble haciéndose pasar por filtros prensa para remover el carbón y tierras restantes. Pasando los filtros se regula el pH del licor lo más cercano a 7 posible para evitar problemas de inversión de la sacarosa. El licor saliente de este proceso es enviado a la sección de tachos que trabajan de manera similar a los tachos de fábrica normal, la única diferencia es que el sirope final es enviado por tuberías hacia los tanques de meladura para su mezclado y procesamiento. Los cristales salientes de los tachos son igualmente pasados por centrifugas y luego enviados a la etapa de secado, que es donde se da un cambio importante del proceso, en esta etapa la secadora es alimentada con aire caliente filtrado durante la primera parte del secador y luego con aire frío en la segunda parte para evitar problemas de almacenamiento y transporte. Como etapa final se tiene el adicionamiento de vitamina A para cumplir con requerimientos de fábrica y producción, terminado así su envasado en sacos de 50 o 46 kg para azúcar refinada o blanca directo respectivamente.

1.6. Subproductos de fabricación de azúcar de caña

Como todo proceso productivo, la industria azucarera genera subproductos o co-productos que tienen un menor interés económico, pero de igual manera tiene un valor monetario, aunque inferior en comparación a la azúcar. De la fabricación de azúcar se tienen 3 subproductos principales los cuales son: bagazo, cachaza y melaza o miel final.

1.6.1. Bagazo

El bagazo es el residuo de la caña que sale de los molinos después de la extracción del jugo y representa entre un 25 y 40% del total de materia procesada por el ingenio dependiendo del contenido de fibra de la caña y la eficiencia del proceso de extracción (Rein, 2012). Este material contiene la mayor parte del material fibroso de la caña alimentada al ingenio y en el

¹² Fosfoflotación: Método de clarificación en la que se adiciona ácido fosfórico, sacarato de calcio y diversos floculantes para remover impurezas y disminución de turbidez del licor madre en refinería.

momento de producirse tiene un contenido de humedad aproximado de 50 g de agua/100 g de bagazo. (Rein, 2012).

Está constituido principalmente por celulosa, hemicelulosa y lignina, y también presenta cantidades menores de cenizas y materiales insolubles.

Históricamente el principal uso debido a las enormes cantidades de bagazo generado era como material de combustión en calderas para producir vapor utilizado en la fábrica, hasta la incorporación de sistemas de cogeneración de energía eléctrica en el año 2001 en El Salvador, lo cual diversificó sus usos e incorporó un nuevo modelo de negocio para los ingenios. Para el 2015 los ingenios salvadoreños suministraron a la red eléctrica nacional un total de 226 MW, representando un 13.6% de la generación eléctrica de dicho año (Consejo Nacional de Energía , 2015).

Esto aumenta la viabilidad económica del ingenio al disminuir costos asociados al consumo de energía. También puede utilizarse en otras industrias como la generación de papel, materiales conglomerados para la fabricación de mobiliaria, fibras textiles y recientemente como materiales de absorción de humedad en tratamientos médicos (Rein, 2012).



Figura 1.9. Almacenaje de bagazo a granel¹³

¹³ Foto Obtenida de: <http://www.elsalvador.com/noticias/negocios/182942/productores-piden-que-se-les-pague-por-bagazo-de-cana/>

En cuanto a las pérdidas de sacarosa asociadas a este subproducto se registra que la concentración de sacarosa remanente en el bagazo ronda entre un 2 - 4% (Porcentaje másico) durante una zafra, esto se convierte en pérdidas variantes en ingenios azucareros de El Salvador entre 0.6 a 0.9 Lb de azúcar/100 Lb de caña procesada, lo que equivale a pérdidas totales entre 43,212.85 y 68,819.27 Toneladas de azúcar por zafra en El Salvador. (QIL-EIQA-UES, 2016).

1.6.2. Cachaza

La cachaza es obtenida luego del proceso de clarificación del jugo de caña y su composición es en extremo variante debido a la diversidad de la caña procesada y métodos de clarificación utilizados en el ingenio. La producción de cachaza alcanza generalmente valores de entre un 3 y 5% del total de la caña molida. El problema de la cachaza radica principalmente en su almacenamiento ya que presenta un gran contenido de humedad 70 g de agua/100 g de cachaza, generar olores desagradables y ser fuente de plagas. Por lo que es transportada y comercializada de manera rápida. El principal uso de la cachaza se da como fertilizante de cultivos al mejorar la calidad del suelo incorporando parte de sus componentes al mismo.

Tabla 1.2. Composición típica de cachaza (Base Seca), Rein, 2012

Componente	Rango Usual en g/100 g materia seca
Fibra	15-30
Azúcar	5-15
Proteína cruda	5-15
Cera y grasa cruda	5-14
Ceniza	9-20
SiO ₂	4-10
CaO	1-4
P ₂ O ₅	1-3
MgO	0.5-1

1.6.3. Melaza

La melaza o miel final es el principal subproducto de la industria azucarera y es una sustancia oscura, densa y con gran contenido de sacarosa, por lo que representa pérdidas (como azúcar no recuperable) muy significantes a todo el ingenio. La alta concentración de sacarosa en melaza se debe al límite físico de extracción de este componente desde la meladura en la etapa de cristalización. Este límite está determinado por la capacidad de sobresaturación alcanzable por la solución; a esta capacidad se le denomina Fuerza guiadora. Los valores de sacarosa remanente rondan en promedio un 35% (Porcentaje Peso) de sacarosa remanentes. (Rein, 2012)

En cuanto a su composición química, como con el resto de subproductos es muy variada y depende de muchos factores, pero el parámetro más importante es la cantidad de azúcar presente en la misma ya que gracias a este factor, la melaza tiene un valor relativamente alto de mercado en comparación con los demás subproductos. Su composición química promedio se muestra en la tabla 1.3. Su comercialización se enfoca al uso como alimento animal, producción de lácteos, fabricación de etanol (Rein, 2012) y recientemente se realizan investigaciones para producir bienes de uso humano como edulcorantes o suplementos alimenticios.

1.6.4. Potencial de mejora para el recobrado de sacarosa remante en Melaza

Al analizar la información presentada en los apartados anteriores (1.2 y 1.6), referidos a pérdidas de sacarosa y concentraciones de componentes, es evidente la existencia de un potencial de mejora para la recuperación de sacarosa de caña de azúcar. Por tanto, es necesario entender las operaciones físicas y propiedades fisicoquímicas que afectan al proceso de recuperación de azúcar, para posteriormente poder describir las interacciones y mejorar el proceso productivo. Dichos conceptos se estudiarán en el siguiente capítulo.

Tabla 1.3. Composición típica de Melaza, Tellez (2004)

Componente	Rango en g/100 g de melaza	Contenido(% p/p)
Componentes Mayores	Materia Seca (°Brix)	78
	Proteínas	3
	Sacarosa (Pol)	60 - 63
	Azucares Reductores	3 - 5
	Sustancias disueltas (diferentes azucares)	4 - 8
	Agua	16
	Grasas	0.40
	Cenizas	9
Minerales	Calcio	0.74
	Magnesio	0.35
	Fósforo	0.08
	Potasio	3.67
Aminoácidos	Glicina	0.10
	Leucina	0.01
	Lisina	0.01
	Treonina	0.06
	Valina	0.02
Vitaminas	Colina	600 ppm
	Niacina	48.86 ppm
	Ácido Pantoténico	42.90 ppm
	Piridoxina	44 ppm
	Riboflavina	4.40 ppm
	Tiamina	0.88 ppm

Capítulo II

Recobrado de azúcar y agotamiento de mieles

El proceso de recobrado es aquel en que se extrae la sacarosa en forma de cristales de los jugos de caña, esta etapa engloba las operaciones de evaporación, cristalización y centrifugación. Generalmente se le llama casa de cocimiento al área del ingenio en que se realizan estos procesos (Rein, 2012).

El agotamiento de mieles se refiere a que tanta azúcar se pudo recuperar de la disponible en el tallo de caña y se convirtió en cristales (de pureza elevada), por lo tanto, el agotamiento de mieles describe la concentración de sacarosa presente en la melaza y que factores la modifican; como, por ejemplo: **solubilidad de la sacarosa, presencia de compuestos diferentes a la sacarosa, el tamaño y distribución de cristales.**

2.1. Evaporación

Esta operación consiste en la disminución de la cantidad de agua presenten en el jugo de caña por medio de la aplicación de calor y así por diferencia de puntos de ebullición separar la mayor cantidad de agua. Dicho proceso incrementa la concentración del jugo clarificado desde 15 a 17 Brix° hasta unos 65 a 68 Brix°.

El proceso de evaporación es el principal consumidor de vapor y por tanto el referente de consumo energético de toda la fábrica (Rein, 2012), con el propósito de disminuir el consumo de vapor las fábricas azucareras se utilizan arreglos de evaporadores de “múltiple efecto”, cuya eficiencia se aumenta al evaporar tantas libras de vapor de agua del jugo como etapas se tengan.

En el ingenio de estudio, el inicio del proceso de evaporación se da al enviar el jugo clarificado del tanque a los pre-evaporadores en donde se alcanza una concentración de entre 23 - 28 Brix° y temperaturas de entre 115 - 122°C, para luego ser enviado a los evaporadores de segundo efecto y así sucesivamente hasta llegar al evaporador de cuarto efecto o tanques meladores. Los cambios de temperatura y Brix° en las diferentes etapas de evaporación son

presentados en la tabla 2.1. Al final del proceso se remueve entre un 60 - 75% (Porcentaje másico) del agua presente en el jugo. (Zepeda E. , 2012).

Dependiendo de las condiciones de fábrica la meladura es enviada hacia la zona de tachos¹⁴ si se fabrica azúcar cruda o al tanque de meladura cruda para su posterior clarificación en el caso de que se produzca azúcar blanca.

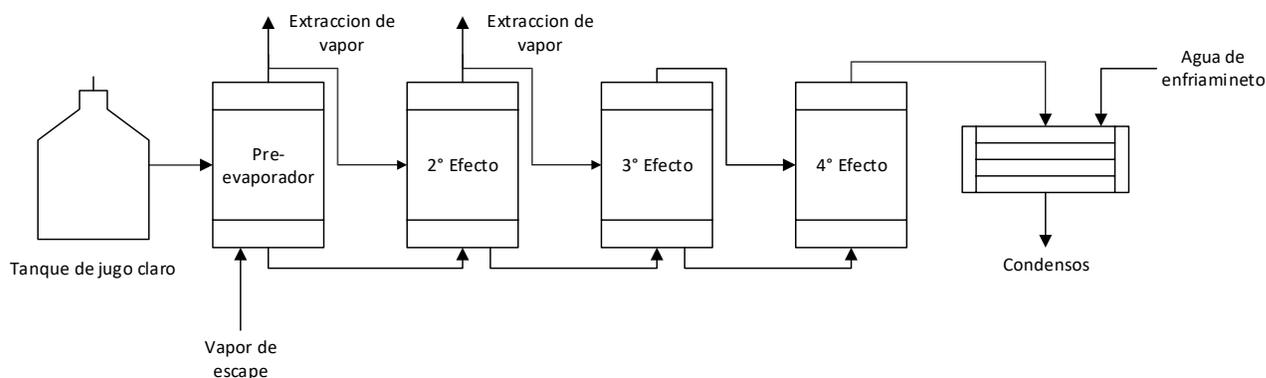


Figura 2.1. Esquema de Evaporadores de cuatro efectos

Tabla 2.1. Valores Promedio de los parámetros de operación en la estación de evaporación del ingenio en estudio, (Zepeda, 2012)

ETAPA	CORRIENTE DE PROCESO	PARÁMETRO DE OPERACIÓN	VALOR PROMEDIO DE OPERACIÓN
PRIMER EFECTO (Pre-evaporadores)	Jugo Claro	Pol	12.0 - 14.5
		Brix°	15.0 - 17.0
		% Pureza	84.0 - 85.0
		pH	6.9 - 7.1
	Jugo Primer Efecto	T (°C)	115.5 - 121.2
		Brix°	23 - 28
	Vapor Primer Efecto	T (°C)	115.5
Presión (psi)		20	
SEGUNDO EFECTO	Jugo Segundo Efecto	T (°C)	104.44 - 107.22
		Brix°	30 - 37

Continúa.

¹⁴ Tachos: Cristalizadores al vacío

Tabla 2.1. Valores Promedio de los parámetros de operación en la estación de evaporación del ingenio en estudio, (Zepeda, 2012) (Continuación).

ETA*PA	CORRIENTE DE PROCESO	PARÁMETRO DE OPERACIÓN	VALOR PROMEDIO DE OPERACIÓN
SEGUNDO EFECTO	Vapor Segundo Efecto	T (°C)	104.44 - 110
		Presión (psi)	3 - 4
TERCER EFECTO	Jugo Segundo Efecto	T (°C)	93.44 - 98.89
		Brix°	40 - 46
	Vapor Segundo Efecto	T (°C)	82.22 - 87.88
		Presión (psi)	5.89 - 6.38
CUARTO EFECTO	MELADURA	pH	6.3 - 6.5
		Brix°	60 - 65

2.2. Cristalización

En la sección 1.5.6 se realizó una descripción conceptual del proceso de cristalización, por lo que a continuación se procede a describir el proceso de manera detallada.

El proceso de cristalización inicia por la descarga del tanque de meladura hacia los cristalizadores de primera (Tachos A) al cual se le inyecta además Magma C ¹⁵ como semilla y catalizador de la formación de cristales, de los Tachos “A” sale “masa cocida A” (MCA) hacia las centrifugas para separar la azúcar A y también Miel A que sirve como meladura en los Tachos “B”.

A los tachos “B” se le inyecta meladura del tanque principal, Miel A y magma C como semilla, y de este sale “masa cocida B” (MCB) hacia las centrifugas y Miel B hacia los tachos de tercera o C. A los tachos de tercera se les agrega miel A y B en función de meladura y como semilla se le añade una solución denominada “slurry” que es una mezcla de azúcar y alcohol. Los tachos de tercera tienden a funcionar de manera diferente a los A y B debido a las altas viscosidades y bajas purezas con las que las mieles entran, es por eso que el proceso de cristalización se realiza en 3 equipos diferentes; el primero es un cristalizador vertical por el cual se hace circular agua fría para enfriar la MCC, luego se bombea hacia un cristalizador

¹⁵ Magma C: Mezcla de Azúcar C y Agua que sirve como alimento de Tachos A y B

horizontal tipo Werkspoor manteniendo el enfriamiento por agua y finalmente se envía la MCC hacia cristalizadores tipo Blanchard para luego ser bombeados hacia las centrifugas C. La tabla 2.2, presenta un cuadro con los parámetros de operación de la casa de cocimientos.

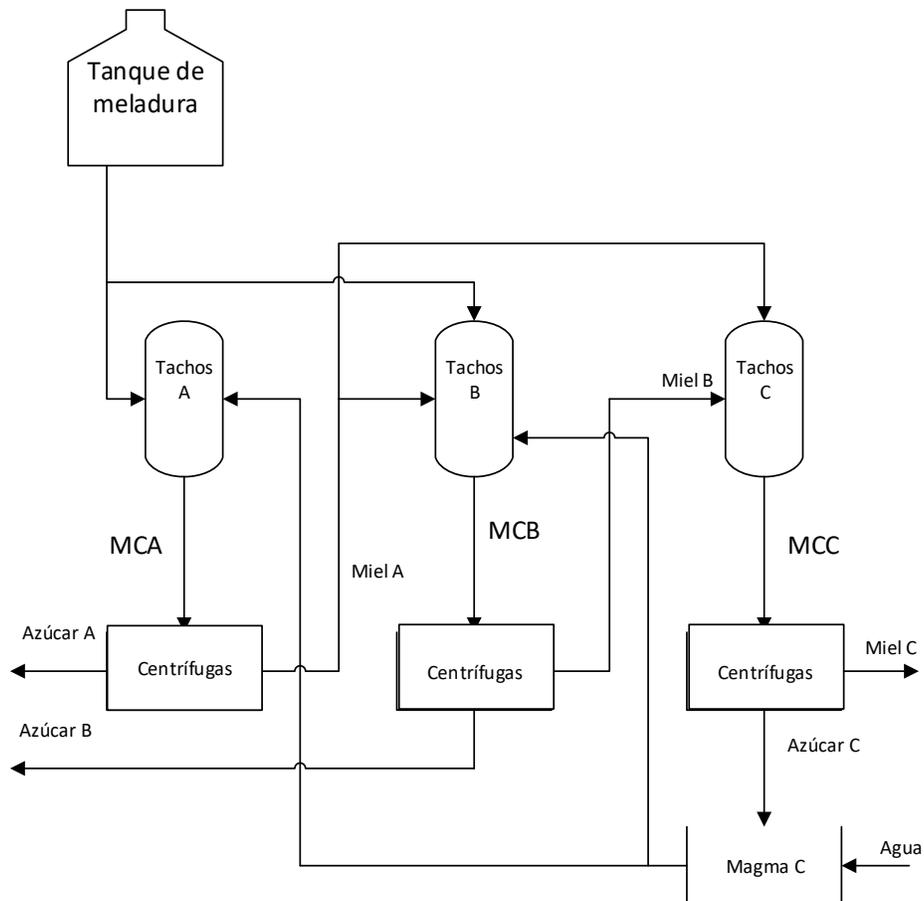


Figura 2.2. Esquema de Casa de Cocimiento de 3 etapas

Tabla 2.2. Parámetros promedio de operación de etapa de cristalización, (Zepeda, 2012)

Corriente de proceso	Parámetro de operación	Valor promedio de operación
Meladura Cruda	Pureza	83 - 85
	pH	6.1 - 6.5
	Brix	6.0 - 6.7
Meladura Clarificada	Pureza	83 - 87

Continua.

Tabla 2.2. Parámetros promedio de operación de etapa de cristalización, (Zepeda, 2012)

(Continuación.)

Corriente de proceso	Parámetro de operación	Valor promedio de operación
Meladura Clarificada	pH	5.9 - 6.2
	Brix	64 - 68
Miel A	Pol	52 - 56
	Brix	81 - 84
	Pureza	64 - 67
Miel B	Pol	43 - 45
	Brix	86 - 89
	Pureza	49 - 51
Masa Cocida A	Pol	77 - 79
	Brix	92 - 94
	Pureza	83 - 85
Masa Cocida B	Pol	63 - 65
	Brix	95 - 96
	Pureza	67 - 68
Masa Cocida C	Pol	51 - 54
	Brix	99 - 99.6
	Pureza	51 - 55
Magma B	Pol	78 - 83
	Brix	89 - 91
	Pureza	87 - 92
Magma C	Pol	71 - 76
	Brix	88 - 90
	Pureza	80 - 84

2.3. Parámetro de operación del proceso de Centrifugación

Tabla 2.3. Parámetros promedio de operación de centrifugación, Zepeda, (2012).

Corriente de proceso	Parámetro de operación	Valor promedio de operación
Miel final	Pol	51 - 54
	Brix	99 - 99.6
Miel final	Pureza	51 -53
Azúcar crudo	Pol	98.3 98-9
	% Humedad	0.1 - 0.5
	Color (UI)	500 - 2000
Azúcar Blanco	Pol	99.45 - 99.55
	% Humedad	0.05 - 0.06
	Color (UI)	150 - 400

2.4. Solubilidad y Coeficiente de sobresaturación

Como se mencionó en la sección 1.6.3, el proceso de cristalización y por tanto el recobrado de azúcar está regido por la sobresaturación que es la denominada fuerza guiadora. Es por esto que se profundiza en los conceptos relacionados con dicha propiedad.

2.4.1. Solubilidad

La solubilidad es la capacidad de una sustancia (solute) para disolverse en otra (solvente) a condiciones específicas, se sabe que la solubilidad de la sacarosa en agua es bastante elevada, llegando a tener una relación de casi 2 a 1 en peso, para una solución saturada¹⁶ a 25°C y además incrementa drásticamente con los aumentos de temperatura (Polanco, 2009), es por esto que el agua es considerada uno de los compuestos no-sacarosos más melasigénicos¹⁷ en el proceso de cristalización. Si bien la temperatura es un factor importante para la solubilidad de la sacarosa en las mieles finales, no es la única, también la solubilidad es afectada por la presencia de azúcares reductores que la disminuyen, así como por las cenizas que la incrementan y por lo tanto aumentan la pérdida de azúcar en melazas al aumentar la pureza de equilibrio. En cuanto a los componentes de las cenizas se encontró que el sodio es el

¹⁶ Solución Saturada: Punto de solubilidad máxima para las condiciones dadas.

¹⁷ Melasigénico: generador de melaza.

elemento mineral más melasigénico, seguido del calcio, magnesio y potasio de manera decreciente (Sahadeo, 1998), aunque existe discrepancia entre autores de cuál es el elemento que más afecta en la solubilidad de la sacarosa por ejemplo Van der Poel reportar la siguiente relación entre elementos y solubilidad.

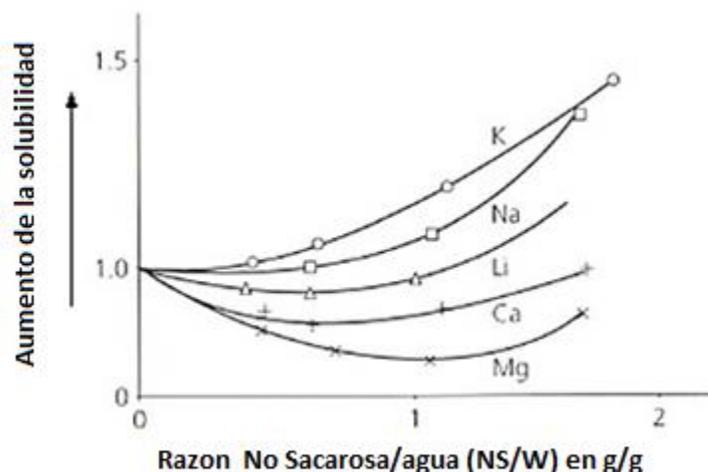


Figura 2.3. Relación entre concentración de elementos y efecto en la solubilidad de la sacarosa, (Van der Poel, 1998)

El potasio como el elemento más melasigénico seguido del sodio, litio, calcio y magnesio (van der Poel, Schiweck y Schwartz, 1998), se relacionan estas discrepancias con las metodologías utilizadas por cada investigador para la determinación de esta información. La solubilidad de una solución de sacarosa pura, es decir solo sacarosa y agua, ha sido ampliamente estudiada y se ha llegado a la aceptación de la *Ecuación de Charles* para describir esta propiedad.

$$w_{S,sat} = 64.397 + (0.07251 * t) + (0.002057 * t^2) - (9.035E^{-6} * t^3) \quad \text{Ec. 1}$$

Donde $w_{s, sat}$ son los gramos de sacarosa/100 g de solución a una temperatura de saturación definida en °C. Aunque por lo general se expresa la solubilidad de la sacarosa se expresa en función de la relación sacarosa / agua, por lo que la ecuación 1 queda expresada de la siguiente manera:

$$q_{s,w} = \frac{w_{S,sat}}{100 - w_{S,sat}} \quad \text{Ec. 2}$$

Donde $q_{s,w}$ es la relación sacarosa sobre agua en g/g.

2.4.2. Coeficiente de Solubilidad.

Este se define como la relación de solubilidad de sacarosa en la solución impura o solución técnica a la solubilidad de sacarosa en una solución pura (Rein, 2012). El Coeficiente de solubilidad (CS) expresado como relación Sacarosa / Agua está dado por:

$$CS = \frac{q_{s/w,i}}{q_{s/w,p}} \quad \text{Ec. 3}$$

De la ecuación 3 el denominador es fácilmente calculable haciendo uso de la Ecuación de Charles (Ec. 1) para determinar la solubilidad de sacarosa en soluciones puras y la ecuación 2 para transformarlo a término de la relación S / W, el inconveniente resulta en la predicción del numerador de la expresión, ya que este valor tiene que incorporar las variables que afectan la solubilidad para soluciones impuras tales como cenizas, azúcares reductores, etc.

Al tratar de resolver este problema diversos autores han propuesto ecuaciones que describen el comportamiento de este coeficiente, llegando todos a la conclusión que el Coeficiente de Solubilidad puede ser expresado en función de las relaciones de No Sacarosa sobre agua (NS/W) y también de azúcares reductores sobre cenizas (AR/C). La figura 2.4 presenta el grafico del comportamiento del coeficiente de solubilidad en función de la relación no sacarosa / agua, reportado por diferentes autores.

De la figura 2.3 , cuando el material azucarado tiene una menor relación NS/W el valor del coeficiente de solubilidad es menor a uno, lo que indica que la sacarosa es menos soluble en una solución impura que en una solución pura de sacarosa y para valores por arriba de 3 o 4 cambian llegando a ser la sacarosa más soluble en soluciones impuras y se sabe que estos son los valores promedio de NS/W presentes en las mieles finales o mieles C (Flores, 2008), por lo que es importante describir el coeficientes de solubilidad para las etapas que involucran las mieles finales.

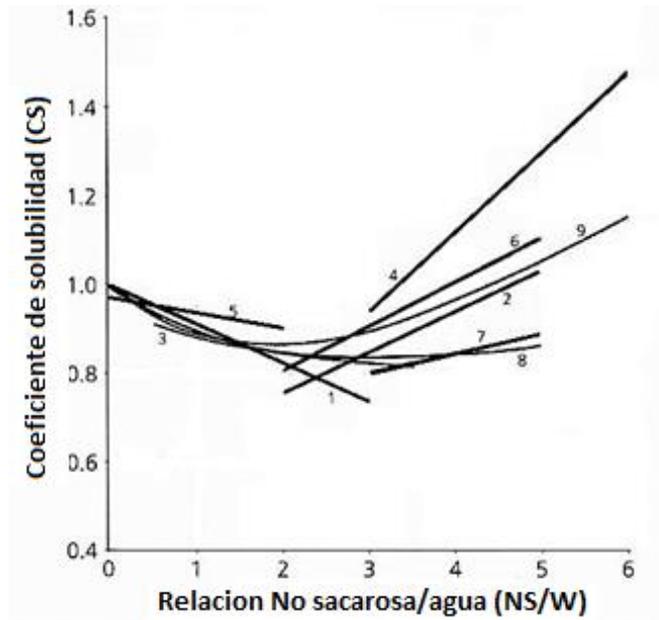


Figura 2.4. Grafica de relaciones para Coeficiente de Solubilidad de diversos autores a condiciones 50 °C y AR/C=1.0, Rein,2012.

- | | |
|-------------------------------|-------------------------------|
| 1. Batterham et al. (1974) | 2. Maudarbocus y White (1979) |
| 3. Broadfoot y Steindl (1980) | 4. Lionnet y Rein (1980) |
| 5. Rouillard (1980) | 6. Rouillard (1980) |
| 7. Broadfoot (1984) | 8. Stendl et al. (2001) |
| 9. Rein. | |

A través de los esfuerzos de Wicklund (1995), Wagnerowski et. al. (1961, 1962) y Vavrinez (1978- 79) desarrollaron una correlación entre el coeficiente de solubilidad y la relación de NS/W, la cual es la ecuación más completa y con mayor aceptación dentro de la industria para describir el coeficiente de solubilidad, ya que es la que se adapta con más facilidad a las condiciones propias de un ingenio. Esta ecuación es conocida como ecuación del Coeficiente de Solubilidad de Wiklund (Mathlouthi, 1995) y es la siguiente:

$$CS = a \left(\frac{NS}{W} \right) + b + (1 - b) \cdot e^{(-c \cdot \frac{NS}{w})} \quad \text{Ec. 4}$$

En Donde a, b y c son constantes que dependen de las condiciones del material que está siendo estudiado, denominados coeficientes de Wicklund. Dichos coeficientes incorporan el

efecto de las variables que modifican la solubilidad. Los valores del coeficiente por Steindl et. al. (2001) se calculan de la siguiente manera:

$$\begin{aligned} a &= 0.011 + 0.00046. t \\ b &= 0.670 + 0.0021. t - 0.007. AR/C \\ c &= 0.540 + 0.0049. t \end{aligned} \tag{Ec. 5}$$

Se comprobó que los valores de los coeficientes a, b y c fluctúan entre un rango determinado siendo sus valores promedios: a = 0.292; b = 0.691; c = 1.80 y t = °C (Mathlouthi, 1995).

2.4.3. Sobresaturación y Coeficiente de Sobresaturación

La sobresaturación se refiere al grado con el cual el contenido de sacarosa excede el contenido de sacarosa de una solución saturada a una temperatura determinada. Durante el proceso de cristalización es necesario tener especial control en el grado de sobresaturación de la meladura, ya que pueden generarse cristales de propiedades inadecuadas y por lo tanto darse pérdidas de sacarosa. La condición mencionada con anterioridad es diferente para una solución pura y una impura de sacarosa debido al efecto que tienen las impurezas sobre la solución; generalmente el grado de sobresaturación se expresa mediante el uso del coeficiente de sobresaturación y se obtiene al dividir la relación peso/peso de sacarosa/agua de la solución en estudio entre la relación peso/peso de sacarosa/agua saturada. A dicha relación se le conoce como coeficiente de sobresaturación:

$$y = \frac{w_S/w_W}{(w_S/w_W)_{sat}} \tag{Ec. 6}$$

Con el uso de este coeficiente es posible ubicar las regiones de saturación en una curva de solubilidad y así poder determinar las condiciones en las que se encuentra una determinada solución ya sea en el proceso de cristalización o para determinar el punto óptimo de ensemillamiento.

2.5. Pérdidas de sacarosa en mieles finales y ensayos de agotamiento

Las pérdidas de sacarosa en mieles finales son debidas a muchos factores, entre los que se encuentran principalmente la capacidad técnica del equipo instalado, las limitantes físicas del proceso como la sobresaturación, solubilidad, viscosidad, etc. Estas pérdidas son las mayores de todo el proceso llegando a alcanzar un total de entre el 1.240 - 1.405 % (Porcentaje másico)

de sacarosa de la caña lo que equivale a pérdidas en miel final 24.8 - 28.1 lb de azúcar por tonelada de caña (Zepeda E., 2012). Y por lo tanto una de las mayores pérdidas económicas del proceso, ya que la sacarosa sigue estando presente en los subproductos, pero por las condiciones mencionadas anteriormente es no recuperable. Se sabe que un proceso no puede tener una eficiencia del 100%, pero se tiene como meta lograr la mayor recuperación posible y es por esto que se han realizado diversos estudios para determinar el grado máximo de recuperación posible para un ingenio.

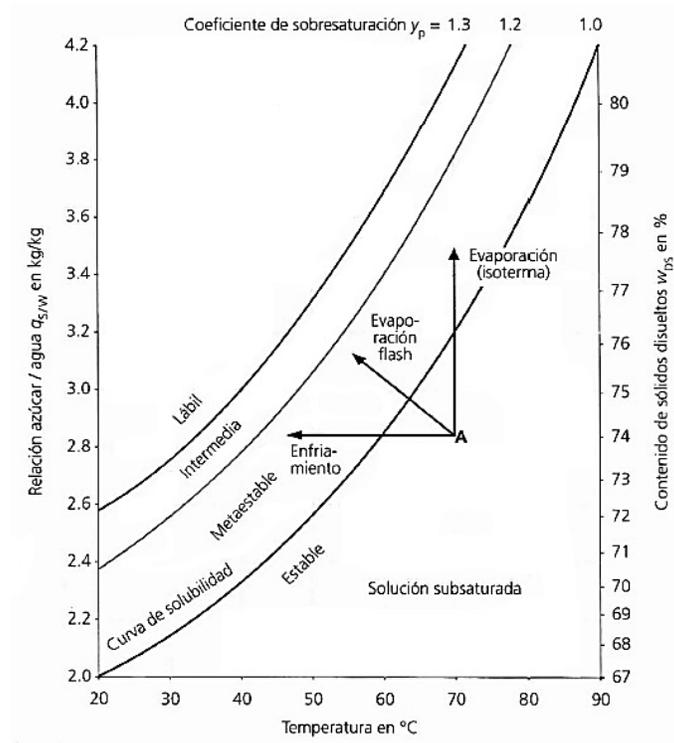


Figura 2.5. Curva de Solubilidad y Coeficiente de Sobresaturación, Rein, 2012

Dentro de las limitantes se encuentran algunas que no pueden ser superadas debido a su imposibilidad técnica, pero muchas pueden ser mejoradas haciendo uso de un mejor control del proceso y de las características propias del material azucarado utilizado; para poder entender estas características se han realizado las denominadas *pruebas de agotamiento*, en donde a través de diferentes técnicas se intenta determinar hasta qué punto puede reducirse la pureza de la miel final.

Este tipo de pruebas relacionan las condiciones a las que se realiza la cristalización con respecto a la pureza y también el límite de solubilidad, este límite de solubilidad suele ser

descrito como la pureza de equilibrio. La pureza de equilibrio es la pureza lograda una vez que ha transcurrido un tiempo suficiente para que se alcance la saturación del licor madre. (Rein, 2012)

Se cuenta con dos métodos para alcanzar esta pureza de equilibrio, siendo estos: el primero basado en la adición de cristales refinados de azúcar y permitir la cristalización de nuevo; el segundo es calentando una masa cocida hasta disolver los cristales presentes. Ambos métodos están sujetos a las condiciones de laboratorio específicas.

Se reconoce además que el agotamiento de mieles está limitado por la incapacidad de los equipos de fábrica de manejar masas cocidas de alta viscosidad. *Rein y Smith (1981)* mostraron que no se logró ninguna mejora en la pureza de las mieles con una viscosidad de licor madre por arriba de 300 Pa.s y además se estableció una relación muy fuerte entre NS/W y la viscosidad. De estas pruebas se tiene como referencia que los parámetros mínimos para alcanzar el equilibrio son de 48 horas, temperatura de 50°C y viscosidades de 250 Pa.s. Pero estos valores varían dependiendo no solo de la relación NS/W sino también de las características de estos compuestos no sacarosos y de los valores alcanzados por cada fábrica.

2.6. Pureza Objetivo

La pureza objetivo surge como herramienta en el estudio del agotamiento de mieles, y sirve como punto de referencia o comparación en cuanto a las purezas alcanzadas en la etapa de recobrado y está generalmente expresada como una ecuación en función de características propias de las mieles finales.

Este concepto puede ser entendido de dos maneras diferentes, ya sea como la menor pureza de melaza alcanzable en el laboratorio (pureza de equilibrio) o como el objetivo realmente alcanzable en la fábrica (Rein, 2012). En la industria es más aceptada la primera definición, ya que es una pureza teórica alcanzable y no depende de otro tipo de variables subjetivas como procedimientos de fábrica.

Con el trascurso del tiempo han sido presentadas un gran número de ecuaciones que describen esta pureza, y cada autor presenta las condiciones a las cuales está restringido su uso. La pureza objetivo depende muy fuertemente de los parámetros requeridos en el proceso

de obtención de la fórmula, por lo que en su búsqueda es necesario especificar los métodos utilizados para obtener estos indicadores o variables. La tabla 2.4 presenta una serie de ecuaciones para calcular la pureza objetivo de diversos autores y sus condiciones de operación.

La utilización de este tipo de fórmulas viene dada como un punto comparativo entre el valor obtenido de pureza en el laboratorio y la pureza final del proceso. A la diferencia entre estos dos valores se le da el nombre de *Diferencia de Pureza Objetivo (DPO)* y sirve como un indicador del potencial de mejora de una fábrica, además puede ser utilizado como comparador de desempeño entre ingenios. Por lo general se considera que una DPO entre 5 - 7 es el valor común para una fábrica con buenas prácticas de producción, valores de DPO entre 2 - 3 son obtenidos por ingenios destacados a nivel mundial (Polanco, 2009).

El problema de este tipo de ecuaciones radica en que se expresan los parámetros como relaciones de Azúcares reductores/Cenizas (RS/C) o Monosacáridos/Cenizas (MS/C), pero no se describe el impacto individual que los componentes presentes en la ceniza tienen sobre la solubilidad de la sacarosa y por tanto la pureza de saturación o equilibrio de la misma.

Referencia	Ecuación	Comentario	Método Analítico		
			Materia Seca	Sacarosa	Monosacáridos
Foster (1960)	$40.7 - 17.8 * \log(q_{RS}/c)$	-	Secado	Pol Doble	L y E
Miller et al. (1998)	$41.1 - 8.7 * \log(q_{RS}/c)$	100 Pa. S ⁿ , 50 °C	Secado	Pol Doble	L y E
Miller et al. (1998)	$46.9 - 9.5 * (1 - e^{-1.3*q_{MS}/c})$	100 Pa. S ⁿ , 50 °C	Secado	Pol Doble	HPLC
Miller et al. (1998)	$39.4 - 10.6 * \log(q_{RS}/c)$	250 Pa. S ⁿ , 50 °C	Secado	Pol Doble	L y E
Miller et al. (1998)	$55.1 - 18.7 * (1 - e^{-2.6*q_{MS}/c})$	250 Pa. S ⁿ , 50 °C	Secado	Pol Doble	HPLC
Moritsugu et al. (1974)	$33.2 - (4.03 * \frac{q_{RS}}{c}) + (0.161 * P_{Mo})$	Cenizas carbonatadas	Refractómetro	Pol Doble	L y E
Moritsugu et al. (1974)	$33.3 - (5.35 * \frac{q_{RS}}{w_A}) + (0.134 * P_{Mol})$	Cenizas carbonatadas	Refractómetro	Pol Doble	L y E
Brujin et al. (1972)	$39.9 - 19.6 * \log(q_{RS}/c)$	Enfriamiento a 40 °C	Secado	L y E	L y E
Rein y Smith (1981)	$37.7 - 17.6 * \log(q_{RS}/c)$	Enfriamiento a 40 °C	Secado	L y E	L y E
Rein y Smith (1981)	$33.9 - 13.4 * \log(q_{MS}/c)$	Enfriamiento a 40 °C	Secado	GC	GC
Smith (1995)	$43.1 - 17.5 * (1 - e^{-0.74*q_{MS}/A})$	Enfriamiento a 40 °C	Secado	GC	GC
Saska et al. (1999)	$42.4 - 12.3 * \log(q_{MS}/c)$	Cenizas carbonatadas	Correlación RDS	HPLC	HPLC
Gil et al. (2001)	$38.5 - 7.7 * \ln(q_{RS}/c)$	100 Pa. S ⁿ , 50 °C	Secado	Pol Doble	L y E
Gil et al. (2001)	$35.8 - 6.3 * \ln(q_{RS}/c)$	250 Pa. S ⁿ , 50 °C	Secado	Pol Doble	L y E

Tabla 2.4. Ecuaciones de Pureza Objetivo presentadas por diversos autores, (Rein, 2012) Tabla 0.2. Ecuaciones de Pureza Objetivo, Rein, 2012

Capítulo III

Metodología Experimental

Se describen los procedimientos utilizados durante la investigación con el fin de cumplir los objetivos planteados. Iniciando desde el diseño del experimento, metodología de recolección y tamaño de muestra, descripción de materiales y equipo, así como las metodologías seguidas para la obtención de los datos de interés en materiales azucarados.

3.1. Descripción del Experimento de Saturación.

Para la obtención de una correlación de coeficiente de solubilidad, así como de una que permita obtener la pureza objetivo se hace necesario el utilizar una metodología que permita alcanzar la pureza de equilibrio (ver sección 2.5). Hay metodologías recomendadas (para alcanzar la pureza de equilibrio) las cuales tienen ciertos requerimientos y limitantes en cuanto a equipo y muestras utilizadas. Estas metodologías han sido modificadas para su aplicación según las condiciones existentes para la investigación en el ingenio azucarero en estudio.

En la metodología utilizada se realiza un ensayo de saturación que consiste en disolver cristales de azúcar refino en melaza a diferentes proporciones para alcanzar distintos NS/W y con estos valores poder determinar una variación de la misma con respecto al CS y Pureza Objetivo. El fenómeno que se replica se representa en la figura. 3.1 en donde la sacarosa migra desde los cristales de refino hacia el licor madre, partiendo de una melaza insaturada hasta llegar al equilibrio. Posteriormente se realiza un proceso de filtrado para separar de la nueva masa cocida el licor madre saturado y posteriormente realizarle análisis de cenizas Conductimétricas, Brix° Refractométrico, polaridad y determinación de concentración de sacarosa, fructosa y glucosa, siendo los últimos dos los que se consideran azúcares reductores

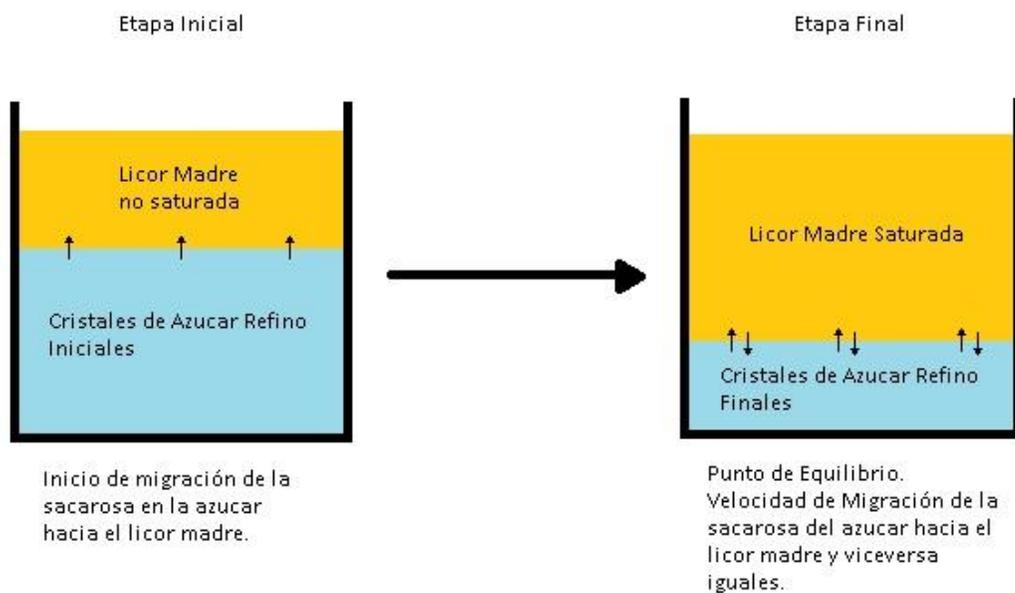


Figura 3.1. Esquema de experimento de migración de sacarosa.

3.2. Metodología de Recolección de Muestra

El muestreo se realiza en melaza debido a que es en esta donde se concentran la mayor cantidad de impurezas de todo el proceso de recobrado de sacarosa como se muestra en la Tabla 1.3. El diseño del área de recobrado no permite obtener muestras de cada tacho de tercera ya que no existe en ellos una forma de extracción de material, pero existe un punto de unión entre todos los tachos que es la tubería de salida que se dirigen al tanque de almacenamiento de melaza; y en esta tubería se encuentra una válvula de muestreo que permite obtener una mezcla de todas las mieles finales del proceso.

El proceso de recolección se realiza haciendo uso de un recipiente plástico (PET) de 1 galón de capacidad previamente desinfectado y acondicionado para dicho uso, en el lugar de muestreo se abre la válvula de muestreo dejando fluir un poco de melaza antes de recolectar la muestra en el recipiente, finalmente se tapa el recipiente y se traslada hacia el laboratorio en donde se acondiciona y se almacena para la realización de los diferentes análisis.

3.2.1. Identificación de muestras.

Las muestras recolectadas se han identificado con números correlativos del 1 al 14, en donde la terminología CH e IZ identifica a las muestras seleccionadas para la obtención de las correlaciones de Coeficiente de Solubilidad y Pureza Objetivo además de identificar el lugar de procedencia de la muestra; siendo CH el indicativo para Zona Oriental e IZ para la Zona Occidental. Las demás muestras son utilizadas para la comparación de sus valores experimentales con los predichos por las correlaciones.

3.3. Tamaño de Muestra

La selección del tamaño de la muestra se realiza considerando dos aspectos importantes; el primero y más importante es el presupuesto destinado para la realización de los análisis de caracterización de las cenizas, dicha caracterización es realizada mediante la técnica de espectroscopia por absorción atómica y considerando que esta es llevada a cabo en un laboratorio externo (Laboratorio de Agroquímica, UES) prácticamente todo el presupuesto se destina a dicha actividad. La segunda consideración es referida a la duración total de la zafra de aproximadamente 6 meses, de los cuales por motivos de control de producción es separada en 3 tercios; la investigación abarcará solamente un tercio de estos ya que por registros históricos es durante el último tercio en donde se dan las variaciones más grandes en la concentración de cenizas en melaza. Además, dichas variaciones ocurren de manera diaria. Por requerimientos del ingenio se realiza la recolección de muestras durante un periodo de 4 semanas, muestreando cada 2 días y almacenando los recipientes para su posterior utilización. Como se observa en la Figura. 3.2 el comportamiento de las cenizas a nivel porcentual durante el periodo de la zafra presenta una irrepetibilidad, lo cual garantiza una variación en las concentraciones de los componentes a determinar (Na, Ca, Mg, K) y por tanto puede ser descrito un comportamiento respecto a la NS/W, CS y pureza objetivo.

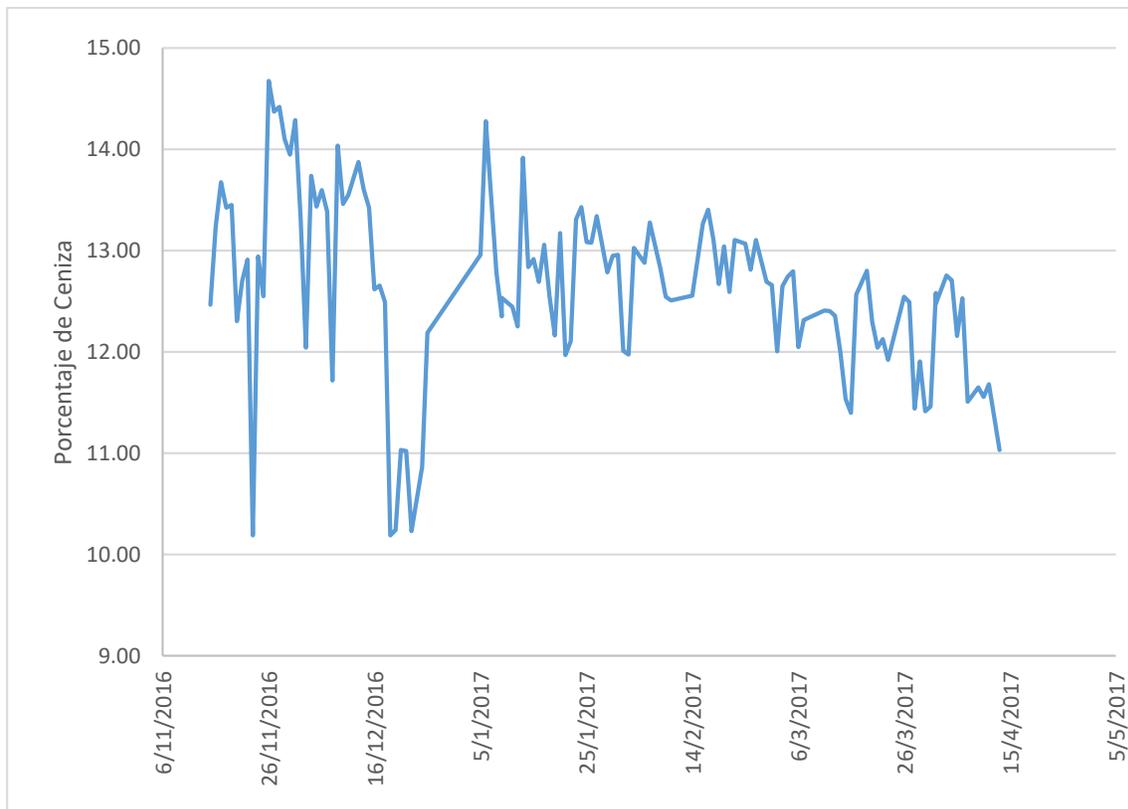


Figura 3.2. Variación de cenizas en melaza para zafra 2016/2017 en el ingenio de estudio. (Porcentuales).

3.4. Diseño del Experimento

Se describe la secuencia de la metodología utilizada para la obtención de información referida al experimento de saturación. Englobando las secciones de preparación de muestra, determinación de tiempo de residencia para alcanzar la pureza de equilibrio, el montaje del experimento, obtención de licor madre por filtrado y finalizando con los controles de pruebas; los cuales están basados en la estimación de la variación de diámetros promedio de los cristales de sacarosa.

3.4.1. Preparación de la muestra

Para determinar las proporciones de azúcar refino, agua y melaza (muestra) a mezclar y que esta mezcla se aproxime al NS/W que se requiere, se realiza un balance de materia de sacarosa y solidos disueltos (Brix^o), de esta manera se determinan las condiciones finales del licor madre para cada prueba. Para el cálculo del balance de materia se considera despreciable

la evaporación del agua, ya que la prueba se realiza en un recipiente tapado herméticamente. Las variables conocidas para realizar este balance de materia se muestran en la tabla 3.1:

Tabla 3.1. Variables conocidas para el balance de materia

Variables Conocidos	Símbolo		
Cantidad de miel final inicial	Mf		
Cantidad de agua inicial	A		
Cantidad de azúcar refino inicial	R1		
Concentración de solidos disueltos (Brix°) de la miel final	YMf		
Concentración de sacarosa de la miel final	XMf		
Humedad del azúcar refino	HR1		
Temperatura de equilibrio	T		
Ecuación de solubilidad para solución pura	DS		
Constantes la ecuación de Wicklund (Mathlouthi)	a = 0.292	b = 0.691	c = 1.8

Las cantidades de cada componente de la mezcla a añadir se conocen de acuerdo a los resultados obtenidos por el balance.

La temperatura de equilibrio a utilizar en las pruebas es 65°C por ser la media del rango de temperaturas de trabajo de los tachos el cual es de 60°C a 70°C.

Para los cálculos de balance de materia se decide utilizar la ecuación de solubilidad para solución pura propuesta por Vavrinecz (1962) en vez de la ecuación propuesta por Charles (Ec.1), ya que la ecuación de Vavrinecz fue adoptada por la Quinceava Sesión de la Comisión Internacional para Uniformidad de Métodos de Análisis del Azúcar, la cual es presentada a continuación:

$$DS = 64.447 + (0.0822 * t) + (1.6169E^{-3} * t^2) - (1.558E^{-6} * t^3) - (4.63E^{-8} * t^4) \quad \text{Ec. 7}$$

Donde:

DS: Solubilidad de sacarosa en solución pura

t: Temperatura en °C

En la tabla 3.2 se muestran las variables desconocidas implicadas en el balance de materia.

Tabla 3.2 Variables desconocidas para el balance de materia

Variables Desconocidas	Símbolo
Cantidad de Licor Madre Final	Lm
Cantidad de azúcar refino Final	R2
Concentración de sólidos disueltos (Brix°) del licor madre	Y _{Lm}
Concentración de sacarosa del licor madre	X _{Lm}

A continuación, se muestran las ecuaciones utilizadas en el balance de materia:

Balance Global

$$Mf + A + R1 = Lm + R2 \quad \text{Ec. 8}$$

Balance de Sacarosa

$$Mf \cdot XMf + R1 \cdot (100 - HR1) = Lm \cdot Xlm + R2 \quad \text{Ec. 9}$$

Balance de Sólidos Disueltos

$$Mf \cdot YMf + R1 \cdot (100 - HR1) = Lm \cdot Ylm + R2 \quad \text{Ec. 10}$$

Se observa que las ecuaciones del balance de materia forman un sistema de tres ecuaciones con 4 incógnitas, el cual no puede ser resuelto y además no se toma en cuenta el efecto de la solubilidad de la sacarosa en estas ecuaciones, por lo cual se utilizan las siguientes ecuaciones auxiliares para resolver este sistema e incluir dicho efecto.

Ecuación para determinar la relación NS / W

$$NS/W = (Y_{Lm} - X_{Lm}) / (100 - Y_{Lm}) \quad \text{Ec. 11}$$

De la sección 2.4. se tienen las ecuaciones:

Ecuación del Coeficiente de Solubilidad (Ecuación 3)

$$CS = \frac{q_{s/w,i}}{q_{s/w,p}}$$

Ecuación de Wicklund (Ecuación 4)

$$CS = a \left(\frac{NS}{W} \right) + b + (1 - b) \cdot e^{(-c \cdot \frac{NS}{W})}$$

El término $q_{S/w,i}$ de la ecuación 3 corresponde a la concentración de sacarosa en el licor madre (XLm).

Para la solución del sistema de ecuaciones se necesita realizar un método iterativo en el cual se estará variando las concentraciones de sacarosa y sólidos disueltos hasta que se cumplan las tres ecuaciones de balance de materia. Una vez resuelto el sistema de ecuaciones de balance de materia se tendrán como resultado la cantidad de licor madre, cantidad de azúcar refinado final, el coeficiente de solubilidad esperado, la relación de NS/W esperada y que proporción de azúcar refinado, agua y melaza se deben de mezclar para obtener esos resultados.

3.4.2. Determinación del tiempo de residencia

Por medio del balance de materia se puede estimar únicamente las condiciones en el punto de equilibrio, pero no la cantidad de tiempo necesario para alcanzar este equilibrio. Para la determinación del tiempo de residencia; se realizaron pruebas utilizando la misma melaza y mismas proporciones de azúcar refinado, agua, pero a distintos tiempos de residencia, los cuales fueron 24, 44 y 52 horas, pruebas a las cuales se les estuvo midiendo la pureza del licor madre como parámetro de control del equilibrio. Como se muestra en la figura 3.3 se observa el comportamiento de la pureza se vuelve constante una vez pasadas las 44 horas de residencia por lo cual se tomó como tiempo de residencia para las pruebas.

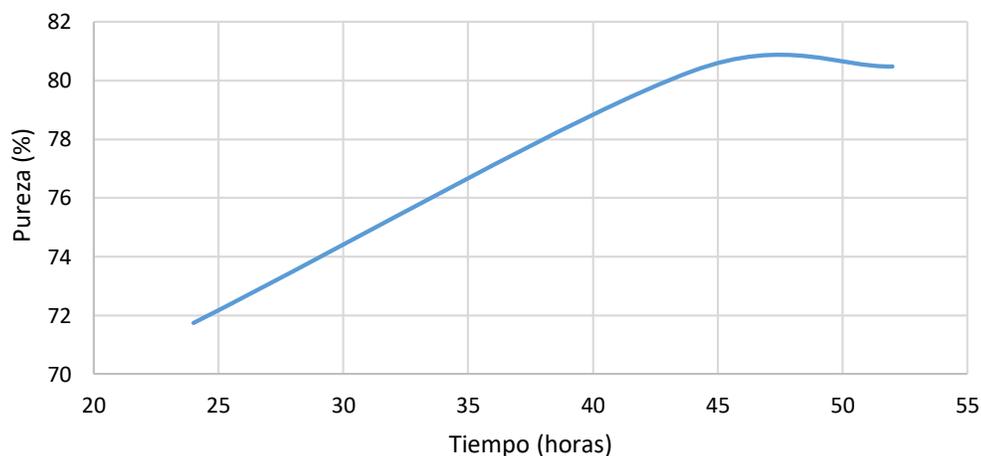


Figura 3.3. Curva de Pureza contra tiempo para determinar el tiempo de residencia del experimento de saturación.

3.4.3. Montaje del experimento de saturación.

Una vez conocidas las cantidades de materiales a utilizar y las condiciones que se quieren lograr se procede al montaje del experimento y ajuste de variables físicas del equipo.

Se inicia pesando las cantidades de cada componente (melaza, agua y azúcar refino) en una balanza semi-analítica con valores comprendidos entre los 216 – 710 g para la melaza que se pesa directamente en el beaker de pruebas; este beaker es de aluminio con una capacidad de aproximadamente 1500 ml, 0 – 170 g para agua, 285 – 900 g de azúcar refino, dependiendo de cada prueba. Luego se adicionan al beaker azúcar refino y agua a los cuales se les da un premezclado haciendo uso de un agitador metálico. Una vez alcanzada cierta uniformidad de los componentes se incorpora el agitador especial para la prueba, el cual es un agitador en forma de tornillo sin fin de acero inoxidable, con un diámetro de 6 cm, una altura de 15 cm y separación de aspas de 2 cm. Como se muestra en las figuras 3.4 y 3.5.

Luego se tapa el beaker de manera hermética con una tapadera plástica de alta resistencia térmica, ya que el experimento se lleva a cabo a una temperatura de 65°C, para garantizar esta condición se sumerge el beaker en un baño maría con un control de temperatura digital, el cual ha sido previamente calentado para llegar a las condiciones óptimas de trabajo. Se acopla tanto el beaker como el agitador a un motor de alto torque y se fijan hasta que la unión quede firme, posteriormente se enciende el motor y se lleva a unas 40 – 60 rpm dependiendo de la viscosidad de la muestra. Se deja el experimento por 44 horas, cantidad de tiempo descrita en la sección 3.4.2. Pasado este tiempo se realiza el filtrado de la masa cocida como se describe en la sección 3.4.4. El equipo montado se muestra en la figura 3.6



Figura 3.5. Agitador tipo tornillo sin fin.



Figura 3.4. Agitador en beaker de pruebas con materiales de mezclado.



Figura 3.6. Montaje de experimento de saturación completo.

3.4.4. Filtrado de Masa cocida para obtención de licor madre

Para el análisis de composición del licor madre es necesario separarlo de los cristales de masa cocida que no fueron disueltos en el proceso. Con este propósito se utilizó el diseño descrito por Cheng para un filtro tipo pistón, que consiste en un cilindro de extracción acoplado a un embolo que comprime la masa cocida hasta hacerla pasar por la malla filtro. La malla utilizada posee aberturas de 0.27 mm de ancho y 2 mm de largo.



Figura 3.7. Filtro de Pistón Utilizado para separar licor madre de masa cocida.

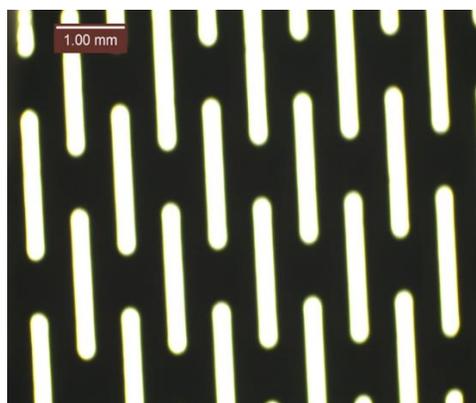


Figura 3.8. Malla Utilizada para el filtrado.

3.4.5. Control de las pruebas

Además, como control de las pruebas se estima la disminución del diámetro promedio de los cristales utilizados, esto se realiza para evitar el paso de cristales finos a través del filtro Nutch, ya que esto generaría error en la medición dando como resultado datos de solubilidad mayores a los reales al incorporar sacarosa en cristales al licor madre. Para la estimación de

la disminución del diámetro promedio de los cristales se calcula por medio de la ecuación 12 y considerando que todos los cristales disminuyen su tamaño de manera uniforme.

$$Di_1/Di_2 = R1/R2 \quad \text{Ec. 12}$$

Donde: Di_1 : Diámetro promedio inicial de los cristales en la mezcla (760 μm)

Di_2 : Diámetro promedio final de los cristales

$R1$: Cantidad de azúcar refino inicial

$R2$: Cantidad de azúcar refino final

Además de la estimación del diámetro final de los cristales en cada prueba, se realiza una inspección de este a través de un microscopio con un aumento x50 para observar si hay presencia de cristales finos que podrían atravesar el filtro, si no los hay se continua con el análisis de la prueba, de lo contrario se repite la prueba utilizando distinta proporción de azúcar refino para garantizar un tamaño de cristal más adecuado.

3.5. Determinación de Parámetros de Interés en Melaza

Para la obtención de las correlaciones de Coeficiente de Solubilidad y Pureza objetivo es necesaria la obtención de datos de concentraciones de azúcares, cenizas y solidos refractométricos, ya que estas correlaciones están en función de dichas variables. Se hace uso de la polarimetría para obtener un valor aproximado de la concentración de sacarosa de las muestras, las cuales luego serán obtenidas por Cromatografía Liquida de Alta Eficiencia. Además, se determina la viscosidad con el propósito de determinar un rango dentro del cual puede ser utiliza la correlación de Pureza Objetivo generada.

3.5.1. Determinación de Viscosidad

La viscosidad se mide con el propósito de fijar las condiciones a las cuales se está desplazando la melaza dentro de las tuberías, en el recorrido desde los tachos hasta el tanque de almacenamiento de melaza. Esta propiedad es inversamente proporcional a la temperatura se tiene como parámetro normal de trabajo una temperatura entre 50-70° y otras condiciones

de operación y por lo tanto se realizan las mediciones en la melaza a 50°C que es donde esta alcanza su máxima viscosidad.

Para la medición de la viscosidad se utilizó un viscosímetro Digital Brookfield al que se le fija una espiga de medición número 1 (determinada por la metodología del equipo), con una velocidad de 50 rpm hasta que se alcance un torque mayor al 90%, en caso contrario se aumenta la velocidad gradualmente hasta que se logre el torque especificado anteriormente. Se procede a leer los resultados de la medición en unidades de centipoises (cP) y se registran los resultados obtenidos por las muestras.



Figura 3.9 Viscosímetro Brookfield Modelo RVDV-E utilizado para caracterizar muestras de melaza

3.5.2. Determinación de Sacarosa Aparente (Polarimetría)

La polarización es la propiedad de los compuestos puros que mide el ángulo de rotación de la luz polarizada cuando esta atraviesa la solución en la que está presente el compuesto (sacarosa). Esta propiedad se mide a través de un aparato llamado polarímetro y sus unidades se registran en “grados pol” y se identifican por el símbolo °Z. El valor de polarización de una solución tiende a ser considerado como un aproximado de la concentración de sacarosa presente en la misma, porque esta medición se ve afectada en soluciones azucaradas debido a la presencia de azúcares reductores con rotación óptica similar al de la sacarosa y por tanto aportan en la sumatoria total del valor de rotación total de la solución.

Para el análisis de la muestra se realiza una dilución 1:1 de la muestra de melaza con agua destilada, se mezcla hasta obtener una disolución homogénea por medio de agitación mecánica. Luego se pesan 26 gramos de la dilución en una capsula de aluminio y se trasfiere cuantitativamente a un balón de 250 ml, se afora el balón y se agita. Posteriormente se trasvasa la solución a un recipiente de plástico de 300 ml aproximadamente en donde se le añade Octapol™¹⁸ (20-25 g), se agita el recipiente y se procede a filtrar la solución utilizando papel Whatman 91, desechando los primeros 10 ml del filtrado y recolectando como mínimo 100 ml del mismo. Luego en un balón de doble aforo 100 + 10 ml, se afora con el filtrado a 100 ml después se afora con ácido acético 5% v/v los 10 ml restantes para mejorar la hidrólisis de la sacarosa, se tapa y se agita. Finalmente se realiza la medición primero fijando la lectura del polarímetro a cero adicionando agua destilada por el embudo recolector de muestra y luego haciendo pasar la muestra por el mismo. Se hace la lectura del equipo y se multiplica por 5.5 que es el factor de dilución. Estas mediciones deben realizarse a 20-25°C.



Figura 3.10. Polarímetro Especial de sacarosa (Sacarímetro Anton Paar Modelo: MCP 500 SUCROMAT)

¹⁸ Octapol™: es un reactivo químico multi-componente desarrollado para la clarificación, previa al análisis polarimétrico, de materiales conteniendo sacarosa.

3.5.3. Determinación de Sólidos Secos Refractométricos (RDS% o Brix°)

Los RDS% o Brix°¹⁹ es el porcentaje másico de sólidos presentes en una solución. Para el caso de melazas se considera que los que el Brix° de una muestra engloba tanto sacarosa como no-sacarosa.

Un refractómetro compara la velocidad de la luz en una sustancia determinada y la velocidad de la luz en el aire, a esto se le denomina índice de refracción y es proporcional a la concentración de un componente en una solución, para el caso los sólidos disueltos.

La medida de los Brix° se realiza utilizando una dilución 1:1 de la muestra de melaza con agua destilada, se mezcla hasta obtener una disolución homogénea por medio de agitación mecánica. Esta mezcla se mide directamente en el refractómetro agregándola hasta llenar el lente de lectura y accionando el equipo. Se registran los valores obtenidos para cada muestra y se multiplican por 2 que es el factor de dilución.



Figura 3.11. Refractómetro ATAGO Modelo: RX-5000X para medición de grados Brix

¹⁹ Para fines de nomenclatura se hará uso únicamente del término Brix° para hablar de Sólidos Secos Refractométricos.

3.5.4. Determinación de Cenizas Conductimétricas

Las Cenizas Conductimétricas es la determinación de cenizas a partir de la conductividad de la solución, los factores para convertir los datos de conductividad a cenizas han sido seleccionado de tal manera que correspondan con los datos de cenizas sulfatadas²⁰.

Se prepara la solución disolviendo 0.5 g en la muestra en agua destilada en una cápsula de aluminio luego se transfiere cuantitativamente a un balón volumétrico de 100 mL y se afora a 20-25°C. Después de mezclar cuidadosamente se transfiere la solución a un beaker de 250 mL y en otro beaker de 250 mL se agrega el agua destilada que se usó en la disolución con el propósito de obtener el blanco de la medición, luego se realiza la medición de ambos beakers en el conductímetro.

- Corrección de Conductividad de la Solución

$$C = C_1 - C_2 \quad \text{Ec. 13}$$

Donde: C_1 : Es la conductividad medida en $\mu S/cm$ a 20°C de la solución muestra

C_2 : Es la conductividad específica del agua en $\mu S/cm$ a 20°C

- Expresión de Resultados

$$\text{Cenizas Conductimétricas, \%} = (16.2 + 0.36 \cdot D) \cdot 10^{-4} \cdot C \cdot f \quad \text{Ec. 14}$$

Donde: D : Es la concentración de materia seca en la solución de ensayo expresada en $g/100mL$.

S : es el peso de la muestra en g en 100 mL

f : es el factor de disolución de la solución con respecto a 5 $g/100 mL$, esto es, $f = 5/S$.

²⁰ El método para determinación de cenizas que se basa en transformar a sulfatos las sales minerales contenidas en la melaza, por adición de ácido sulfúrico y calcinación.



Figura 3.12. Equipo de conductimetría Mettler Toledo Modelo: Seven Compact

3.5.5. Determinación de Sacarosa, Fructosa y Glucosa por Cromatografía Líquida de Alta Eficiencia (HPLC).

Para la determinación exacta de la sacarosa, fructosa y glucosa de las muestras fueron determinadas mediante el uso de HPLC.

Las condiciones del HPLC a la que tiene que trabajar es a una razón de flujo de 0.6 mL/min y a una temperatura de 85°C con un tiempo de retención de la muestra de 15 minutos. El HPLC se calibra preparando tres muestras de estándares combinados de Glucosa, Fructosa y Sacarosa las cuales se inyectan utilizando un filtro de jeringa de 0.22 μm por quintuplicado de las cuales se eligen las tres más precisas de cada estándar combinado para realizar la validación de la curva de calibración interna programada en el equipo.

Una vez calibrado el equipo se prepara la muestra disolviendo 0.5 g con agua destilada en una capsula de aluminio luego se transfiere cuantitativamente a un balón volumétrico de 100 mL y se afora a 20-25°C, luego la solución se filtra a través de un filtro de 0.45 μm . Una vez hecho esto la muestra está lista para su inyección utilizando un filtro de jeringa de 0.22 μm .

Los resultados entregados por el equipo son expresados en % de Sacarosa, Glucosa y Fructosa.



Figura 3.13. Sistema de Cromatografía líquida de alta eficiencia.

Equipos Utilizados en Sistema de HPLC:

Cromatógrafo Líquido Shimadzu Modelo: RID-10A

Bomba de uso general Shimadzu Modelo: TC-20AT

Controlador de Temperatura Eppendorf Modelo: TC-50

Calentador de Columna Eppendorf Modelo: CH-30

Desgasificador Alltech Modelo: 590

3.5.6. Caracterización de Cenizas en Melaza (Sodio, Potasio, Magnesio y Calcio por Absorción Atómica).

La caracterización de cenizas se realizó mediante análisis de espectrofotometría de absorción atómica en el Laboratorio de Agroquímica de la Facultad de Agronomía de la Universidad de El Salvador. Donde se realizó la determinación de Sodio, Potasio, Magnesio y Calcio los cuales son los componentes de la ceniza que son considerados como de mayor influencia sobre la solubilidad de la sacarosa.

Se preparan muestras estándar para la preparación de la curva de calibración según el analito que se desea determinar. Luego se prepara la muestra que consiste en la digestión básica o acida de la muestra y calcinación para obtener la ceniza de la muestra. La ceniza obtenida se disuelve con agua destilada para realizar la lectura en el espectrofotómetro de absorción atómica.

Capítulo IV

Análisis y discusión de resultados

En esta sección se presentará la información obtenida a partir de la investigación, comenzando con la caracterización de las muestras de melaza y los resultados del balance de materia correspondientes para la preparación de cada prueba, posteriormente se presentarán los resultados experimentales y su respectivo análisis, además se obtendrán las correlaciones tanto del coeficiente de solubilidad así como de la pureza objetivo, terminando con la validación correspondiente para cada una de estas correlaciones.

4.1. Caracterización de muestras de melaza

La recolección de las muestras se realizó en el periodo de Marzo / 2017 hasta Abril / 2017, las muestras se trataron según la metodología expresada en las secciones 3.2 y la 3.5 realizadas en el laboratorio del ingenio. La información obtenida se presenta en la tabla 4.1.

Tabla 4.1 Parámetros medidos en muestras de melaza del ingenio azucarero en estudio.

Numero de muestra	Brix ^o	Pol (Z ^o)	Sacarosa ²¹ (%)	Glucosa (%)	Fructosa (%)	Cenizas (%)	Viscosidad (cP)
1 CH	87.02	32.23	41.57	4.63	6.47	11.59	-
2	84.40	23.60	29.00	8.84	9.66	11.81	2,419.00
3	82.42	22.83	35.16	7.40	7.19	12.37	1,614.00
4	81.02	22.88	31.30	7.15	7.25	12.32	1,004.00
5	81.49	23.30	33.74	5.13	6.40	12.30	564.00
6	81.00	22.44	30.67	7.60	7.31	12.13	1,285.00
7	81.24	22.30	29.51	7.57	7.95	11.92	545.00
8	82.63	25.69	33.90	7.04	7.16	12.55	650.00
9	82.25	25.63	35.27	5.96	6.38	11.44	1,281.00
10	82.97	26.40	34.50	5.53	6.13	11.41	2,616.00
11	83.08	26.68	34.77	5.73	6.22	12.48	1,870.00
12	83.03	25.78	34.20	5.50	6.28	12.75	2,340.00
13 IZ	82.54	24.75	33.47	6.11	6.31	11.97	3,015.00
14	81.66	21.84	35.04	5.67	6.58	11.51	2,910.00

²¹ La determinación de sacarosa, glucosa y fructosa se realizó mediante HPLC el análisis se muestra en Anexo A.

En las Tabla 4.2 se presentan los valores de las concentraciones de los metales seleccionados para la investigación (Na, K, Ca, Mg) en ppm. Estas concentraciones fueron determinadas por Espectroscopia de Absorción Atómica en el laboratorio de agroquímica de la Facultad de Agronomía de la Universidad de El Salvador. Referencias del laboratorio ver anexo B.

Tabla 4.2. Concentraciones de metales en muestras de melaza del ingenio azucarero en estudio.

Numero de Muestra	K (ppm)	Na (ppm)	Ca (ppm)	Mg (ppm)
1 CH	43116.12	360.12	2449.78	1554.99
2	35207.47	545.46	2694.45	936.59
3	36745.16	541.96	4747.44	1362.42
4	36730.95	407.71	4591.37	1346.46
5	37590.62	459.06	4968.2	1446.54
6	36818.73	273.35	5125.58	1255.85
7	33585.37	339.37	4395.99	1226.83
8	34452.3	386.73	5889.28	1438.26
9	35400.66	479.33	6403.22	1384.56
10	36956.52	405.22	6086.96	1313.04
11	33037.39	462.69	5122.08	1281.54
12	36378.21	676.28	6410.26	1232.13
13 IZ	34303.01	763.41	5885.32	1290.48
14	32326.01	908.42	4578.75	1370.56

4.2. Resultados de Balance de materia para la preparación de pruebas experimentales.

Partiendo de los datos recopilados en tabla 4.1 y haciendo uso de la metodología expuesta en la sección 3.4.1 se realizó el cálculo de las cantidades a mezclar de melaza, azúcar refino y agua, así como del NS/W y CS.

Los datos requeridos para la determinación de las correlaciones de CS en función de NS/W para las muestras 1CH y 14IZ se muestran en la tabla 4.3.

La tabla 4.4 muestra los resultados de los balances de materia para el resto de las muestras.

Tabla 4.3. Datos experimentales para curvas de Coeficiente de Solubilidad aplicando balance de materia

Muestra	Puntos	Componentes (g)			Masa total (g)	R2	Lm	XLm	YLm	NS/W Esperado	CS Esperado
		Melaza	Agua	Refino							
1 CH	1a	120.00	170.00	900.00	1190.00	394.62	795.38	65.72	78.07	0.30	0.96
	2a	240.00	160.00	900.00	1300.00	418.55	881.45	62.31	80.18	0.58	0.97
	3a	392.14	120.25	738.58	1250.97	348.28	902.69	59.18	83.02	1.04	1.04
	4a	344.04	59.44	596.52	1000.00	368.02	632.38	56.77	85.95	1.44	1.15
	5a	550.00	50.00	627.00	1227.00	348.68	878.32	55.17	88.22	2.06	1.30
	6a	595.00	5.00	400.00	1000.00	207.14	792.86	61.52	80.81	3.25	1.64
13 IZ	1b	230.00	160.00	887.00	1277.00	376.16	913.84	65.72	78.07	0.56	0.97
	2b	220.00	145.00	770.00	1135.00	335.2	799.80	62.31	80.18	0.90	1.02
	3b	344.00	60.00	600.00	1004.00	295.81	708.19	59.18	83.02	1.40	1.13
	4b	570.00	35.00	750.00	1355.00	396.19	958.81	56.77	85.95	2.08	1.30
	5b	600.00	0.00	600.00	1200.00	309.18	890.83	55.17	88.22	2.81	1.51
	6b	680.00	0.00	320.00	1000.00	-	1009.22	55.16	88.23	2.81	1.51

Tabla 4.4. Resultados de Balances de Materia de Distintas muestras de melaza

Muestra	Componentes (g)			Masa total (g)	R2	Lm	XLm	YLm	NS/W Esperado	CS Esperado
	Melaza	Agua	Refino							
2	280.00	130.00	760.00	1170.00	346.43	823.57	58.94	83.28	1.24	1.09
3	280.00	130.00	760.00	1170.00	346.43	823.57	56.78	85.94	1.24	1.09
4	595.00	5.00	400.00	1000.00	64.76	935.24	55.75	87.38	2.51	1.43
5	595.00	5.00	400.00	1000.00	95.79	904.21	55.83	87.25	2.47	1.41
6	340.00	100.00	750.00	1190.00	331.45	858.55	61.52	80.81	1.01	1.04
7	505.00	31.00	664.00	1200.00	304.24	895.76	56.78	85.94	2.07	1.30
8	436.00	70.00	694.00	1200.00	327.02	872.98	58.94	83.28	1.46	1.14
9	423.00	60.00	717.00	1200.00	387.56	812.44	58.89	83.35	1.47	1.14
10	418.00	65.00	717.13	1200.13	376.91	823.09	58.81	83.43	1.49	1.15
11	216.00	150.00	834.00	1200.00	349.38	850.62	65.77	78.04	0.56	0.97
12	216.00	150.00	834.00	1200.00	347.54	852.46	65.70	78.07	0.56	0.97
14	285.00	5.00	710.00	1000.00	-	1056.17	55.87	87.20	2.45	1.41

Los resultados del balance de materia marcados con guion (-) fueron determinados mediante repetición de pruebas, ya que se buscaban obtener relaciones de NS/W elevada y al usar muestras de melaza muy viscosas no se logra una agitación adecuada. Por lo cual no fue calculado por medio de balance de materia.

4.3. Resultado de las pruebas experimentales para la determinación del Coeficiente de Solubilidad y Pureza Objetivo.

Los resultados para cada una de las pruebas de saturación preparadas según las cantidades indicadas en la sección 4.2, se presentan en la tabla 4.5 y 4.6.

Tabla 4.5. Resultados de las pruebas para la determinación del Coeficiente de solubilidad y Pureza Objetivo para las muestras 1CH y 13 IZ

Muestra	Ptos.	Brix°	Pol(Z°)	Sacarosa (%)	Glucosa (%)	Fructosa (%)	Cenizas (%)	Temperatura (°C)
1 CH	1a	76.30	65.60	75.75	1.04	1.28	2.18	65.40
	2a	79.19	66.20	63.21	1.98	2.19	2.88	66.00
	3a	82.10	57.00	62.74	2.67	3.16	5.08	63.50
	4a	84.40	48.60	56.01	3.76	4.19	7.31	62.60
	5a	87.40	42.60	50.67	2.92	4.43	9.19	67.00
	6a	92.10	33.80	43.10	3.08	5.59	11.54	64.30
13 IZ	1b	78.60	61.80	63.89	2.45	2.36	3.51	65.10
	2b	78.50	60.40	60.86	2.70	2.87	3.88	64.20
	3b	82.30	50.20	54.33	3.47	3.94	6.95	65.20
	4b	87.10	43.00	46.03	4.71	6.40	10.65	65.00
	5b	87.90	34.60	42.57	6.05	7.08	10.35	57.40
	6b	85.80	44.80	55.71	4.31	4.89	7.90	66.50

Tabla 4.6. Resultado de las pruebas para diferentes muestras melaza del 2 al 14.

Muestra	Brix°	Pol(Z°)	Sacarosa (%)	Glucosa (%)	Fructosa (%)	Cenizas (%)	Temperatura (°C)
2	79.00	56.20	62.12	2.61	2.94	4.59	63.20
3	80.30	59.60	62.35	2.58	2.88	3.71	65.20
4	84.80	45.60	40.16	4.58	5.50	8.58	65.40
5	84.50	37.00	45.62	4.41	5.59	10.00	65.40
6	79.00	52.40	65.57	3.70	3.52	4.90	65.10
7	85.80	40.80	45.88	6.32	8.27	8.19	63.50
8	80.20	47.20	58.58	3.97	5.65	7.31	64.00
9	84.70	50.00	55.06	3.77	5.25	6.87	66.00
10	85.80	43.20	50.16	5.24	6.74	7.67	64.80
11	80.40	60.80	65.38	3.04	3.46	3.65	64.90
12	78.70	62.40	64.52	2.07	2.26	3.43	63.40
14	86.50	40.20	45.99	4.06	5.73	10.52	64.20

4.4. Estimación de tamaño final del cristal para control de prueba

En base a lo establecido en la sección 3.4.5. Se realiza control del tamaño del cristal final, los resultados de estas se presentan en la tabla 4.7.

Tabla 4.7. Diámetro final de cristal para pruebas experimentales de Coeficiente de Solubilidad y Pureza Objetivo

Muestra	Puntos	Estimación de diámetro de cristal por balance de materia (µm)	Estimación de diámetro de cristal por resultados experimentales (µm)
1 CH	1a	333.2313	167.8059
	2a	353.4458	408.0326
	3a	358.3807	322.2031
	4a	468.8762	519.1821
	5a	422.6423	574.3042
	6a	393.5649	722.005

Continúa.

Tabla 4.7. Diámetro final de cristal para pruebas experimentales de Coeficiente de Solubilidad y Pureza Objetivo. (Continuación)

Muestra	Puntos	Estimación de diámetro de cristal por balance de materia (μm)	Estimación de diámetro de cristal por resultados experimentales (μm)
13 IZ	1b	322.3017	350.7949
	2b	330.8479	384.925
	3b	374.6868	439.4501
	4b	401.4727	383.7317
	5b	391.6217	630.9736
	6b	-	425.3937

Un ejemplo de cálculo para la estimación del diámetro final del cristal a partir de datos del balance de materia y datos de los experimentales se presenta en el Anexo C.

Las fotografías de inspecciones de cristales realizadas a través de microscopio de cada prueba se presentan en el Anexo D.

La tabla 4.8 muestra la estimación de diámetro de cristal por balance de materia, así como los diámetros obtenidos mediante resultados experimentales, para las muestras diferentes a la 1CH y 13 IZ.

Tabla 4.8. Diámetro final de cristal para pruebas de distintas muestras.

Muestra	Estimación de diámetro de cristal por balance de materia (μm)	Estimación de diámetro de cristal por resultados experimentales (μm)
2	346.4302	301.39
3	346.4302	341.90
4	123.03792	585.86
5	182.01012	504.64
6	335.866597	217.12
7	348.224904	554.66
8	358.124046	366.54
9	410.804803	484.13

Continua.

Tabla 4.8. Diámetro final de cristal para pruebas de distintas muestras.
(Continuación)

Muestra	Estimación de diámetro de cristal por balance de materia (µm)	Estimación de diámetro de cristal por resultados experimentales (µm)
10	399.440418	550.99
11	318.384048	327.17
12	316.698743	342.58
14	-	364.33

Los resultados del balance de materia marcados con guion (-) fueron determinados mediante repetición de pruebas, ya que se buscaban obtener relaciones de NS/W elevada y al usar muestras de melaza muy viscosas no se logra una agitación adecuada. Por lo cual no fue calculado por medio de balance de materia.

4.5. Análisis de Resultado

Para el cálculo de puntos en la determinación de curva de coeficiente de solubilidad y pureza objetivo a partir de los datos experimentales obtenidos y presentados en la sección 4.3 (tabla 4.1 y 4.2), se calcula la pureza de equilibrio, coeficiente de solubilidad y las relaciones de NS/W y AR/C como se presenta a continuación:

4.5.1. Pureza de equilibrio

La pureza se define como el contenido de sacarosa expresado como porcentaje de la sustancia seca o el contenido de sólidos disueltos (°Brix). Los sólidos comprenden el azúcar y no-sacarosas tales como invertidos, cenizas y elementos colorantes. (Rein, 2012).

La fórmula ocupada para este cálculo es la siguiente:

$$Prz_E = \frac{\% \text{ de Sacarosa}}{^\circ \text{Brix}} \times 100 \quad \text{Ec. 15}$$

Donde: Prz_E : Pureza de equilibrio en porcentaje de sacarosa por solidos disueltos.

% de Sacarosa: Porcentaje de sacarosa en el licor madre determinada por HPLC.

°Brix: Porcentaje de solidos disueltos en licor madre determinado por refractometría.

Para la determinación de la pureza de equilibrio para el punto “1a” de la muestra 1CH (1a), se tiene un porcentaje de sacarosa igual a 75.75% y solidos disueltos de 76.30 °Brix.

$$Prz_E = \frac{\% \text{ de Sacarosa}}{^\circ\text{Brix}} \times 100 = \frac{75.75}{76.30} \times 100 = 99.28\%$$

4.5.2. Coeficiente de Solubilidad

El coeficiente se determina utilizando la ecuación 7 (sección 3.4.1) para solubilidad de soluciones puras, a la temperatura de equilibrio del experimento

$$DS = 64.447 + (0.0822 * t) + (1.6169E^{-3} * t^2) - (1.558E^{-6} * t^3) - (4.63E^{-8} * t^4)$$

Dónde: DS : son los gramos de sacarosa / 100 g de solución a una temperatura de saturación t (en °C).

Para el punto “1a” de la muestra 1CH (1a) se tiene una temperatura de equilibrio de 65.40 °C, sustituyendo en la formula anterior, da como resultado 75.46 gramos de sacarosa / 100 g de solución.

Este resultado se debe de expresar en relación de sacarosa / agua para lo cual se utiliza la ecuación 2 (sección 2.4.1):

$$q_{s,w} = \frac{w_{s,sat}}{100 - w_{s,sat}}$$

Donde: $q_{s,w}$: es gramos de sacarosa entre gramos de agua.

$w_{s,sat}$: Gramos de sacarosa/100 g de solución a una temperatura de saturación.

A partir del dato de DS obtenido 75.46 gramos de sacarosa/100 g de solución y sustituyendo en la ecuación 2, se tiene:

$$q_{s,w} = \frac{w_{s,sat}}{100 - w_{s,sat}} = \frac{75.46}{100 - 75.46} = 3.07 \frac{\text{gramos de sacarosa}}{\text{gramos de agua}}$$

La relación de sacarosa entre agua para soluciones impuras se determina a partir de los datos experimentales, la cual se calcula esta relación por medio de la siguiente ecuación:

$$q_{S,W.impuro} = \frac{\% \text{ de Sacarosa}}{100 - \text{°Brix}} \quad \text{Ec. 16}$$

Donde: $q_{S,W.impuro}$: es gramos de sacarosa entre gramos de agua para soluciones impuras.

$\% \text{ de Sacarosa}$: Porcentaje de sacarosa en el licor madre determinada por HPLC.

°Brix : Porcentaje de solidos disueltos en licor madre determinado por refractometría.

Para el punto “1a” de la muestra 1CH (1a) se tiene porcentaje de sacarosa igual a 75.75% y sólidos disueltos de 76.30°Brix, sustituyendo en la ecuación 16 se tiene:

$$q_{S,W.impuro} = \frac{\% \text{ de Sacarosa}}{100 - \text{°Brix}} = \frac{75.75}{100 - 76.3} = 3.20 \frac{\text{gramos de sacarosa}}{\text{gramos de agua}}$$

A partir de la relación de sacarosa entre agua determinados para la solución pura y para la solución impura según los datos experimentales y utilizando la ecuación 3 (sección 2.4.2.), se determina el coeficiente de solubilidad para el punto “1a” de la muestra 1CH (1a), de la siguiente forma:

$$CS = \frac{q_{S/W,i}}{q_{S/W,p}}$$

Donde: CS : es coeficiente de solubilidad. (Adimensional).

$q_{S/W,i}$: Relación sacarosa entre agua para solución impura

$q_{S/W,p}$: Relación sacarosa entre agua para solución pura

$$CS = \frac{q_{S/W,i}}{q_{S/W,p}} = \frac{3.20}{3.07} = 1.04$$

4.5.3. Relación NS/W

La relación no sacarosa entre agua se determina a partir de los datos de °Brix y % de sacarosa del licor madre por medio de la siguiente ecuación 17:

$$NS/W = \frac{\text{°Brix} - \% \text{ de Sacarosa}}{100 - \text{°Brix}} \quad \text{Ec. 17}$$

Donde: NS/W : es la relación de no sacarosa entre agua.

$\% \text{ de Sacarosa}$: Porcentaje de sacarosa en licor madre determinada por HPLC.

°Brix : Porcentaje de solidos disueltos en el licor madre determinado por refractometría.

A partir de los datos experimentales para el punto “1a” de la muestra 1CH (1a), los cuales son 75.75% de sacarosa y solidos disueltos de 76.30°Brix, se tiene un NS/W de:

$$\frac{NS}{W} = \frac{°Brix - \% \text{ de Sacarosa}}{100 - °Brix} = \frac{76.30 - 75.75}{100 - 76.30} = 0.02 \frac{\text{gramos de no sacarosa}}{\text{gramos de agua}}$$

4.5.4. Relación AR/C

La relación de azúcares reductores entre cenizas se determina a partir de los datos de fructosa y glucosa tomados como azúcares reductores y las cenizas Conductimétricas del licor madre, calculado por medio de la ecuación 18:

$$AR/C = \frac{\% \text{ de fructosa} + \% \text{ de Glucosa}}{\% \text{ de Cenizas}} \quad \text{Ec. 18}$$

Donde: AR/C: es la relación de azúcares reductores entre cenizas.

% de fructosa: Porcentaje de fructosa en licor madre determinada por HPLC.

% de Glucosa: Porcentaje de glucosa en el licor madre determinada por HPLC.

% de Cenizas: Porcentaje de Cenizas en licor madre determinada por conductimetría.

Con los datos experimentales obtenidos para el punto “1a” de la muestra 1CH (1a), los cuales son: 1.28% de fructosa, 1.04% de glucosa y 2.18% de cenizas, podemos determinar una relación de AR/C igual a:

$$\frac{AR}{C} = \frac{\% \text{ de fructosa} + \% \text{ de Glucosa}}{\% \text{ de Cenizas}} = \frac{1.28 + 1.04}{2.18} = 1.07 \frac{\text{gramos de azúcares reductores}}{\text{gramos de cenizas}}$$

Los resultados de los cálculos de pureza de equilibrio, coeficiente de solubilidad y las relaciones de NS/W y AR/C para todas las pruebas experimentales son presentados en la tabla 4.9 y 4.10

Tabla 4.9. Resultado de cálculo de pruebas para la determinación de curvas de Coeficiente de Solubilidad y Pureza Objetivo en muestras 1CH y 13IZ

Muestra	Puntos	Pureza (%)	CS	NS/W	AR/C
1 CH	1a	99.28	1.04	0.02	1.07
	2a	79.82	0.98	0.77	1.45
	3a	76.42	1.17	1.08	1.15

Continua.

Tabla 4.9. Resultado de cálculo de pruebas para la determinación de curvas de Coeficiente de Solubilidad y Pureza Objetivo en muestras 1CH y 13IZ (Continuación)

Muestra	Puntos	Pureza (%)	CS	NS/W	AR/C
1 CH	4a	66.36	1.21	1.82	1.09
	5a	57.98	1.28	2.91	0.80
	6a	46.80	1.80	6.20	0.75
13 IZ	1b	81.29	0.97	0.69	1.37
	2b	77.53	0.93	0.82	1.43
	3b	66.01	1.00	1.58	1.07
	4b	48.43	1.26	3.75	1.27
	5b	49.04	1.27	3.70	0.84
	6b	64.93	1.26	2.12	1.16

Tabla 4.10. Resultado de Cálculo para las pruebas de distintas muestras de melaza del 2 al 14.

Muestra	Pureza (%)	CS	NS/W	AR/C
2	78.63	0.99	0.80	1.21
3	77.64	1.03	0.91	1.47
4	47.35	0.86	2.94	1.17
5	53.99	0.96	2.51	1.00
6	83.01	1.02	0.64	1.47
7	53.48	1.07	2.81	1.78
8	73.04	0.98	1.09	1.32
9	65.01	1.16	1.94	1.31
10	58.47	1.16	2.51	1.56
11	81.32	1.09	0.77	1.78
12	63.40	1.01	0.67	1.26
14	53.17	1.12	3.00	0.93

4.5.5. Obtención de correlación de coeficiente de solubilidad para sacarosa

Para poder determinar el comportamiento de los datos obtenidos en la sección 4.5.1 sobre el coeficiente de solubilidad se realiza la gráfica de los valores numéricos de CS contra NS/W, tanto para la muestra 1CH y 13IZ.

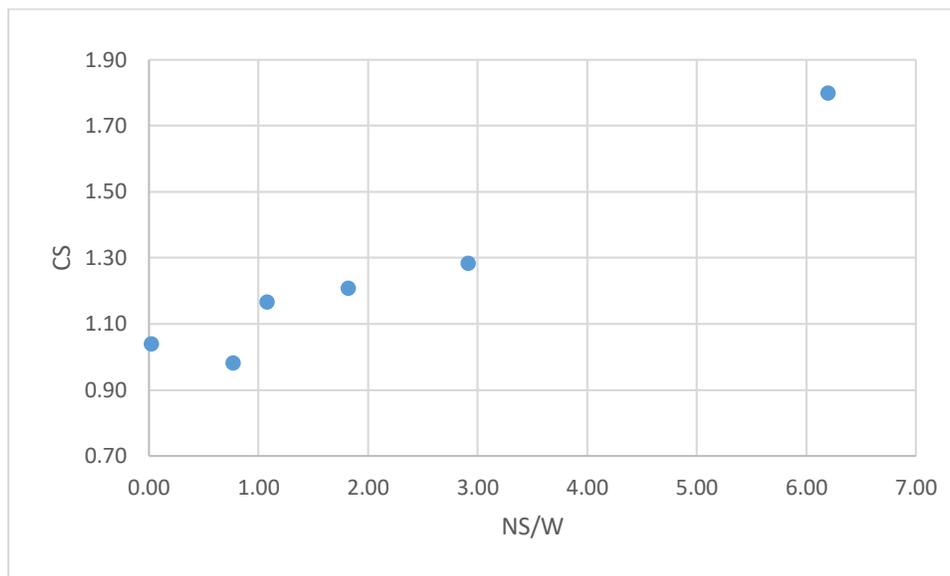


Figura 4.1 Grafica de Coeficiente de Solubilidad (CS) vs Relación No Sacarosa entre Agua (NS/W) para muestra 1 CH

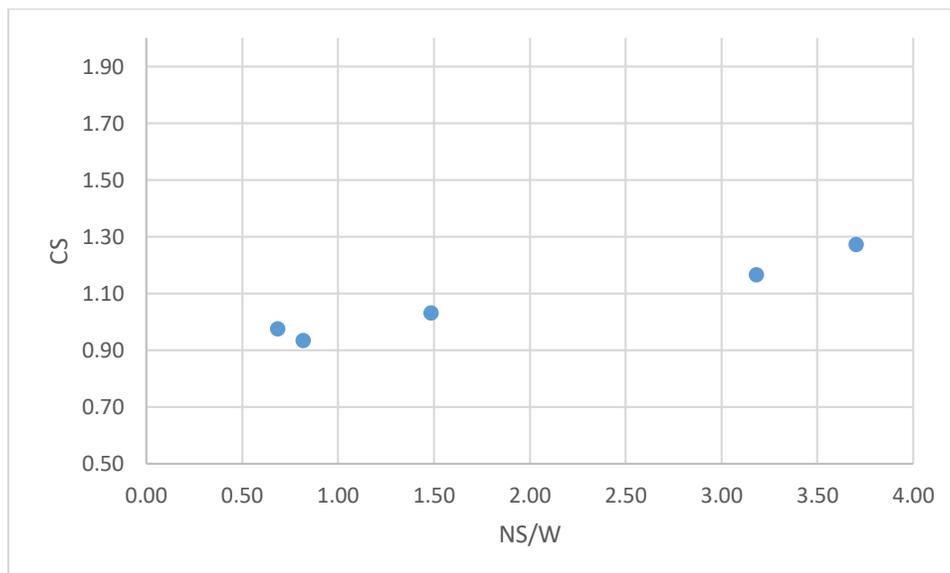


Figura 4.2. Grafica de Coeficiente de Solubilidad (CS) vs Relación No Sacarosa entre Agua (NS/W) para muestra 13 IZ

Con los resultados obtenidos se pretende adecuar el comportamiento de los mismos al comportamiento descrito por la ecuación de Wicklund (ecuación 4, sección 2.4.2), modificando los coeficientes propuestos en este modelo para las condiciones presentes en el ingenio donde se realiza la investigación.

Para este propósito se hace uso de la ecuación antes mencionada como modelo para la regresión de los datos y del uso del programa de análisis de datos Data Fit.

$$CS = a \left(\frac{NS}{W} \right) + b + (1 - b) \cdot e^{(-c \cdot \frac{NS}{W})}$$

Las tablas 4.11 y 4.12 muestra los resultados del análisis de regresión con el programa suministrado por el ingenio para el análisis de datos “Data Fit” para la muestra 1CH:

Tabla 4.11. Datos experimentales para análisis de regresión para muestra 1CH

Puntos	NS/W	SC Experimental	SC Calculado
1a	0.02	1.04	1.00166946
2a	0.77	0.98	1.06909006
3a	1.08	1.17	1.09962193
4a	1.82	1.21	1.17851807
5a	2.91	1.28	1.30933921
6a	6.2	1.8	1.79682854

Tabla 4.128. Variables de regresión para muestra 1 CH

Variables	Valor
a	0.3022
b	-1.8155
c	0.0778
Coefficiente R2	0.9621
Suma de residuos cuadrados	0.0162
Estadístico F Calculado	38.1084
F Critico	0.0074

Las tablas 4.13 y 4.14 muestra los resultados del análisis de regresión con el programa suministrado por el ingenio para el análisis de datos Data Fit para la muestra 13IZ, se remueve un valor atípico (Punto 6b) para mejorar la tendencia final:

Tabla 4.13. Datos experimentales para análisis de regresión para muestra 13 IZ

Puntos	NS/W	SC Experimental	SC Calculado
1b	0.69	0.97	0.9524775
2b	0.82	0.93	0.95286255
3b	1.58	1	0.99168323
4b	3.18	1.17	1.17657046
5b	3.75	1.26	1.25615725

Tabla 4.14. Variables de Regresión para muestra 13 IZ

Variables	Valor
a	0.1521
b	0.6755
c	0.9196
Coeficiente R2	0.9881
Suma de residuos cuadrados	0.0010
Estadístico F Calculado	83.1519
F Critico	0.0119

Analizando el valor de R^2 para cada conjunto de datos es adecuado decir que su comportamiento puede ser descrito de la manera planteada, es decir a través de la ecuación de Wicklund, obteniéndose valores de R^2 de 0.9621 y 0.9881 respectivamente para 1CH y 13IZ. Las ecuaciones generadas y su representación gráfica son detalladas en la figura 4.2 y 4.3.

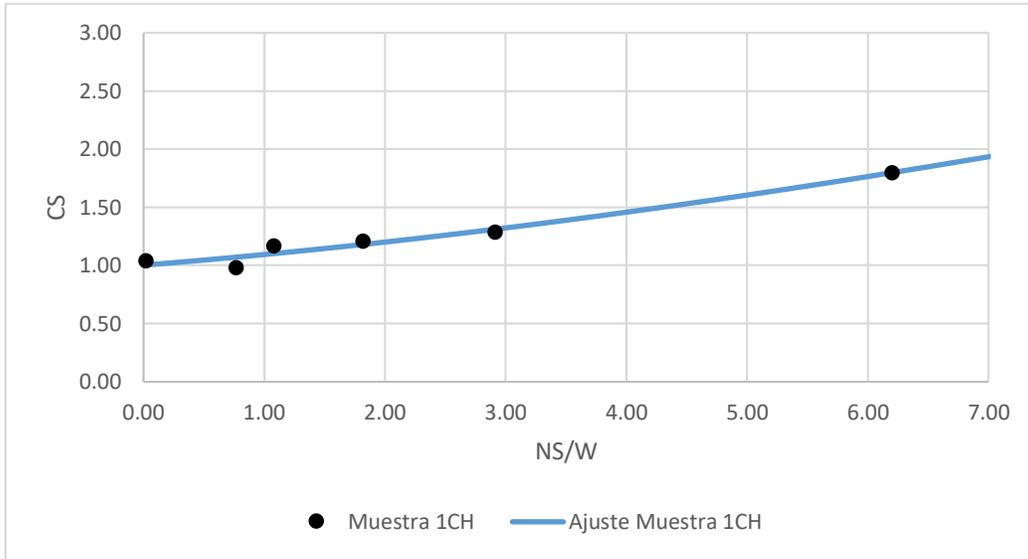


Figura 4.3. Curva de ajuste de Coeficiente de Solubilidad (CS) vs Relación No Sacarosa entre Agua (NS/W) para Muestra 1 CH

La ecuación obtenida para la determinación del coeficiente de solubilidad para la muestra 1CH es la siguiente:

$$CS = 0.3022 \left(\frac{NS}{W} \right) - 1.8155 + (2.8155) \cdot e^{(-0.0778 \cdot \frac{NS}{W})} \quad \text{Ec. 19}$$

Con un $R^2 = 0.9621$

(1CH)

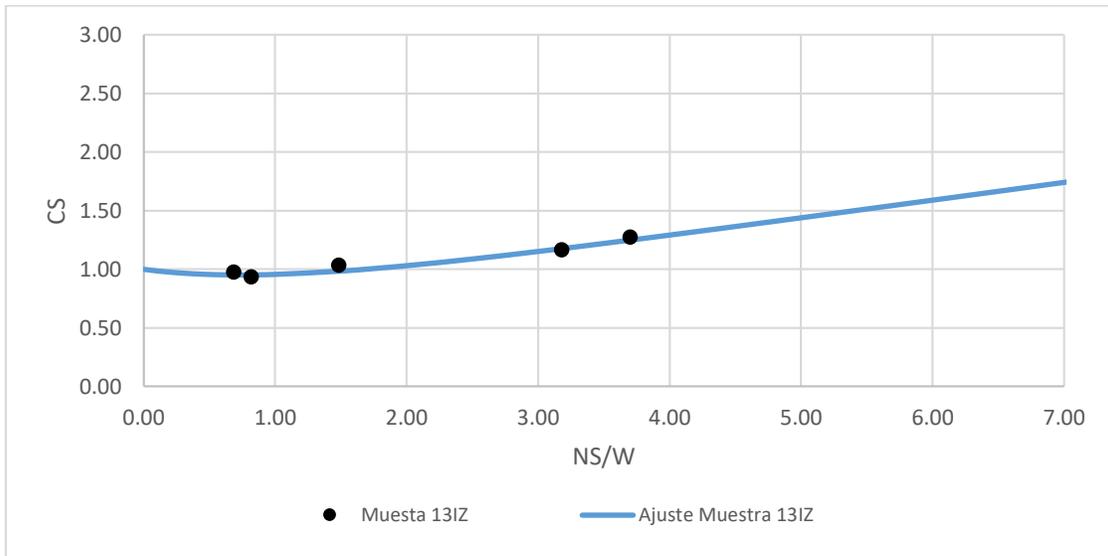


Figura 4.4. Curva de ajuste de Coeficiente de Solubilidad (CS) vs Relación No Sacarosa entre Agua (NS/W) para Muestra 13 IZ

La ecuación obtenida para la determinación del coeficiente de solubilidad para la muestra 13 IZ es la siguiente:

$$CS = 0.1521 \left(\frac{NS}{W} \right) + 0.6755 + (0.3245) \cdot e^{(-0.9196 \cdot \frac{NS}{W})} \quad \text{Ec. 20}$$

(13IZ)

Con un $R^2 = 0.9881$

4.5.6. Comparación de Correlación de Coeficiente de Solubilidad con Distintos Autores

En esta sección se compara las correlaciones de los coeficientes de solubilidad obtenidas en esta investigación (Ec. 19 y 20) con los resultados publicados por distintos investigadores.

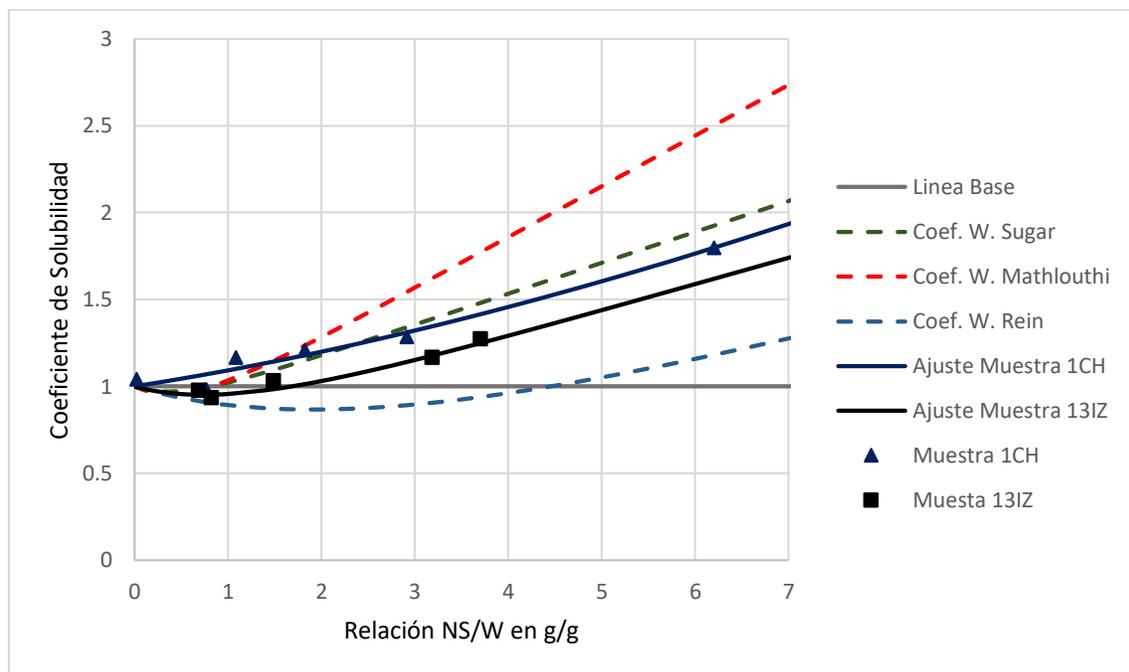


Figura 4.5. Comparación de Resultados de Coeficiente de Solubilidad de obtenido vs otros autores

Al comparar las tendencias de las correlaciones obtenidas para las muestras 1CH (Ec. 19) y 13IZ (Ec. 20) con respecto a las correlaciones publicadas por otros autores se observa similitud entre ellas. Además de esto al comparar la correlación de la muestra 1CH con la 13IZ se puede observar que la primera presenta datos de coeficiente de solubilidad mayores a la segunda y esto se asocia a las diferencias de impurezas contenidas, 43,116.12 ppm de potasio, 360.12 ppm de Sodio, 2,449.78 ppm de Calcio y 1,554.99 de Magnesio para la muestra 1CH y para la muestra 13IZ se tiene 34,303.01 ppm de potasio, 763.41 ppm de Sodio, 5,885.32 ppm de Calcio y 1,290.48 de Magnesio.

4.5.7. Comparación de Correlaciones de Coeficiente de solubilidad contra Resultado Experimentales de Diferentes Muestras de Melaza.

Aquí se comparan los resultados obtenidos en las pruebas utilizando distintas muestras con respecto a los resultados de las correlaciones obtenida de coeficiente de solubilidad las cuales son la Ecuación 19 y 20.

Tabla 4.15. Comparativo de resultado de CS con distintas muestras.

Puntos	NS/W medido	SC medido	SC Calculado Ec.19	% Variación Ec.19	SC Calculado Ec.20	% Variación Ec.20
2	0.804	0.988	1.07	7.90	0.95	3.66
3	0.911	1.032	1.08	4.69	0.95	8.11
4	2.937	0.859	1.31	34.53	1.14	24.89
5	2.509	0.957	1.26	23.96	1.09	12.13
6	0.639	1.019	1.06	3.53	0.95	6.96
7	2.811	1.075	1.30	17.08	1.13	4.66
8	1.092	0.978	1.10	11.11	0.96	1.87
9	1.937	1.162	1.19	2.47	1.02	13.40
10	2.510	1.157	1.26	8.08	1.09	6.22
11	0.766	1.091	1.07	2.14	0.95	14.60
12	0.666	1.009	1.06	4.73	0.95	5.91
14	3.001	1.124	1.32	14.88	1.15	2.46
Promedio				11.26		8.74

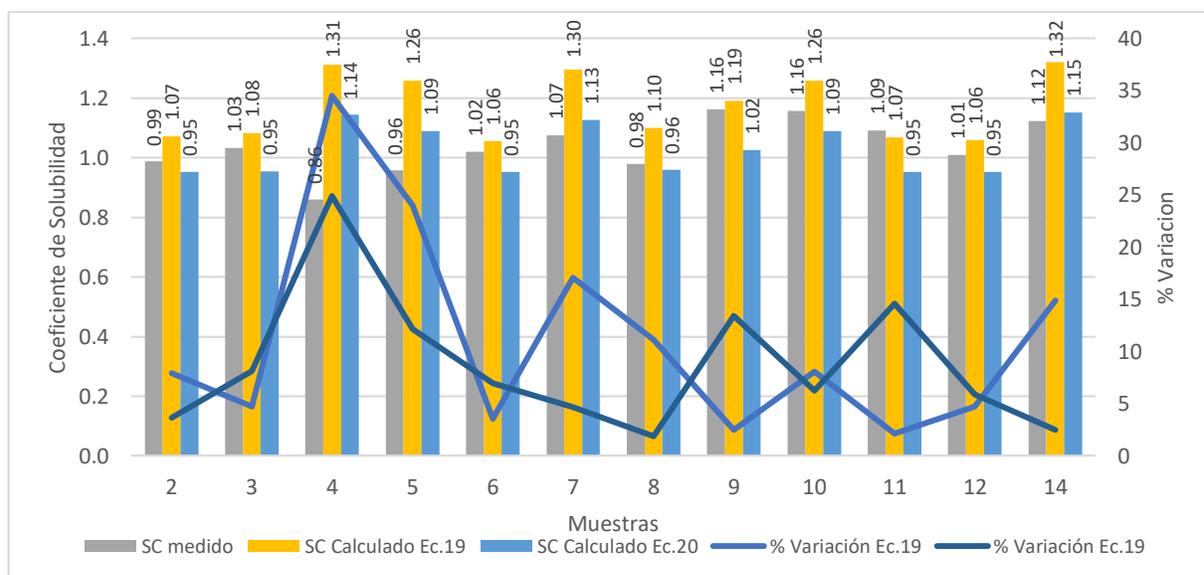


Figura 4.6. Gráfico de comparación de resultados de las correlaciones de coeficiente de solubilidad contra resultados experimentales de diferentes muestras de melaza

Como se observa a partir de la tabla 4.15 y figura 4.5 la variación del coeficiente de solubilidad pronosticado a partir de las ecuaciones 19 y 20 es pequeña con respecto a los valores experimentales obtenidos a partir de diferentes muestras, teniendo una variación promedio de 11.26% y 8.74% para cada ecuación respectivamente.

4.5.8. Efecto de impurezas sobre el coeficiente de solubilidad

Una vez determinada una correlación para el coeficiente de solubilidad para 1CH y 13IZ y las concentraciones de las impurezas de interés para la investigación (K, Na, Mg, Ca) es posible evaluar el efecto de las mismas sobre el valor de CS.

Para tal propósito se parte de la tabla 4.2 y se convierten las concentraciones en ppm a una relación Componente (K, Na, Ca, Mg) entre agua.

W es la cantidad total de agua presente en la muestra en gramos.

Se expresa en estas unidades para hacer una comparación entre el valor de NS/W total, con respecto al aporte individual de cada especie química sobre dicho factor. Y se presenta un ejemplo de cálculo en el Anexo E. Los resultados obtenidos se presentan en la tabla 4.16 y 4.17 para la muestra 1CH y 13IZ respectivamente.

Tabla 4.16. Datos de concentraciones de impurezas en función del agua presente en muestra 1 CH

Muestra 1CH	K/W	Na/W	Ca/W	Mg/W	CS
1a	0.019100	0.000160	0.001085	0.000689	1.04
2a	0.037087	0.000310	0.002107	0.001338	0.98
3a	0.067678	0.000565	0.003845	0.002441	1.17
4a	0.097624	0.000815	0.005547	0.003521	1.21
5a	0.133833	0.001118	0.007604	0.004827	1.28
6a	0.213730	0.001785	0.012144	0.007708	1.8

Tabla 4.17. Datos de concentraciones de impurezas en función del agua presente en Muestra 13 IZ

Muestra 13IZ	K/W	Na/W	Ca/W	Mg/W	CS
1b	0.027598	0.000614	0.004735	0.001038	0.97
2b	0.028809	0.000641	0.004943	0.001084	0.93
3b	0.068814	0.001531	0.011806	0.002589	1.00
4b	0.101768	0.002265	0.017460	0.003828	1.17
5b	0.137557	0.003061	0.023601	0.005175	1.26
6b	0.137557	0.003061	0.023601	0.005175	1.26

En las figuras 4.6 y 4.7 se muestran las gráficas gráficas de cada componente con respecto al coeficiente de solubilidad experimental.

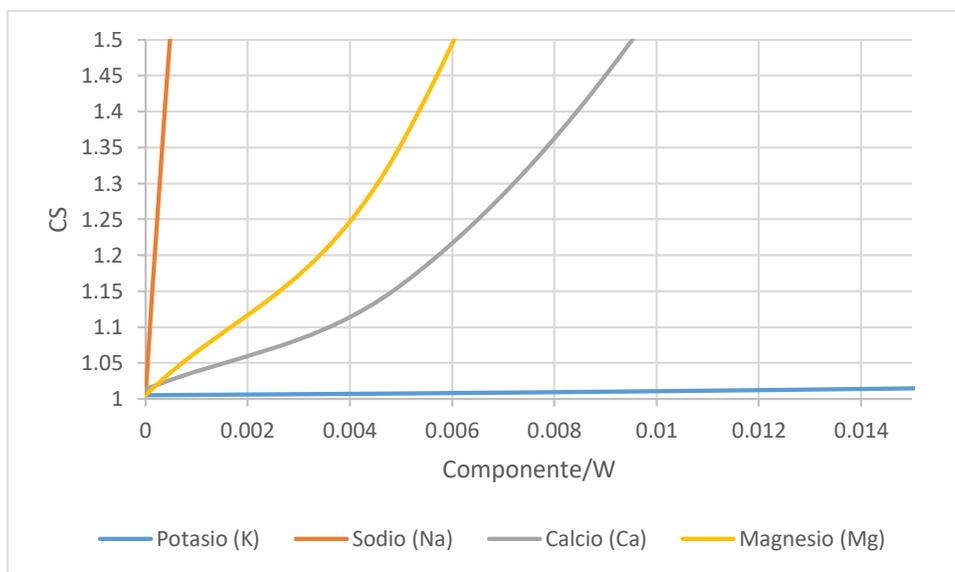


Figura 4.7. Coeficiente de Solubilidad vs Concentraciones de impurezas para muestra 1 CH

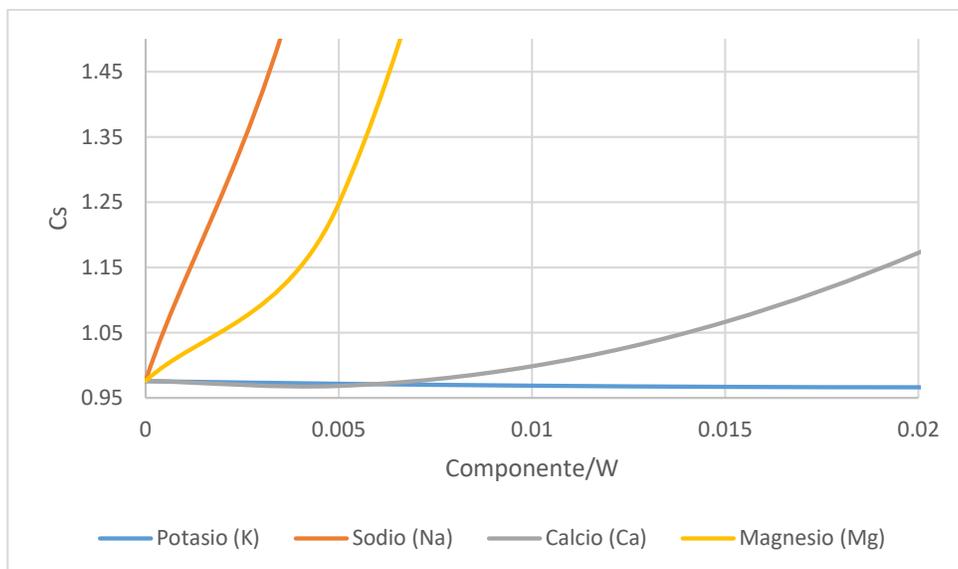


Figura 4.8. Coeficiente de Solubilidad vs. Concentraciones de impurezas para muestra 13 IZ

La diferencia del efecto de las impurezas en cada muestra puede estar asociada tanto a los tipos de fertilización de la caña de azúcar, tipo de suelo de cultivo, cantidad de lechada de cal o sacarato usados en el proceso de clarificación afectando de esta manera las concentraciones de las impurezas en los procesos de la fábrica, repercutiendo al final en la variación del coeficiente de solubilidad de la sacarosa.

De las figuras 4.7 y 4.8 se puede mencionar que el sodio (Na) es el componente que con pequeñas cantidades puede afectar con mayor facilidad el coeficiente de solubilidad seguido del magnesio (Mg) y calcio (Ca), siendo el potasio (K) el que necesita más cantidades para afectar el coeficiente de solubilidad.

En esta sección se evaluarán el efecto de las concentraciones de las impurezas de interés para la investigación (K, Na, Mg, Ca) sobre el valor del coeficiente de solubilidad como se realizó, pero para las demás muestras. El cálculo para la determinación de estos valores es presentado en el Anexo E. Los resultados obtenidos se presentan en la tabla 4.18.

Tabla 4.18. Datos de concentraciones de impurezas en función del agua presente en las diferentes muestras

Muestra	K/W (g/g)	Na/W (g/g)	Ca/W (g/g)	Mg/W (g/g)	CS
2	0.036214	0.000561	0.002771	0.000963	0.99
3	0.038904	0.000574	0.005026	0.001442	1.03
4	0.161390	0.001791	0.020174	0.005916	0.86
5	0.161752	0.001975	0.021378	0.006224	0.96
6	0.051475	0.000382	0.007166	0.001756	1.02
7	0.116272	0.001175	0.015219	0.004247	1.07
8	0.067212	0.000754	0.011489	0.002806	0.98
9	0.084103	0.001139	0.015212	0.003289	1.16
10	0.086727	0.000951	0.014284	0.003081	1.16
11	0.025891	0.000363	0.004014	0.001004	1.09
12	0.027988	0.000520	0.004932	0.000948	1.01
14	0.037891	0.001065	0.005367	0.001607	1.12

Los resultados mostrados en la tabla 4.18 se comparan contra la tendencia observada en las figuras 4.6 y 4.7 para cada uno de los componentes de manera individual en las siguientes figuras:

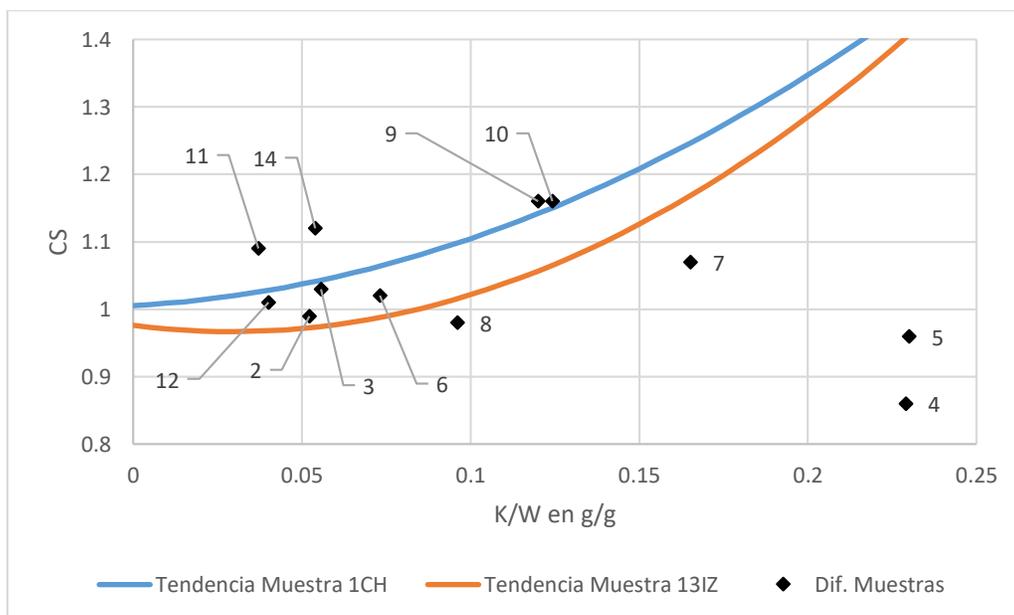


Figura 4.9. Comparación de efecto del Potasio sobre el coeficiente de solubilidad de las muestras de melaza del 2 al 14 con las curvas de coeficiente de solubilidad de 1CH y 13IZ

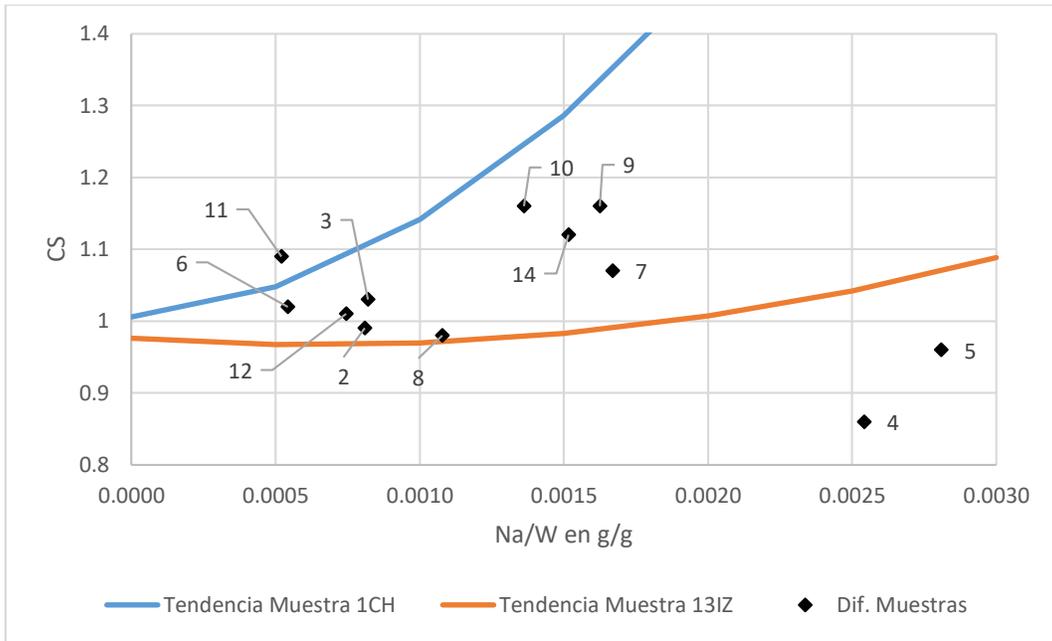


Figura 4.10. Comparación de efecto del Sodio sobre el coeficiente de solubilidad de las muestras de melaza del 2 al 14 con las curvas de coeficiente de solubilidad de 1CH y 13IZ

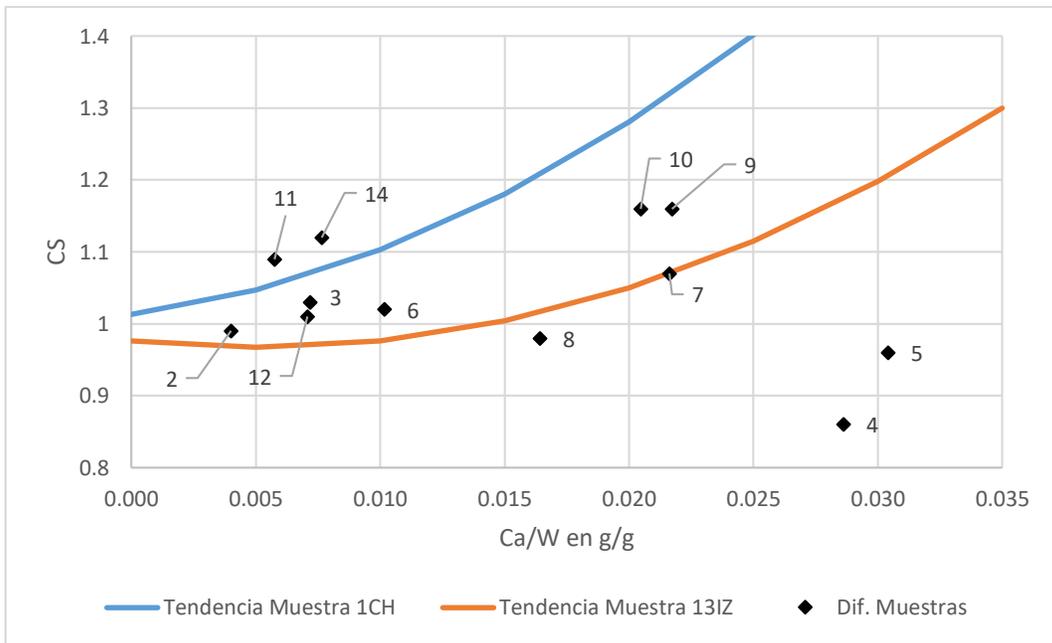


Figura 4.11. Comparación de efecto del Calcio sobre el coeficiente de solubilidad de las muestras de melaza del 2 al 14 con las curvas de coeficiente de solubilidad de 1CH y 13IZ

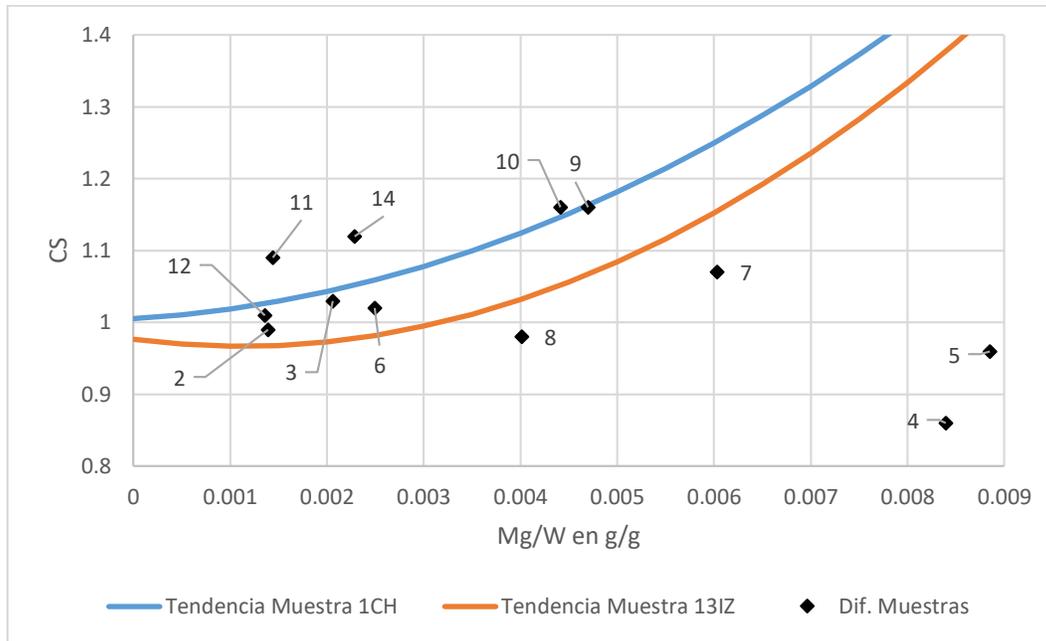


Figura 4.12. Comparación de efecto del Magnesio sobre el coeficiente de solubilidad de las muestras de melaza del 2 al 14 con las curvas de coeficiente de solubilidad de 1CH y 13IZ

Se puede observar a partir de las figuras 4.9 – 4.12 dos muestras que presentan una gran variación con la tendencia de las muestras 1CH y 13IZ los cuales son la muestra 4 y 5 esto puede deberse al mayor valor de la relación impurezas sobre agua (K/W, Na/W, Ca/W y Mg/W) en estas muestras con respecto a las demás como se puede observar en la Tabla 4.18, para las otras muestras la variación respecto a las tendencias mencionadas no parece ser muy grande teniendo un promedio de variación 5.47 y 6.75% para la tendencia en la muestra 1CH y 13IZ respectivamente respecto al potasio, 9.86 y 9 % con respecto al Sodio, 27.58 y 5.96% con respecto al Calcio y, 5.44 y 7 % con respecto al Magnesio como se presenta en el Anexo F.

4.5.9. Obtención de correlación de Pureza Objetivo

En la sección 4.5.1 se presentan los datos requeridos para el cálculo de la pureza objetivo, graficando los valores numéricos de Pureza contra AR/C para la muestra 1CH como 13IZ.

Utilizando el software proporcionado por el ingeniero para análisis de datos DataFit se realiza el análisis de regresión para los datos obtenidos, removiendo valores atípicos (Se presenta la justificación en Anexo F) tanto para la muestra 1CH el cual es el punto 1a y la muestra 13IZ el cual es el punto 5b. Obteniendo los resultados presentados en las figuras 4.15 y 4.16

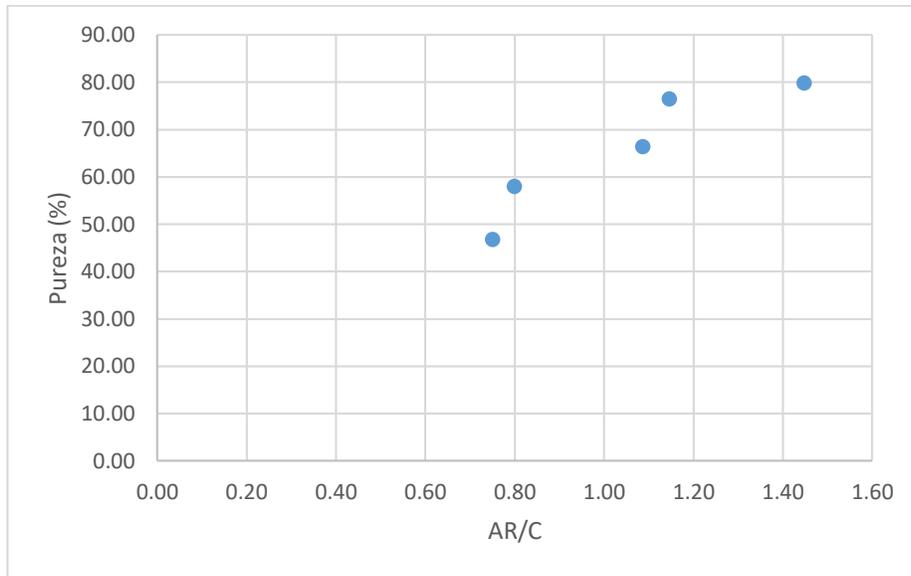


Figura 4.13. Grafica de Pureza de Equilibrio vs relación de azúcares reductores entre ceniza (AR/C) para muestra 1CH

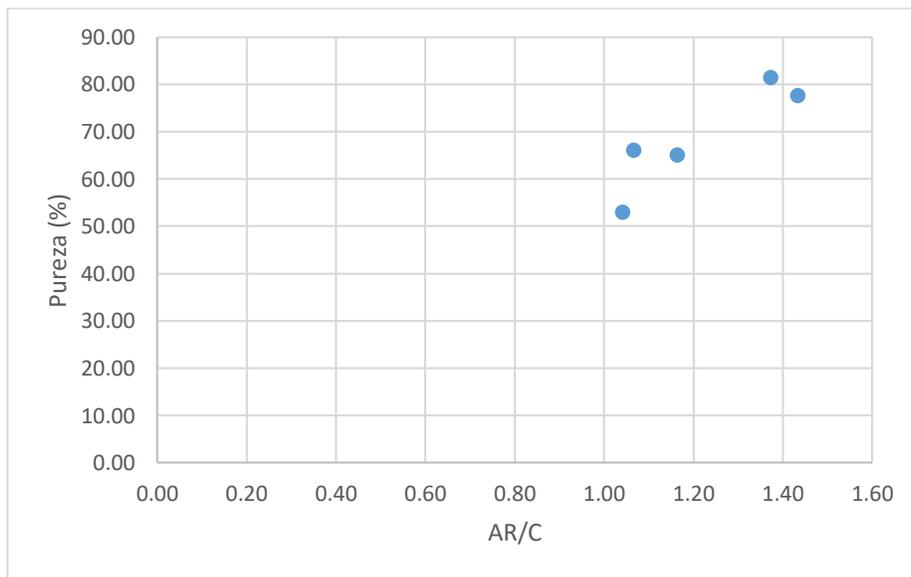


Figura 4.14. Grafica de Pureza de Equilibrio vs relación de azúcares reductores entre ceniza (AR/C) para muestras 13IZ

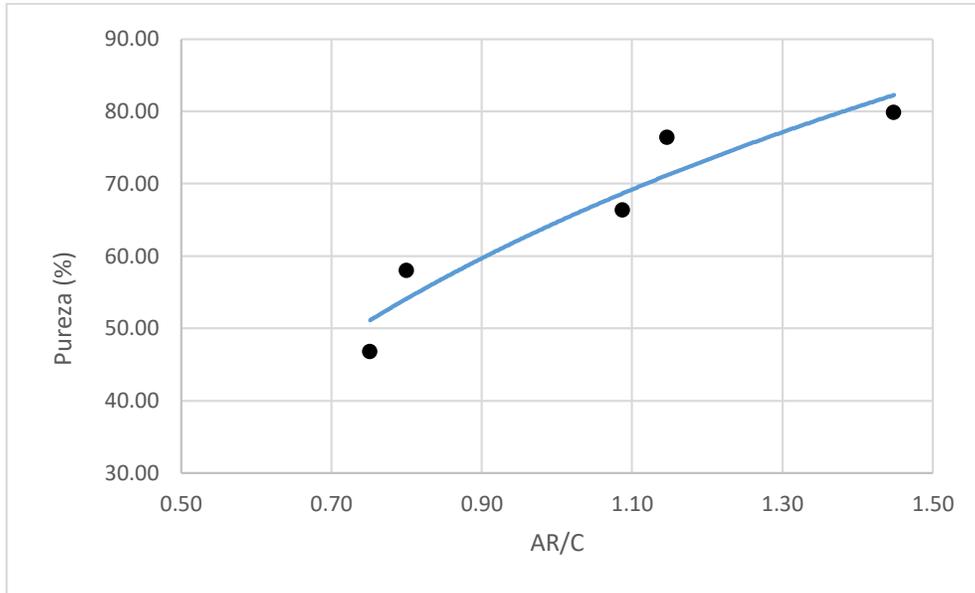


Figura 4.15. Curva de ajuste de Pureza Objetivo (PO) vs Relación de azúcares reductores entre ceniza (AR/C) para Muestra 1 CH

La ecuación obtenida para la determinación de la pureza objetivo para la muestra 1CH es la siguiente:

$$Pureza\ Objetivo = 64.66 + 47.22 * \ln\left(\frac{AR}{C}\right) \quad \text{Ec. 21}$$

(1CH)

Con un $R^2 = 0.9027$

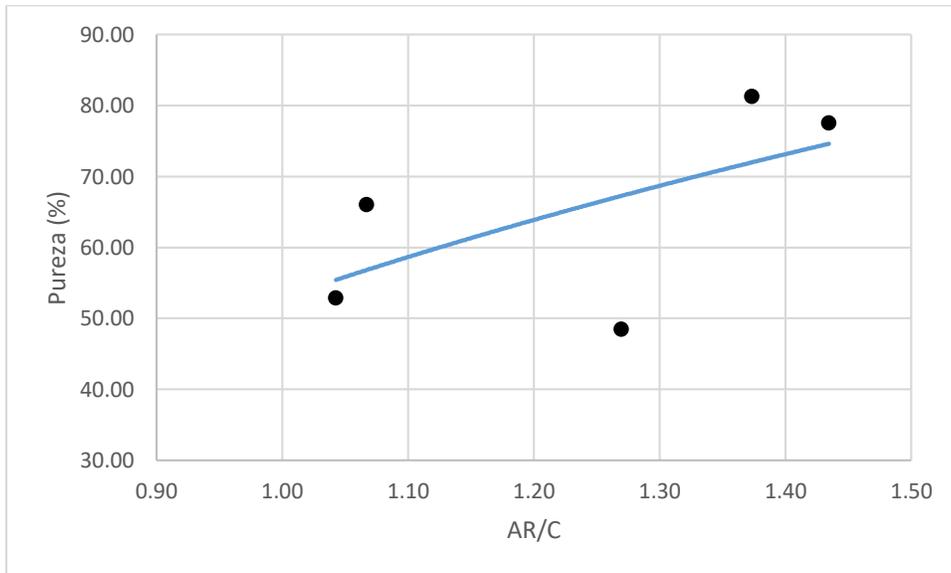


Figura 4.16. Curva de ajuste de Pureza Objetivo (PO) vs Relación de azúcares reductores entre ceniza (AR/C) para Muestra 13IZ

La ecuación obtenida para la determinación de la pureza objetivo para la muestra 13IZ es la siguiente:

$$Pureza\ Objetivo = 52.89 + 60.52 * \ln\left(\frac{AR}{C}\right) \quad Ec. 22$$

(13 IZ)

Con un $R^2 = 0.8303$

Para ambas ecuaciones se presentan los datos estadísticos en la tabla. 4.19

Tabla 4.19. Estadísticos de correlaciones de Pureza Objetivo

	Muestra 1CH	Muestra 13IZ
Coeficiente R2	0.9027	0.8303
Suma de residuos cuadrados	71.08	86.34
Estadístico F Calculado	27.86	14.68
F Critico	0.01326	0.03132

4.5.10. Verificación de correlaciones de pureza objetivo experimentales

Para la verificación de estas correlaciones se realiza una comparación entre el valor alcanzado por las muestras de melaza del experimento con el predicho por las ecuaciones 21 (Muestra 1CH) y 22 (Muestra 13IZ).

Tabla 4.20. Comparación de correlaciones de pureza objetivo generadas experimentalmente.

Muestra	Pureza de equilibrio	AR/C	Ecuación 21	Ecuación 22	Diferencia EC21	Diferencia EC22
2	78.63	1.21	73.66	68.75	4.97	9.88
3	77.64	1.47	82.85	82.44	-5.21	-4.80
4	47.35	1.17	72.07	66.38	-24.72	-19.03
5	53.99	1.00	64.66	55.34	-10.67	-1.35
6	83.01	1.47	82.85	95.90	0.16	-42.42
7	53.48	1.78	91.89	74.87	-38.41	-1.83
8	73.04	1.32	77.77	74.33	-4.73	-9.32
9	65.01	1.31	77.41	86.62	-12.40	-28.15
10	58.47	1.56	85.66	95.90	-27.19	-14.58
11	81.32	1.78	91.89	71.60	-10.57	-8.20
12	63.40	1.26	75.57	50.23	-12.17	2.94
14	53.17	0.93	61.23	68.75	-8.06	9.88
Sumatoria De diferencias Cuadradas					3492.36	-116.30

De las correlaciones obtenidas la que menos variación de diferencias genera es la ecuación 22, que pese a poseer un coeficiente R^2 menor al de la ecuación 21 logra predecir de mejor

manera los valores de pureza alcanzados por las muestras de melaza utilizadas en el experimento. Esto se debe a que las purezas alcanzadas por las diferentes muestras se mantienen más cerca de los límites inferior y superior a los cuales se realiza la correlación, por tanto, la Ec. 21 al abarcar valores demasiado altos de pureza predice de manera menos precisa el comportamiento para valores por debajo del 90% de pureza.

4.5.10.1. Comparación de resultados con ecuaciones utilizadas en la industria.

Para poder evaluar la efectividad de las ecuaciones propuestas es necesario tener un punto de comparación que ya este verificado y comprobado por autores diferentes, con este fin se seleccionan algunas de las ecuaciones presentadas en la tabla 2.4. Dicha comparación se presenta en la tabla 4.21.

Se seleccionan las Ecuaciones

$$33.9 - 13.4 * \log(q_{MS/A}) \quad \text{Rein y Smith} \quad \text{Ec. 23}$$

$$38.5 - 7.7 * \ln(q_{RS/A}) \quad \text{Gil et al.} \quad \text{Ec. 24}$$

Tabla 4.21. Comparación de correlaciones de Pureza Objetivo generadas con ecuaciones reportadas.

Muestra	Pureza de equilibrio	AR/C	Ecuación 22	Ecuación 23	Ecuación 24	Diferencia EC22	Diferencia EC23	Diferencia EC24
2	78.63	1.21	68.75	32.79	37.03	9.88	45.84	32.79
3	77.64	1.47	82.44	31.66	35.53	-4.80	45.98	31.66
4	47.35	1.17	66.38	32.99	37.29	-19.03	14.36	32.99
5	53.99	1.00	55.34	33.90	38.50	-1.35	20.09	33.90
6	83.01	1.47	95.90	31.66	35.53	-42.42	51.35	31.66
7	53.48	1.78	74.87	30.54	34.06	-1.83	22.94	30.54
8	73.04	1.32	74.33	32.28	36.36	-9.32	40.76	32.28
9	65.01	1.31	86.62	32.33	36.42	-28.15	32.68	32.33
10	58.47	1.56	95.90	31.31	35.08	-14.58	27.16	31.31
11	81.32	1.78	71.60	30.54	34.06	-8.20	50.78	30.54
12	63.40	1.26	50.23	32.56	36.72	2.94	30.84	32.56
14	53.17	0.93	68.75	34.32	39.06	9.88	18.85	34.32
Sumatoria De diferencias Cuadradas						13526.1754	15340.06	12488.62

Es notable la gran variación de sumatoria de diferencias cuadradas, para analizar esto es necesario partir de la forma de la ecuación 22, la cual fue generada a partir de los datos experimentales y en esta se observar que a mayor valor de AR/C se alcanza una mayor pureza

de equilibrio y en contraparte en las ecuaciones presentadas como comparación en EC. 23(Rein y Smith, 1981) y EC. 24 (Gil, 2001) la tendencia observada fue la contraria, es decir que a mayor valor de AR/C se producía un descenso en la pureza de equilibrio y por tanto en la función de pureza objetivo.

Esta notable desviación puede deberse a las diferentes metodologías por las cuales se alcanza la pureza objetivo, al estudiar el caso de Rein y Smith la metodología utilizada fue el evaporar cierta cantidad de agua presente en la muestra de melaza, la cual reduce su valor de NS/W sin que se le agregue nada de sacarosa refino a la muestra (Rein y Smith, 1981). Para el caso del estudio el procedimiento fue diferente, ya que como se mencionó en el capítulo 3; la pureza de equilibrio se alcanzó modificando las relaciones de NS/W al agregar diferentes cantidades de agua, sacarosa refino y melaza, con lo que se aumentó la concentración de sacarosa presente en la muestra y por tanto la pureza total de la misma.

4.5.11. Efecto de impurezas sobre la pureza objetivo

Partiendo de las correlaciones obtenidas y de las tablas 4.16 y 4.17 es posible determinar el efecto de cada componente con respecto al valor de pureza alcanzado por cada muestra.

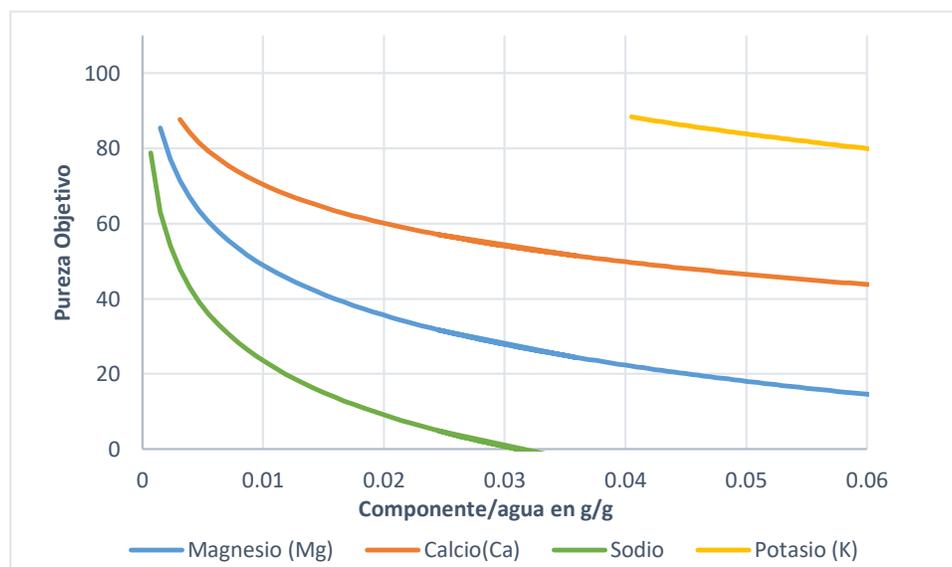


Figura 4.17. Pureza objetivo vs Concentraciones de impurezas para muestra 1CH

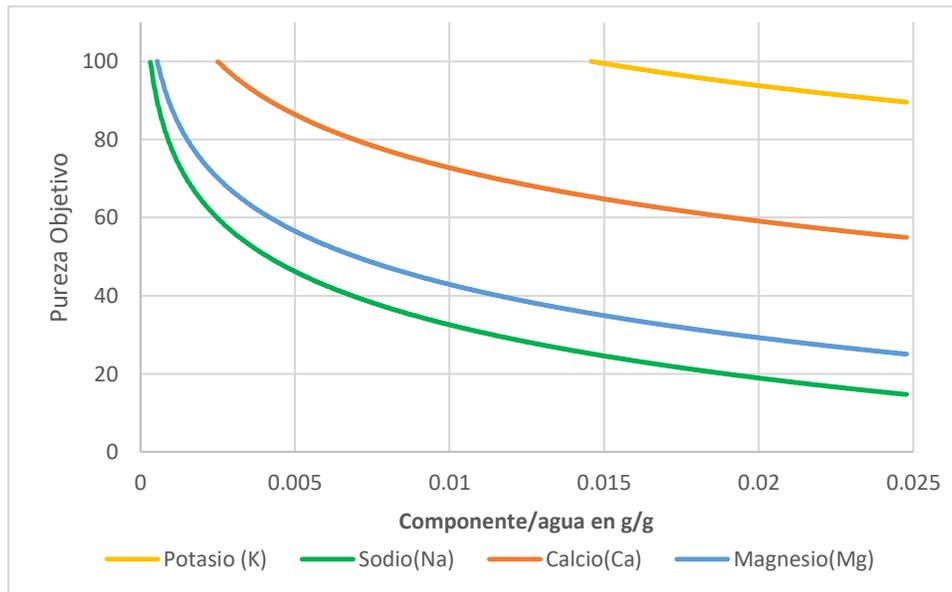


Figura 4.18. Pureza objetivo vs Concentraciones de impurezas para muestra 13IZ

El efecto producido por cada impureza es exactamente el mismo para ambas muestras, ya que al aumentar la concentración de cada componente la pureza objetivo tiende a disminuir, aunque cabe mencionar que la intensidad con la que lo hacen es muy distinta una de otra. Es evidente que el componente que tiene efecto es el Sodio, el cual al estar en concentraciones mucho menores respecto a los demás reduce la pureza objetivo con mayor rapidez, seguida por el Magnesio, Calcio y Potasio de manera decreciente. Una vez determinado el efecto producido por cada componente es necesario verificar que este mismo sea presentado de manera general, para ese propósito se comparan también los datos obtenidos para las demás muestras y cuyos valores de concentración están presentados en la tabla 4.16.

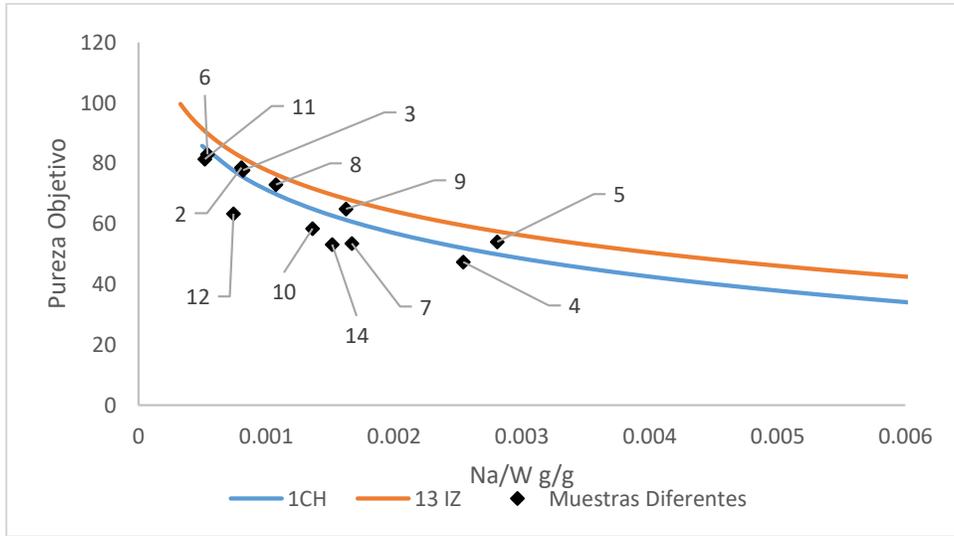


Figura 4.19. Comparación de efecto del Sodio sobre el coeficiente de solubilidad de las muestras de melaza del 2 al 14 con las curvas de coeficiente de solubilidad de 1CH y 13IZ

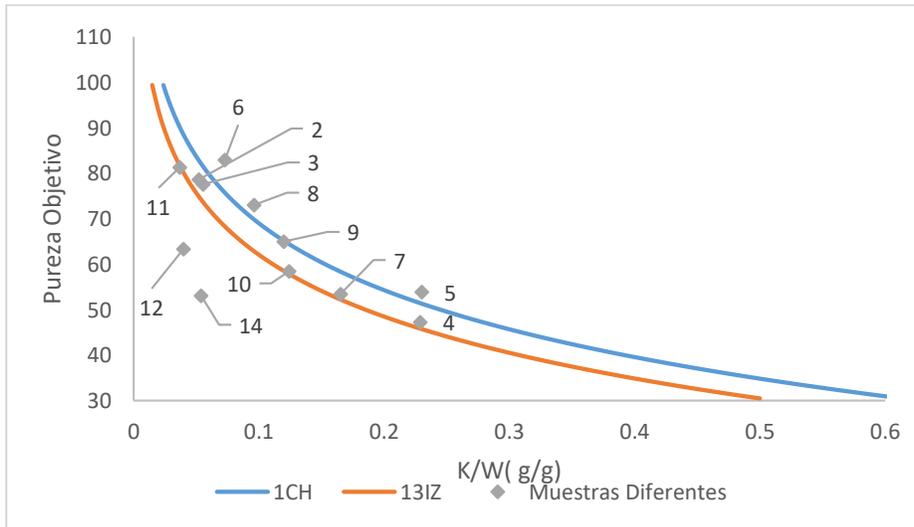


Figura 4.20. Comparación de efecto del Potasio sobre el coeficiente de solubilidad de las muestras de melaza del 2 al 14 con las curvas de coeficiente de solubilidad de 1CH y 13IZ

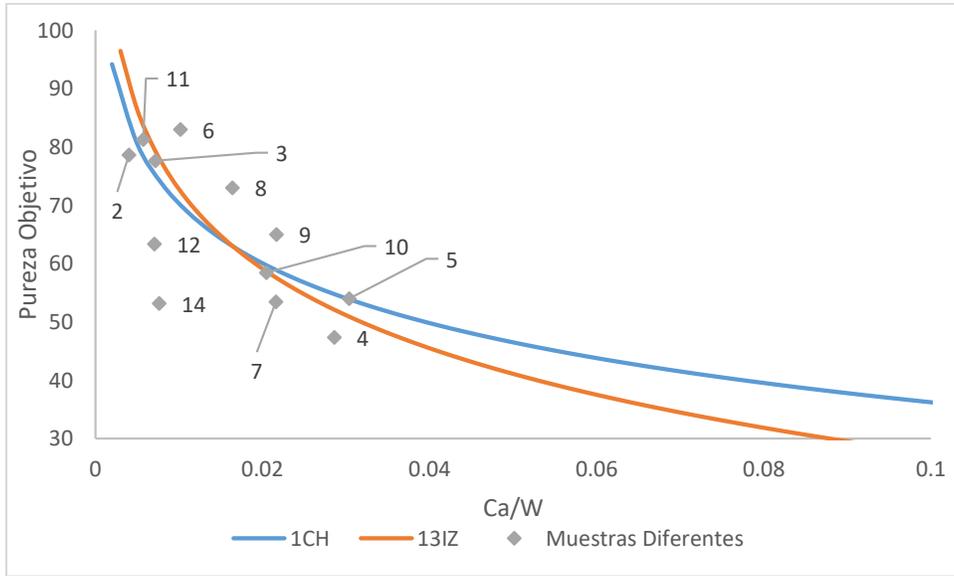


Figura 4.21. Comparación de efecto del Calcio sobre el coeficiente de solubilidad de las muestras de melaza del 2 al 14 con las curvas de coeficiente de solubilidad de 1CH y 13IZ

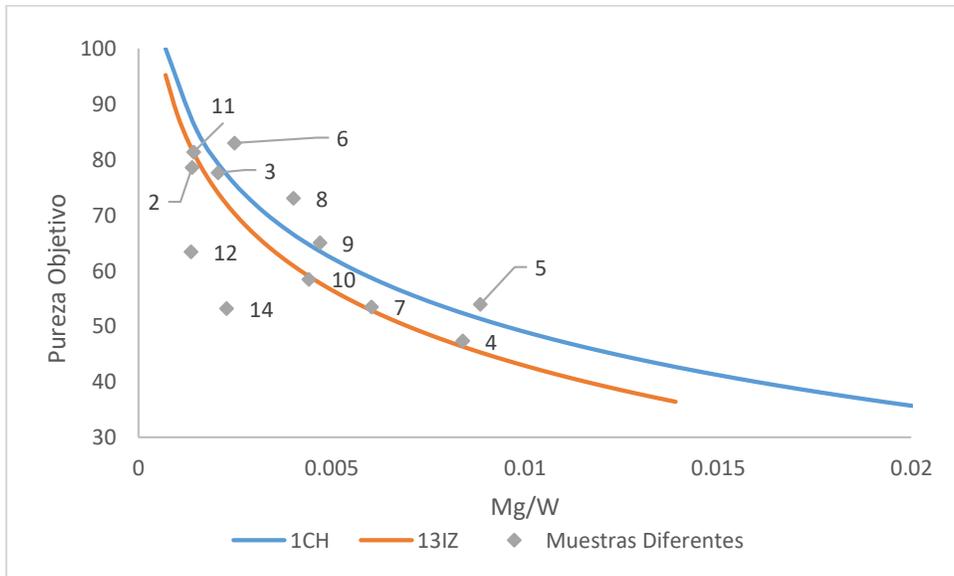


Figura 4.22. Comparación de efecto del Magnesio sobre el coeficiente de solubilidad de las muestras de melaza del 2 al 14 con las curvas de coeficiente de solubilidad de 1CH y 13IZ

4.6. Evaluación de pérdidas de sacarosa en mieles finales.

Al finalizar el proceso de recobrado es posible cuantificar y analizar las cantidades de azúcar remanentes en las mieles finales y así poder relacionar estas cantidades de impurezas con respecto a las eficiencias del proceso de recobrado para los días en que se realizó el muestreo. Para determinar la cantidad de azúcar perdida se toma como base 100 kg de meladura entrando al proceso de recobrado. Los datos de pérdidas de sacarosa porcentuales y máxicos proporcionados por el ingenio y determinados por análisis de rendimiento de fábrica se muestran en la Tabla 4.22.

Tabla 4.22 Cantidad de Sacarosa recuperada con respecto a la concentración de impurezas

Muestra	Perdida de sacarosa en Miel Final %	Cantidad de azúcar Recuperada	K(ppm)	Na(ppm)	Ca(ppm)	Mg(ppm)
2	8.57	91.43	35.207,47	545,46	2.694,45	936,59
3	8.72	91.28	36.745,16	541,96	4.747,44	1.362,42
4	9.90	90.1	36.730,95	407,71	4.591,37	1.346,46
5	9.37	90.63	37.590,62	459,06	4.968,20	1.446,54
6	9.12	90.88	36.818,73	273,35	5.125,58	1.255,85
7	8.35	91.65	33.585,37	339,37	4.395,99	1.226,83
8	10.19	89.81	34.452,30	386,73	5.889,28	1.438,26
9	8.95	91.05	35.400,66	479,33	6.403,22	1.384,56
10	9.12	90.88	36.956,52	405,22	6.086,96	1.313,04
11	9.95	90.05	33.037,39	462,69	5.122,08	1.281,54
12	10.29	89.71	36.378,21	676,28	6.410,26	1.232,13
14	9.44	90.56	32.326,01	908,42	4.578,75	1.370,56

Para realizar el análisis de esta información se presentan gráficos de cantidad de azúcar recuperada contra presencia de los elementos denominados como impurezas. Estos gráficos se presentan en las figuras 4.23- 4.26.

Aparentemente no existe ninguna relación directa entre las cantidades de cada componente y el total de cantidad de azúcar recuperada, ya que los valores fluctúan sin ningún patrón establecido; con el propósito de comprobar dicho comportamiento se realiza un análisis de regresión múltiple lineal para los parámetros en observación. En la Tabla 4.23 se presentan los estadísticos de regresión.

Tabla 4.23 Estadísticos de regresión para evaluar impacto individual de componentes sobre el recobrado de azúcar

Variables	Valor
X_{Ca}	0.00027698
X_K	2.03008E-05
X_{Na}	-0.0007481
X_{Mg}	0.00052674
Coeficiente R2	0.30
Suma de residuos cuadrados	4.5268
Estadístico F Calculado	0.7535
F Critico	0.5863

Los resultados obtenidos por la regresión son insuficientes para determinar un comportamiento relacionado entre ellos y por tanto carecen de valor a la hora de cuantificar el impacto de la concentración individual de cada impureza sobre la cantidad total de azúcar recobrado. La ecuación generada se presenta en Ec 25:

$$Kg\ Azucar_{recobrada} = 2.76 \times 10^{-4} X_{Ca} + 2.03 \times 10^{-5} X_K - 7.48 \times 10^{-4} X_{Na} + 5.26 \times 10^{-4} X_{Mg}$$

Ec.25 Recuperación de azúcar por concentración de Impurezas

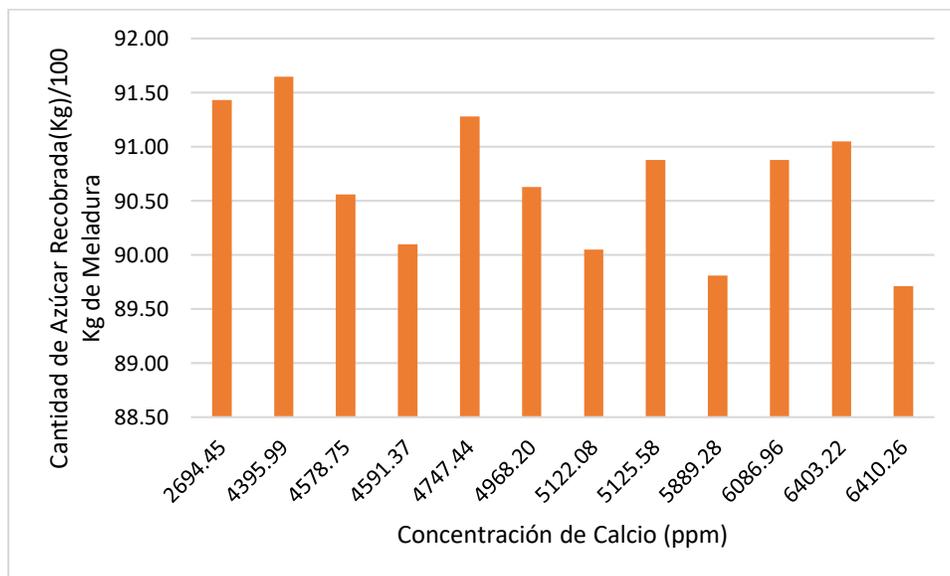


Figura 4.23. Recuperación de sacarosa vs Concentración de Calcio en muestras de melaza

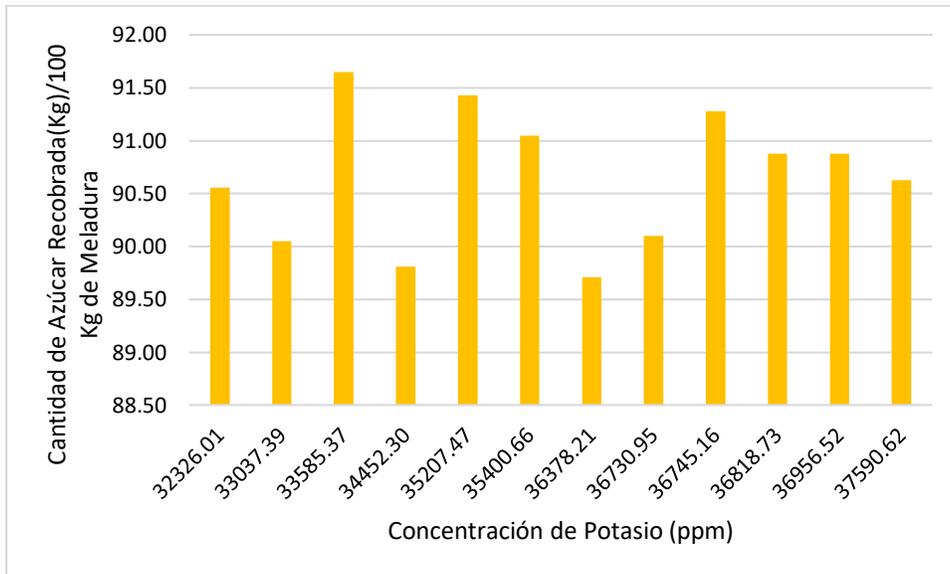


Figura 4.24. Recuperación de sacarosa vs concentración de Potasio en muestras de melaza

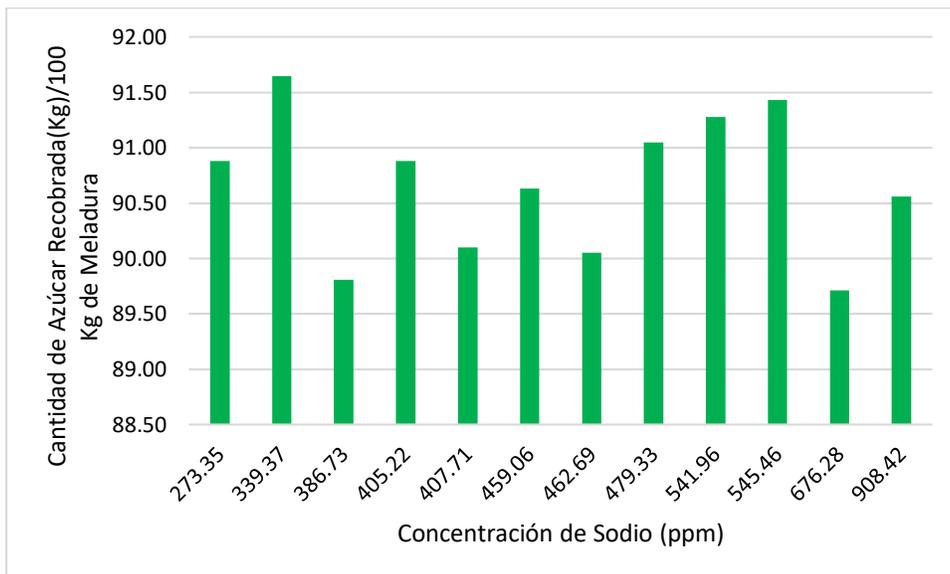


Figura 4.25 Recuperación de sacarosa vs concentración de Sodio en muestras de melaza

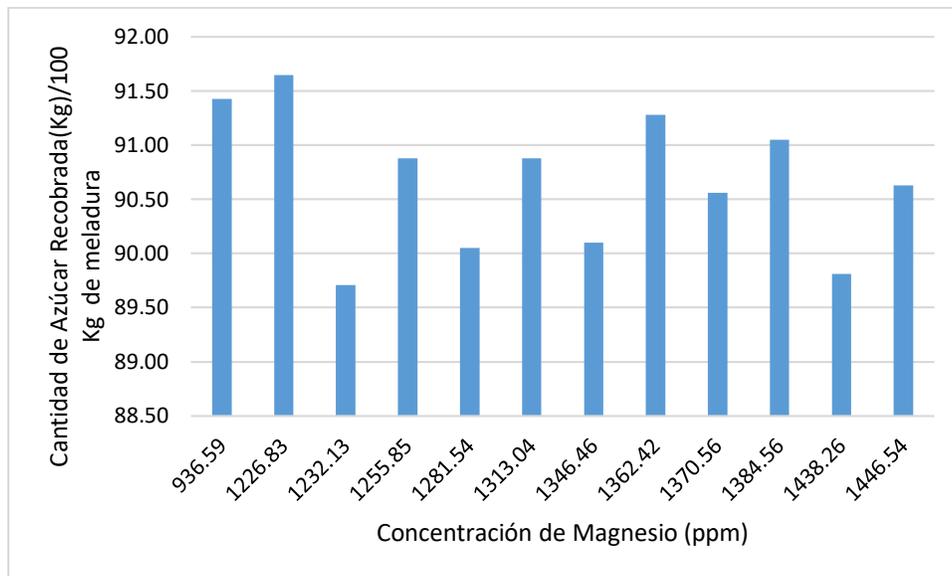


Figura 4.26. Recuperación de sacarosa vs concentración de Magnesio en muestras de melaza.

Conclusiones

- Las metodologías utilizadas para la determinación de los componentes presentes en las muestras seleccionadas brindaron datos que sustentaban el concepto de Coeficiente de Solubilidad, a partir de los cuales se puede analizar los efectos que dichos componentes producen sobre la solubilidad de la sacarosa en materiales azucarados.
- Se cuantificaron rangos de concentración para los componentes contenidos en la ceniza de la melaza saliendo del área de recobrado con mayor influencia sobre el Coeficiente de solubilidad y Pureza Objetivo, los resultados de la cuantificación de estas especies son concentraciones de potasio 43,116 a 32,326 ppm, calcio 6,403 a 2,449 ppm, magnesio 1,554 a 936 ppm y sodio 908 a 273 ppm. Siendo el Sodio el que aporta un mayor incremento en el valor numérico del coeficiente de solubilidad y en la disminución del valor final de Pureza Objetivo, por tanto, se convierte en el elemento más melasigénico encontrado en las muestras, seguido por el Magnesio, Calcio y el Potasio como el que menor influencia presenta en dichas propiedades.
- Al Tratar de desarrollar una correlación para el cálculo de la pureza objetivo se encontró que la metodología utiliza para la estimación de la pureza objetivo (PO), no fue viable ya que se obtuvo un resultado de correlación con tendencia contraria a la reportada por otros autores, atribuyendo esta tendencia obtenida a las diferentes metodologías utilizadas por las diferentes investigaciones, además de las limitantes de los equipos utilizados para realizar la investigación. Las correlaciones obtenidas y sus estadísticos se presentan a continuación: $PO = 64.66 + 47.22 * \ln\left(\frac{AR}{C}\right)$ con $r^2 = 0.9027$ y $PO = 52.89 + 60.52 * \ln\left(\frac{AR}{C}\right)$ con $r^2 = 0.8303$.
- Para la obtención de las correlaciones de Coeficiente de Solubilidad se realizó el experimento con muestras de diferentes sectores del país, con el propósito de evaluar

si el comportamiento descrito por las correlaciones era similar en el territorio nacional. Y se observa que los comportamientos son similares por lo que las ecuaciones pueden ser utilizadas de manera indistinta en cualquier región del país. Las ecuaciones y sus estadísticos se presentan a continuación: $CS = 0.3022 \left(\frac{NS}{W}\right) - 1.8155 + (2.8155) \cdot e^{(-0.0778 \cdot \frac{NS}{W})}$ con $r^2 = 0.9621$ y $CS = 0.1521 \left(\frac{NS}{W}\right) + 0.6755 + (0.3245) \cdot e^{(-0.9196 \cdot \frac{NS}{W})}$ con $r^2 = 0.9881$.

- Para la evaluación de los efectos que puedan producir los componentes de que constituyen las cenizas en la cantidad de azúcar recobrada se realizó un análisis de los datos de recuperación de azúcar del ingenio en estudio contra las concentraciones de los componentes de las cenizas resultando inviable el afirmar la existencia de algún tipo de relación entre estos o un efecto directo de los componentes de la ceniza sobre la cantidad de azúcar recobrada, ya que, al evaluar distintos modelos matemáticos de correlación para los datos experimentales, el valor más alto de R^2 fue de 0.30. Dicho valor es bajo como para asegurar la existencia de una relación directa, por lo que se sugiere que la cantidad de azúcar recobrada es dependiente de otros aspectos como lo pueden ser procedimientos internos dentro del ingenio o la tecnología de la que se dispone.

Recomendaciones

- Para poder alcanzar relaciones de NS/W utilizando la metodología experimental descrita en esta investigación se debe de utilizar un equipo que permita la cristalización por evaporación además un agitador adecuado para sustancia de alta viscosidad como podría ser un cristalizador a escala piloto.
- Se recomienda el utilizar equipo que permita acondicionar mayores cantidades de melaza además de un cilindro filtro de mayor capacidad para poder obtener mayores cantidades de licor madre ya que a mayor viscosidad del material se obtiene menos licor madre, pudiendo quedar limitado de muestra para poder realizar todos los análisis pertinentes.
- Para la determinación de la pureza objetivo puede obtenerse resultados más representativos alcanzando la saturación a través de un método de evaporación que el método de disolución realizado en esta investigación.
- Para poder tener una mayor visión de los efectos de las impurezas de las cenizas sobre el coeficiente de solubilidad en específico de las cenizas se puede realizar un estudio de caracterización de mayor amplitud el cual puede abarcar distintos aniones como silicatos, fosfatos y sulfatos, además de otros cationes como hierro, aluminio y cadmio.

Referencias bibliográficas

Alfaro, W. A., y Gómez, A. M. (2008). Diseño de un plan de marketing social que mejore la imagen empresarial de los ingenios azucareros de El Salvador. Universidad Francisco Gavidia. El Salvador.

Flores, J. (2008). Manual de Control de procesos. Diagramas de Flujo de Proceso . Ingenio Central de Izalco. El Salvador.

International Commission for Uniform Methods of Sugar Analysis. (1998). Method Book. Bartens. Berlin.

Mathlouthi, M. (1995). Sucrose properties and applications . Chapman and Hall. Paris.

P. Chen, J. C. (2000). Manual del Azucar de Caña. Limusa. Mexico.

Polanco, L. S. (2009). Assessment of target purity difference for a Louisiana Sugar Mill. Louisiana State University. United State of America.

Rein, P. (2012). Ingeniería de la Caña de Azucar. Bartens. Berlin.

Sahadeo, P. (1998). The Effect of some Impurities on Molasses Exhaustion. Proc S. Afr. Sug. Technol. Ass. 72.

van der Poel, P. W., Schiweck, H., & Schwartz, T. (1998). Sugar Tecnology Beet and Cane Sugar Manufacture. Bartens. Berlin.

Zepeda, E. R. (2012). Propuestas Alternativas para la Reducción de Perdidas de Sacarosa en un Ingenio Azucarero. Trabajo de Grado para Ingeniería Química. Universidad de El Salvador. El Salvador.

Zossi, B. S., Cárdenas, G. J., Sorol, N., y Sastre, M. (2010). Influencia de compuestos azúcares y no azúcares en la calidad industrial de caña de azucar en Tucumán (R. Argentina) Parte 1: Caña Limpia y despuntada. Revista Industrial y Agricola de Tucumán, 87, 15-27.

ANEXOS

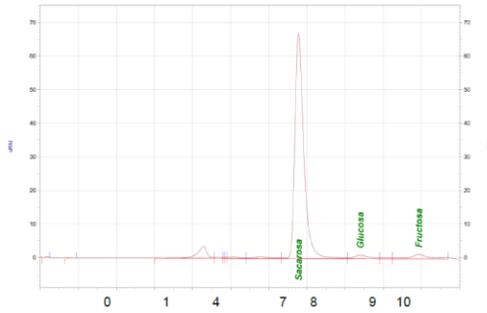
ANEXO A

Análisis de muestras por cromatografía
liquida de alta eficacia (HPLC)

ANEXO A 1: CROMATOGRAMA MUESTRA 1CH 1A

LABORATORIO DE FÁBRICA
ZAFRA 16/17
REPORTE CROMATOGRAMA

C:\EZStart\Projects\Default\Method\MOI415.met
C:\EZStart\Projects\Default\Sequence\ColibZ1415.seq
C:\EZStart\Projects\Default\Data\ZAFRA 16-17\ANALISIS\MARZO\27\NUT 0.2 P3.dot\27/03/2017 04:00:42 p.m\27/03/2017 04:11:48 p.m.



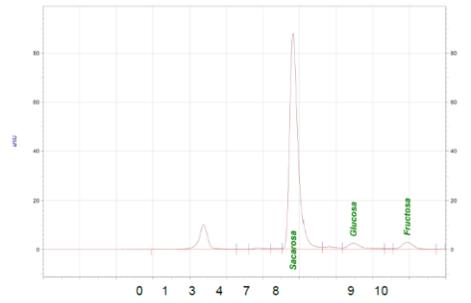
RID-10A
Results

Nombre	TR	Área	Concentración	Unidades
Sacarosa	6.777	1080114	75.7502267	%
Glucosa	8.397	28071	1.0436968	%
Fructosa	9.933	44139	1.2849321	%
Totals		1250162	78.0788556	

ANEXO A 2: CROMATOGRAMA MUESTRA 1CH 2A

LABORATORIO DE FÁBRICA
ZAFRA 16/17
REPORTE CROMATOGRAMA

C:\EZStart\Projects\Default\Method\MOI415.met
C:\EZStart\Projects\Default\Sequence\ColibZ1415.seq
C:\EZStart\Projects\Default\Data\ZAFRA 16-17\ANALISIS\MARZO\22\NUT 0.6 P3.dot\23/03/2017 10:09:32 a.m\23/03/2017 10:20:34 a.m.



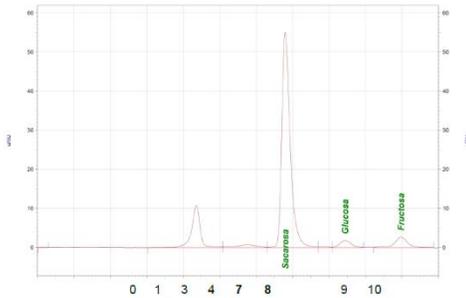
RID-10A
Results

Nombre	TR	Área	Concentración	Unidades
Sacarosa	6.827	1402964	63.2055946	%
Glucosa	8.467	75272	1.9818057	%
Fructosa	9.940	71585	2.1931627	%
Totals		1783007	67.3805630	

ANEXO A 3: CROMATOGRAMA MUESTRA 1CH 3A

LABORATORIO DE FÁBRICA
ZAFRA 16/17
REPORTE CROMATOGRAMA

C:\EZStart\Projects\Default\Method\MOI415.met
C:\EZStart\Projects\Default\Sequence\ColibZ1415.seq
C:\EZStart\Projects\Default\Data\ZAFRA 16-17\ANALISIS\MARZO\14\NUT 1.0 P315\03/2017 10:19:04 a.m\15/03/2017 10:30:03 a.m.



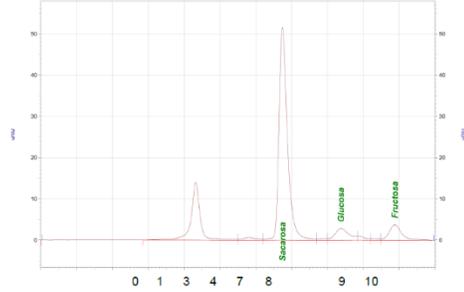
RID-10A
Results

Nombre	TR	Área	Concentración	Unidades
Sacarosa	6.797	890519	62.7382624	%
Glucosa	8.440	41165	2.6707590	%
Fructosa	9.973	69101	3.1608422	%
Totals		1213860	68.5698636	

ANEXO A 4: CROMATOGRAMA MUESTRA 1CH 4A

LABORATORIO DE FÁBRICA
ZAFRA 16/17
REPORTE CROMATOGRAMA

C:\EZStart\Projects\Default\Method\MOI415.met
C:\EZStart\Projects\Default\Sequence\ColibZ1415.seq
C:\EZStart\Projects\Default\Data\ZAFRA 16-17\ANALISIS\MARZO\17\meladura02.d\17/03/2017 02:59:43 p.m\17/03/2017 03:10:49 p.m.



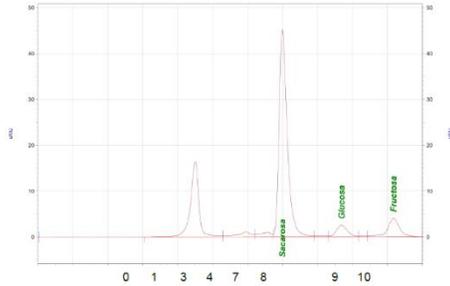
RID-10A
Results

Nombre	TR	Área	Concentración	Unidades
Sacarosa	6.740	849037	56.0083861	%
Glucosa	8.373	81732	3.7572462	%
Fructosa	9.877	100824	4.1937764	%
Totals		1330429	63.9594087	

ANEXO A 5: CROMATOGRAMA MUESTRA 1CH 5A

LABORATORIO DE FÁBRICA
ZAFRA 16/17
REPORTE CROMATOGRAMA

C:\E23start\Projects\Default\Method\ME1415.met
C:\E23start\Projects\Default\Sequence\Calib21415.seq
C:\E23start\Projects\Default\Data\ZAFRA 16-17\CAIBRACION\MARZO\19\NUT 2.0 P3.dat\03/2017 10:53:11 a.m\21/03/2017 11:04:16 a.m.



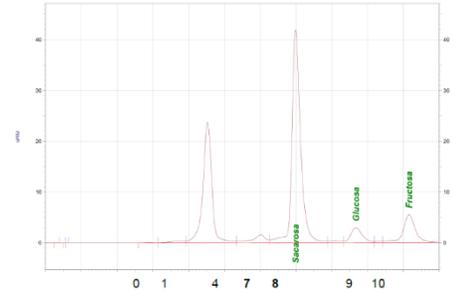
RID-10A
Results

Nombre	TR	Área	Concentración	Unidades
Sacarosa	6.990	734920	50.6745742	%
Glucosa	8.680	54200	2.9234257	%
Fructosa	10.167	92473	4.4341110	%
Totals		1213311	58.0321110	

ANEXO A 6: CROMATOGRAMA MUESTRA 1CH 6A

LABORATORIO DE FÁBRICA
ZAFRA 16/17
REPORTE CROMATOGRAMA

C:\E23start\Projects\Default\Method\ME1415.met
C:\E23start\Projects\Default\Sequence\Calib21415.seq
C:\E23start\Projects\Default\Data\ZAFRA 16-17\CAIBRACION\MARZO\19\NUT 3.0 P3.dat\03/2017 11:07:21 a.m\21/03/2017 11:18:24 a.m.



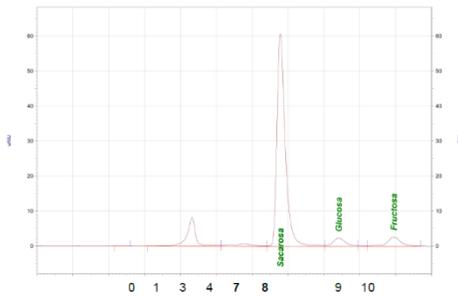
RID-10A
Results

Nombre	TR	Área	Concentración	Unidades
Sacarosa	6.987	708138	43.1037185	%
Glucosa	8.673	64128	3.0817121	%
Fructosa	10.157	126080	5.5870176	%
Totals		1369150	51.7724482	

ANEXO A 7: CROMATOGRAMA MUESTRA 2

LABORATORIO DE FÁBRICA
ZAFRA 16/17
REPORTE CROMATOGRAMA

C:\E23start\Projects\Default\Method\ME1415.met
C:\E23start\Projects\Default\Sequence\Calib21415.seq
C:\E23start\Projects\Default\Data\ZAFRA 16-17\ANÁLISIS\MARZO\21\NUT 1.0 P401.dat\09/03/2017 11:47:25 a.m\29/03/2017 11:58:30 a.m.



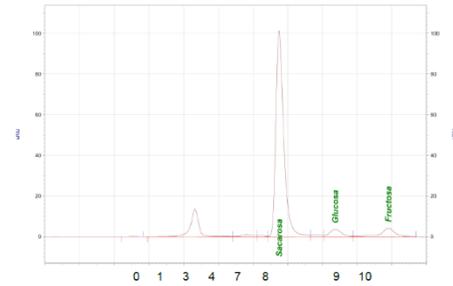
RID-10A
Results

Nombre	TR	Área	Concentración	Unidades
Sacarosa	6.783	980050	62.1154151	%
Glucosa	8.413	59896	2.6068928	%
Fructosa	9.950	81800	2.9415725	%
Totals		1288454	67.6638803	

ANEXO A 8: CROMATOGRAMA MUESTRA 3

LABORATORIO DE FÁBRICA
ZAFRA 16/17
REPORTE CROMATOGRAMA

C:\E23start\Projects\Default\Method\ME1415.met
C:\E23start\Projects\Default\Sequence\Calib21415.seq
C:\E23start\Projects\Default\Data\ZAFRA 16-17\ANÁLISIS\MARZO\31\NUT 1.0 P3 180317.dat\03/2017 03:56:53 p.m\31/03/2017 04:07:34 p.m.



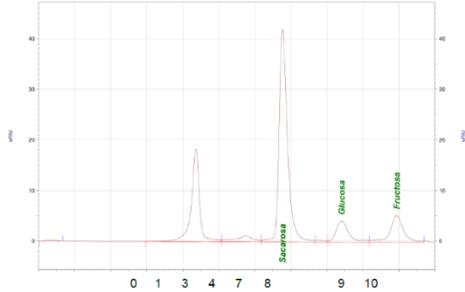
RID-10A
Results

Nombre	TR	Área	Concentración	Unidades
Sacarosa	6.750	1621139	62.3478707	%
Glucosa	8.367	92991	2.5809626	%
Fructosa	9.900	138854	2.8804165	%
Totals		2140810	67.8092498	

ANEXO A 9: CROMATOGRAMA MUESTRA 4

LABORATORIO DE FÁBRICA
ZAFRA 16/17
REPORTE CROMATOGRAMA

C:\EZStart\Projects\Default\Method\M21415.met
C:\EZStart\Projects\Default\Sequence\Calib21415.seq
C:\EZStart\Projects\Default\Data\ZAFRA 16-17\ANALISIS\ABRIL\4\NUT 2.0 P4 170317.d\data\04/04/2017 12:17:16 p.m\04/04/2017 12:28:20 p.m.



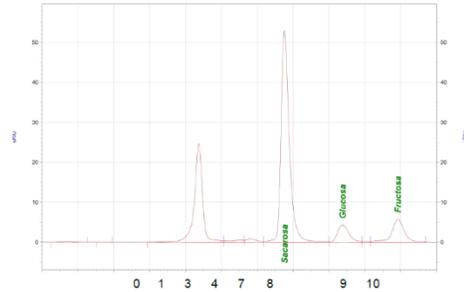
RID-10A
Results

Nombre	TR	Área	Concentración	Unidades
Sacarosa	6.770	683822	40.1570274	%
Glucosa	8.413	103673	4.5832011	%
Fructosa	9.940	141074	5.4991865	%
Totals		1273100	50.2394150	

ANEXO A 10: CROMATOGRAMA MUESTRA 5

LABORATORIO DE FÁBRICA
ZAFRA 16/17
REPORTE CROMATOGRAMA

C:\EZStart\Projects\Default\Method\M21415.met
C:\EZStart\Projects\Default\Sequence\Calib21415.seq
C:\EZStart\Projects\Default\Data\ZAFRA 16-17\ANALISIS\ABRIL\4\NUT 3.0 P4 200317.d\data\04/04/2017 12:04:02 p.m\04/04/2017 12:16:03 p.m.



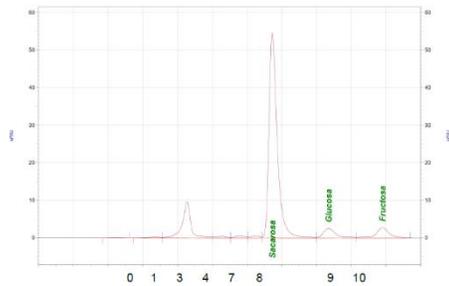
RID-10A
Results

Nombre	TR	Área	Concentración	Unidades
Sacarosa	6.760	866262	45.6173345	%
Glucosa	8.380	103423	4.4130221	%
Fructosa	9.923	156870	5.5890136	%
Totals		1574622	55.6193703	

ANEXO A 11: CROMATOGRAMA MUESTRA 6

LABORATORIO DE FÁBRICA
ZAFRA 16/17
REPORTE CROMATOGRAMA

C:\EZStart\Projects\Default\Method\M21415.met
C:\EZStart\Projects\Default\Sequence\Calib21415.seq
C:\EZStart\Projects\Default\Data\ZAFRA 16-17\ANALISIS\ABRIL\18\NUT 1.0 P220317002.d\data\04/2017 11:24:08 a.m\18/04/2017 11:35:14 a.m.



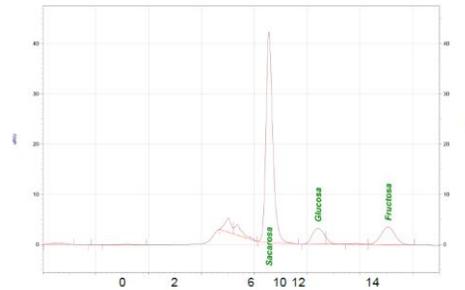
RID-10A
Results

Nombre	TR	Área	Concentración	Unidades
Sacarosa	6.727	906391	65.5747591	%
Glucosa	8.347	69230	3.6956315	%
Fructosa	9.897	82769	3.5183515	%
Totals		1260983	72.7887421	

ANEXO A 12: CROMATOGRAMA MUESTRA 7

LABORATORIO DE FÁBRICA
ZAFRA 16/17
REPORTE CROMATOGRAMA

C:\EZStart\Projects\Default\Method\M21415.met
C:\EZStart\Projects\Default\Sequence\Calib21415.seq
C:\EZStart\Projects\Default\Data\ZAFRA 16-17\CAUBRACION\abrill\24\NUT 2.0 P240317001.d\data\04/2017 11:00:14 a.m\24/04/2017 11:15:23 a.m.



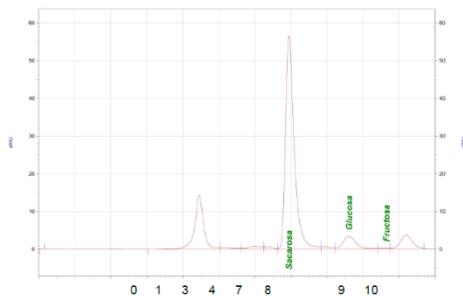
RID-10A
Results

Nombre	TR	Área	Concentración	Unidades
Sacarosa	8.557	752387	45.8822257	%
Glucosa	10.413	91103	6.3150351	%
Fructosa	130678	3493	1.31258	%
Totals		1085357	60.4662383	

ANEXO A 13: CROMATOGRAMA MUESTRA 8

LABORATORIO DE FÁBRICA
ZAFRA 16/17
REPORTE CROMATOGRAMA

C:\E2Start\Projects\Default\Method\M21415.met
C:\E2Start\Projects\Default\Sequence\CalibZ1415.seq
C:\E2Start\Projects\Default\Data\ZAFRA 16-17\ANÁLISIS LABRIL\191\001NUT 1.5 P5 260317.d\00\04\2017 11:05:04 a.m.20\04\2017 11:16:14 a.m.



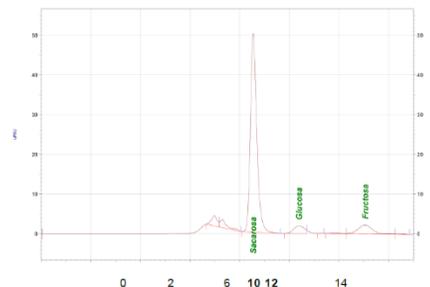
RID-10A
Results

Nombre	TR	Área	Concentración	Unidades
Sacarosa	6.943	955190	58.5769034	%
Glucosa	8.613	86309	3.9688924	%
Fructosa	9.653	4965	0.5388734	%
Totals		1437949	63.0846692	

ANEXO A 14: CROMATOGRAMA MUESTRA 9

LABORATORIO DE FÁBRICA
ZAFRA 16/17
REPORTE CROMATOGRAMA

C:\E2Start\Projects\Default\Method\M21415.met
C:\E2Start\Projects\Default\Sequence\CalibZ1415.seq
C:\E2Start\Projects\Default\Data\ZAFRA 16-17\CAIBRACION\labr\124\NUT 1.5 P280317001.d\02\04\2017 10:43:53 a.m.29\04\2017 10:59:00 a.m.



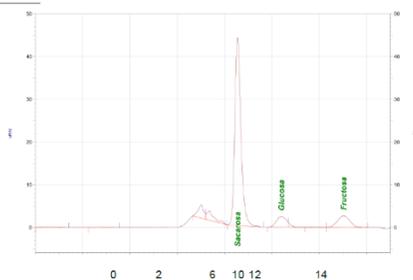
RID-10A
Results

Nombre	TR	Área	Concentración	Unidades
Sacarosa	8.547	897680	55.0598493	%
Glucosa	10.393	53995	3.7674403	%
Fructosa	13.060	89856	5.2481060	%
Totals		1130665	64.0753956	

ANEXO A 15: CROMATOGRAMA MUESTRA 10

LABORATORIO DE FÁBRICA
ZAFRA 16/17
REPORTE CROMATOGRAMA

C:\E2Start\Projects\Default\Method\M21415.met
C:\E2Start\Projects\Default\Sequence\CalibZ1415.seq
C:\E2Start\Projects\Default\Data\ZAFRA 16-17\CAIBRACION\labr\124\NUT 2.0 P300317001.d\06\05\2017 10:38:19 a.m.04\05\2017 10:53:26 a.m.



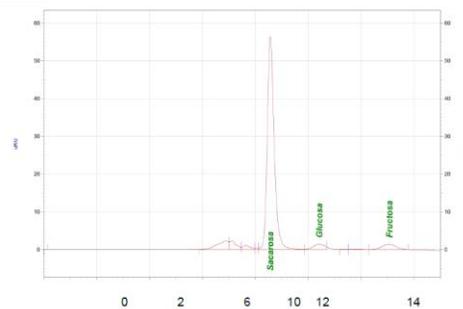
RID-10A
Results

Nombre	TR	Área	Concentración	Unidades
Sacarosa	8.543	789202	50.1640819	%
Glucosa	10.397	72191	5.2359155	%
Fructosa	13.027	102050	6.7442302	%
Totals		1076501	62.1442276	

ANEXO A 16: CROMATOGRAMA MUESTRA 11

LABORATORIO DE FÁBRICA
ZAFRA 16/17
REPORTE CROMATOGRAMA

C:\E2Start\Projects\Default\Method\M21415.met
C:\E2Start\Projects\Default\Sequence\CalibZ1415.seq
C:\E2Start\Projects\Default\Data\ZAFRA 16-17\CAIBRACION\labr\124\NUT 0.8 P010417001.d\04\05\2017 10:21:54 a.m.04\05\2017 10:36:58 a.m.



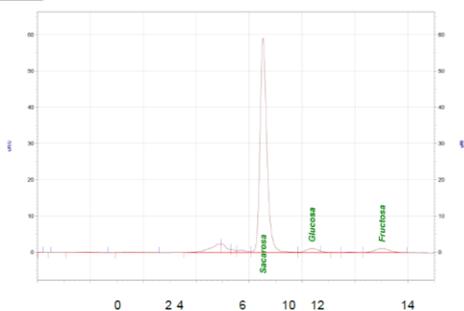
RID-10A
Results

Nombre	TR	Área	Concentración	Unidades
Sacarosa	8.567	1025896	65.3816464	%
Glucosa	10.420	41409	3.0440702	%
Fructosa	51350		3.4576311	%
Totals		1257274	71.8833477	

ANEXO A 17: CROMATOGRAMA MUESTRA 12

LABORATORIO DE FÁBRICA
ZAFRA 16/17
REPORTE CROMATOGRAMA

C:\E23start\Projects\Default\Method\UM1415.met
C:\E23start\Projects\Default\Sequence\Calib21415.seq
C:\E23start\Projects\Default\Data\ZAFRA 16-17\CALIBRACION\abrill\25\Nutch 0.5 p030417.dat\26/05/2017 03:36:41 p.m\26/05/2017 03:51:51 p.m.



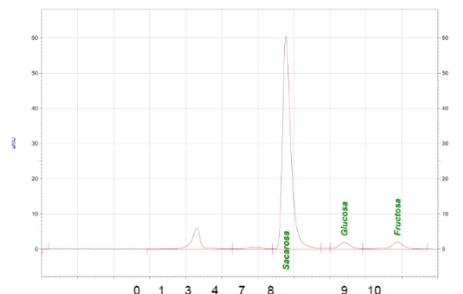
RID-10A
Results

Nombre	TR	Área	Concentración	Unidades
Sacarosa	8.523	1065395	64.5204905	%
Glucosa	10.373	32444	2.0712654	%
Fructosa	13.023	41482	2.2574912	%
Totals		1271247	68.8492471	

ANEXO A 18: CROMATOGRAMA MUESTRA 13IZ 1B

LABORATORIO DE FÁBRICA
ZAFRA 16/17
REPORTE CROMATOGRAMA

C:\E23start\Projects\Default\Method\UM1415.met
C:\E23start\Projects\Default\Sequence\Calib21415.seq
C:\E23start\Projects\Default\Data\ZAFRA 16-17\ANALISIS\ABRIL\11\NUT 0.5 P5001.dat\2/04/2017 12:20:09 p.m\12/04/2017 12:31:13 p.m.



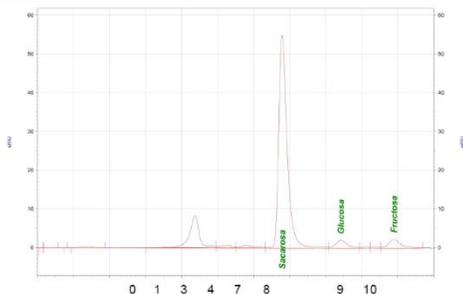
RID-10A
Results

Nombre	TR	Área	Concentración	Unidades
Sacarosa	6.777	990942	63.8909964	%
Glucosa	8.400	48490	2.4504532	%
Fructosa	9.873	60766	2.3644241	%
Totals		1246494	68.7058738	

ANEXO A 19: CROMATOGRAMA MUESTRA 13IZ 2B

LABORATORIO DE FÁBRICA
ZAFRA 16/17
REPORTE CROMATOGRAMA

C:\E23start\Projects\Default\Method\UM1415.met
C:\E23start\Projects\Default\Sequence\Calib21415.seq
C:\E23start\Projects\Default\Data\ZAFRA 16-17\ANALISIS\ABRIL\10\NUT 1.0 P5.dat\10/04/2017 01:00:00 p.m\10/04/2017 01:11:03 p.m.



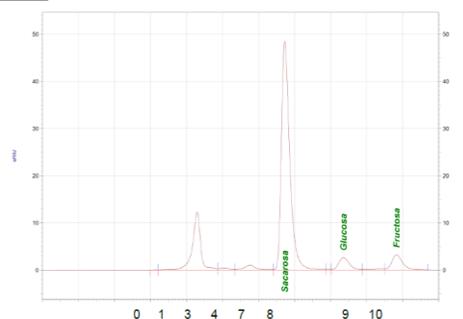
RID-10A
Results

Nombre	TR	Área	Concentración	Unidades
Sacarosa	6.790	898445	60.8615892	%
Glucosa	8.420	48129	2.7017767	%
Fructosa	9.893	62115	2.8668739	%
Totals		1215051	66.4302398	

ANEXO A 20: CROMATOGRAMA MUESTRA 13IZ 3B

LABORATORIO DE FÁBRICA
ZAFRA 16/17
REPORTE CROMATOGRAMA

C:\E23start\Projects\Default\Method\UM1415.met
C:\E23start\Projects\Default\Sequence\Calib21415.seq
C:\E23start\Projects\Default\Data\ZAFRA 16-17\ANALISIS\ABRIL\10\NUT 1.5 P5.dat\10/04/2017 12:48:01 p.m\10/04/2017 12:59:04 p.m.



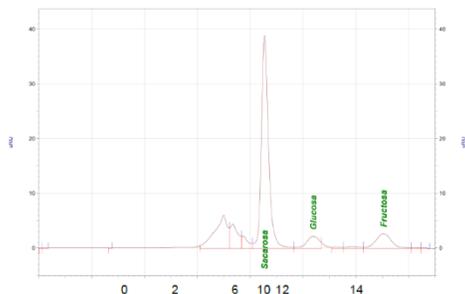
RID-10A
Results

Nombre	TR	Área	Concentración	Unidades
Sacarosa	6.727	784842	54.3301635	%
Glucosa	8.353	55059	3.4725954	%
Fructosa	9.830	68727	3.9445862	%
Totals		1146598	61.7473451	

ANEXO A 21: CROMATOGRAMA MUESTRA 13IZ 4B

LABORATORIO DE FABRICA
ZAFRA 16/17
REPORTE CROMATOGRAMA

C:\E2Start\Projects\Default\Method\M01415.met
C:\E2Start\Projects\Default\Sequence\CalibZ1415.seq
C:\E2Start\Projects\Default\Data\ZAFRA 16-17\CALIBRACION\labril\25\Nutch I2 3.0.d\026/05/2017 03:01:41 p.m.26/05/2017 03:16:45 p.m.



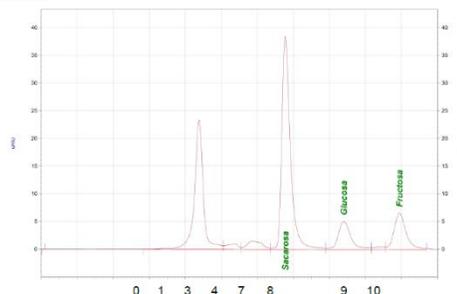
RID-10A
Results

Nombre	TR	Área	Concentración	Unidades
Sacarosa	8.540	740115	46.0294058	%
Glucosa	10.387	76198	4.7084615	%
Fructosa	13.047	117243	6.3960771	%
Totals		1305310	57.1339443	

ANEXO A 22: CROMATOGRAMA MUESTRA 13IZ 5B

LABORATORIO DE FÁBRICA
ZAFRA 16/17
REPORTE CROMATOGRAMA

C:\E2Start\Projects\Default\Method\M01415.met
C:\E2Start\Projects\Default\Sequence\CalibZ1415.seq
C:\E2Start\Projects\Default\Data\ZAFRA 16-17\ANALISIS\ABRIL\17\NUT 3.0 P9001.d\07/04/2017 02:39:13 p.m.17/04/2017 02:50:14 p.m.



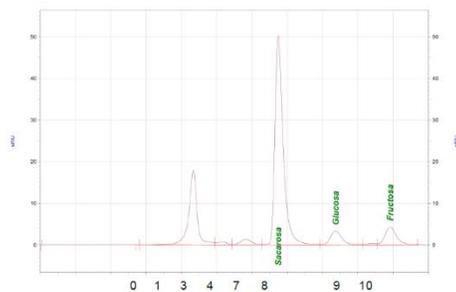
RID-10A
Results

Nombre	TR	Área	Concentración	Unidades
Sacarosa	6.773	641641	42.5717728	%
Glucosa	8.400	127016	6.0515116	%
Fructosa	9.943	157144	7.0847843	%
Totals		1400819	55.7080687	

ANEXO A 23: CROMATOGRAMA MUESTRA 13IZ 6B

LABORATORIO DE FÁBRICA
ZAFRA 16/17
REPORTE CROMATOGRAMA

C:\E2Start\Projects\Default\Method\M01415.met
C:\E2Start\Projects\Default\Sequence\CalibZ1415.seq
C:\E2Start\Projects\Default\Data\ZAFRA 16-17\ANALISIS\ABRIL\25\NUT 2.0 P9001.d\07/04/2017 02:07:45 p.m.17/04/2017 02:18:51 p.m.



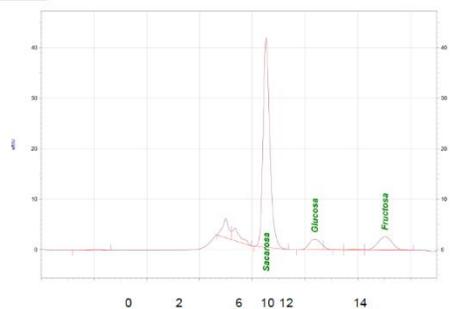
RID-10A
Results

Nombre	TR	Área	Concentración	Unidades
Sacarosa	6.743	833579	55.7112559	%
Glucosa	8.370	88715	4.3057297	%
Fructosa	9.917	109480	4.8927314	%
Totals		1393922	64.9097170	

ANEXO A 24: CROMATOGRAMA MUESTRA 14

LABORATORIO DE FABRICA
ZAFRA 16/17
REPORTE CROMATOGRAMA

C:\E2Start\Projects\Default\Method\M01415.met
C:\E2Start\Projects\Default\Sequence\CalibZ1415.seq
C:\E2Start\Projects\Default\Data\ZAFRA 16-17\CALIBRACION\labril\25\Nutch 3.0 p070417.d\026/05/2017 03:19:05 p.m.26/05/2017 03:34:14 p.m.



RID-10A
Results

Nombre	TR	Área	Concentración	Unidades
Sacarosa	8.523	741533	45.9910736	%
Glucosa	10.367	62442	4.0581243	%
Fructosa	13.027	99949	5.7321567	%
Totals		1031185	55.7813546	

ANEXO B

Certificados de la determinación por espectroscopia de absorción atómica de potasio, sodio, magnesio y calcio.



UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR
FACULTAD DE CIENCIAS AGRONOMICAS
DEPARTAMENTO DE QUIMICA AGRICOLA

RESULTADO DE ANÁLISIS

Fecha: Ciudad Universitaria, 14 de agosto de 2017
Fecha de ingreso: 06 /06 / 2017
Tipo de Muestra: Melaza
No. de muestra: 198-212
Análisis solicitado: Potasio, Sodio, Calcio, Magnesio

Identificacion muestra tratamiento	ppm			
	K	Na	Ca	Mg
Melaza (2 ch)	43116.12	360.12	2449.78	1554.99
3	35207.47	545.46	2694.45	936.59
4	36745.16	541.96	4747.44	1362.42
5	36730.95	407.71	4591.37	1346.46
6	37590.62	459.06	4968.20	1446.54
7	36818.73	273.35	5125.58	1255.85
8	33585.37	339.37	4395.99	1226.83
9	34452.30	386.73	5889.28	1438.26
10	35400.66	479.33	6403.22	1384.56
11	36956.52	405.22	6086.96	1313.04
12	33037.39	462.69	5122.08	1281.54
13	36378.21	676.28	6410.26	1232.13



UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR
FACULTAD DE CIENCIAS AGRONOMICAS
DEPARTAMENTO DE QUIMICA AGRICOLA

210	14	33300.92	670.88	6481.93	1251.26
211	15	34303.01	763.41	5885.32	1290.48
212	16	32326.01	908.42	4578.75	1370.56

Analista: Lic. Mario Antonio Hernández Melgar

Atentamente,

"HACIA LA LIBERTAD POR LA CULTURA"

Ing. Agr. Oscar Mauricio Carrillo Turcios
Jefe del Departamento de Química Agrícola



Anexo C

Ejemplo de Cálculo para la estimación
de diámetro final del cristal

La estimación del diámetro final del cristal se realiza a través de la ecuación 12 (sección 3.4.5), despejando esta ecuación para obtener el diámetro final se obtiene:

$$D_2 = \frac{D_1 \times R_2}{R_1}$$

Donde: D_{i_1} : Diámetro promedio inicial de los cristales en la mezcla (760 μm)

D_{i_2} : Diámetro promedio final de los cristales

R_1 : Cantidad de azúcar refino inicial

R_2 : Cantidad de azúcar refino final

Para esta estimación se utilizan los resultados obtenidos del balance de materia que son presentados en la tabla 4.3 y 4.4, donde para el punto “1a” de la muestra 1CH (1a) se tiene una cantidad de azúcar refino inicial de 900 g y un refino final de 795.38 g, además el diámetro promedio de los cristales de azúcar refino utilizada es de 760 μm , sustituyendo estos datos en la ecuación 12 (sección 3.4.5) despejada para el diámetro final se obtiene:

$$D_2 = \frac{760 \times 795.38}{900} = 333.23 \mu\text{m de diametro}$$

Para la estimación a partir de los datos experimentales se realiza a partir de los datos presentados en la tabla 4.1, 4.5 y 4.6; se tiene que para el punto “1a” de la muestra 1CH (1a) el porcentaje de sacarosa es 75.75 y para la muestra 1CH un contenido de sacarosa de 41.57, además la masa utilizada (inicial) para las pruebas de melaza, agua y refino presentadas en las tablas 4.3 y 4.4 para el punto “1a” es 120, 170 y 900 gramos respectivamente y conociendo que la humedad promedio del refino es de 0.03%, se determina de la cantidad de azúcar refino a través de balance de materia, utilizando las ecuaciones 8 y 9 (sección 3.4.1) y despejando los datos se tiene:

$$Mf + A + R1 = Lm + R2$$

$$120 + 170 + 900 = Lm + R2$$

$$Mf \cdot XMf + R1 \cdot (100 - HR1) = Lm \cdot Xlm + R2$$

$$120 \cdot 41.57 + 900 \cdot (100 - 0.03) = Lm \cdot 75.75 + R2$$

Y Despejando el sistema de dos ecuaciones con dos incógnitas, se obtienen una cantidad de licor madre de 991.28 g y de azúcar refino final de 198.72. Sustituyendo estos datos en la ecuación 12 (sección 3.4.5) despejada para el diámetro final se obtiene:

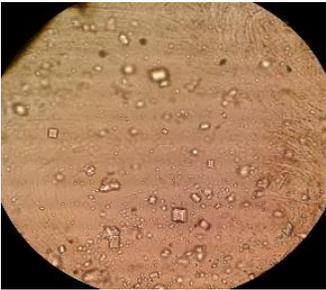
$$D_2 = \frac{760 \times 198.72}{900} = 167.81 \mu m \text{ de diametro}$$

Anexo D

Inspección de control realizado por
microscopio



Melaza



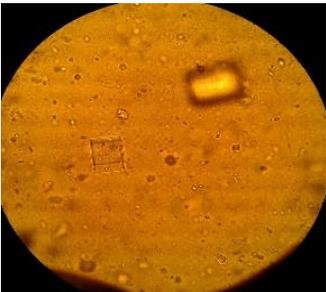
Prueba 1CH 1a



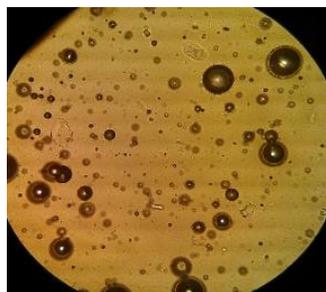
Prueba 1CH 2a



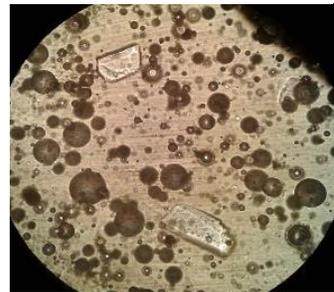
Prueba 1CH 3a



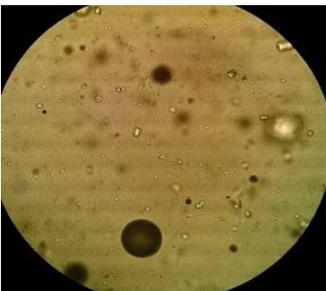
Prueba 1CH 4a



Prueba 1CH 5a



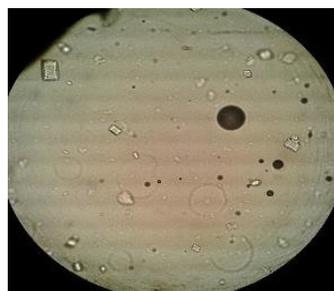
Prueba 1CH 6a



Prueba 2



Prueba 3



Prueba 4



Melaza



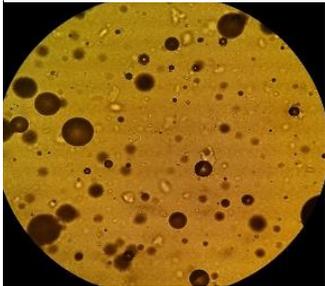
Prueba 5



Prueba 6



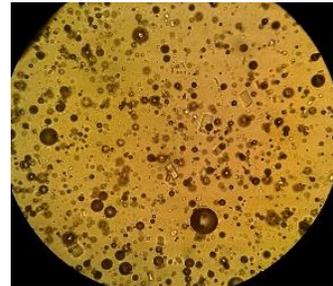
Prueba 7



Prueba 8



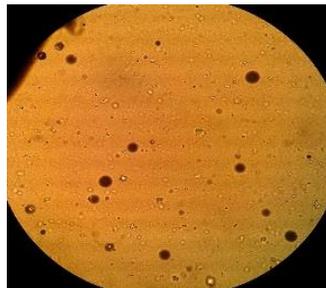
Prueba 9



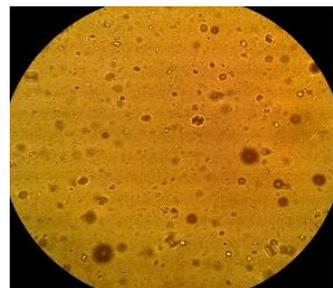
Prueba 10



Prueba 11



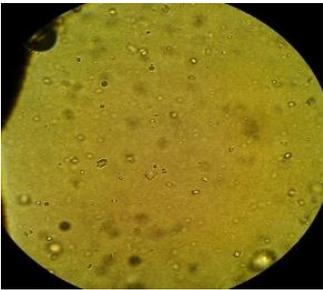
Prueba 12



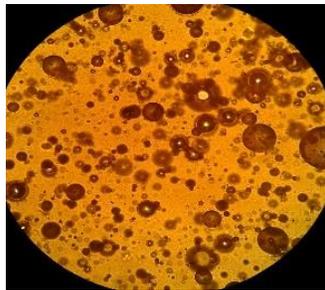
Prueba 13IZ 1b



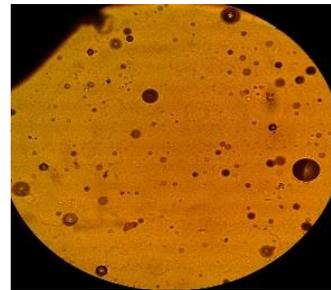
Melaza



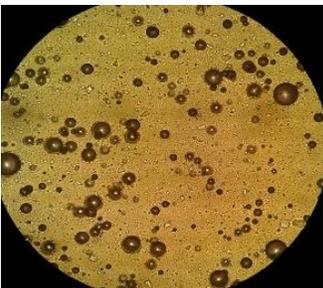
Prueba 13IZ 2b



Prueba 13IZ 3b



Prueba 13IZ 4b



Prueba 13IZ 5b



Prueba 13IZ 6b



Prueba 14

Anexo E

Ejemplo de cálculo de relación
componente (K, Na, Ca, Mg) entre
agua

Para el cálculo de las cantidades de los metales en la prueba se asume que el contenido final de potasio, sodio, calcio y magnesio en las pruebas es atribuido solamente al que está contenido en la melaza y se calcula por medio de la siguiente ecuación:

$$Comp = \frac{Mf \cdot \%Comp}{100}$$

Donde: Mf es la cantidad de melaza en gramos

$\%Comp$ es el porcentaje del componente a calcular (Potasio, sodio, calcio y magnesio)

$Comp$ es la cantidad del componente calculado en gramos

Para el cálculo de potasio para el punto “1a” se debe de transformar la concentración en partes por millón (mg/L) a %p/p a través de la densidad de la sustancia, y tienen que por lo presentado en la tabla 10 y 11 la concentración de potasio para la muestra 1CH es de 43,116.13 ppm y el °brix es 87.02, podemos partir de los datos proporcionados en la tablas de la marcha de especificación y estándares SPS-4: Densitometría y Tablas (ANEXO E 1: Tabla de Valores de Densidad para Soluciones Azucaradas) (International Commission for Uniform Methods of Sugar Analysis, 1998) se tiene una densidad de 1459.67 Kg/m³ para un °brix de 87.02.

Transformando la concentración ppm a %p/p a través de la siguiente ecuación:

$$\%comp = \left(\left(\left(\frac{ppm \cdot 1000}{\rho} \right) / 1000 \right) / 1000 \right) \cdot 100$$

Donde: ppm es las partes por millón en la muestra (Potasio, sodio, calcio y magnesio)

ρ es la densidad de la muestra

$\%Comp$ es el porcentaje del componente a calcular (Potasio, sodio, calcio y magnesio)

A partir de los datos anteriores obtenemos la siguiente concentración %p/p de potasio para la muestra:

$$\%comp = \left(\left(\left(\frac{43116.13 \cdot 1000}{1459.67} \right) / 1000 \right) / 1000 \right) \cdot 100 = 2.954 \%p/p$$

w %	ρ kg/m³	m _w /V kg/m³	c g/cm³	w %	ρ kg/m³	m _w /V kg/m³	c g/cm³	w %	ρ kg/m³	m _w /V kg/m³	c g/cm³
75,0	1379,37	1378,37	1,03452	80,0	1412,20	1411,21	1,12976	85,0	1445,94	1444,95	1,22905
75,1	1380,01	1379,02	1,03639	80,1	1412,86	1411,88	1,13170	85,1	1446,62	1445,64	1,23107
75,2	1380,66	1379,67	1,03826	80,2	1413,53	1412,54	1,13365	85,2	1447,30	1446,32	1,23310
75,3	1381,31	1380,32	1,04013	80,3	1414,20	1413,21	1,13560	85,3	1447,99	1447,00	1,23513
75,4	1381,96	1380,97	1,04200	80,4	1414,86	1413,88	1,13755	85,4	1448,67	1447,69	1,23717
75,5	1382,61	1381,61	1,04387	80,5	1415,53	1414,54	1,13950	85,5	1449,36	1448,37	1,23920
75,6	1383,26	1382,26	1,04574	80,6	1416,20	1415,21	1,14146	85,6	1450,04	1449,06	1,24124
75,7	1383,91	1382,91	1,04762	80,7	1416,87	1415,88	1,14341	85,7	1450,73	1449,75	1,24327
75,8	1384,56	1383,56	1,04949	80,8	1417,54	1416,55	1,14537	85,8	1451,41	1450,43	1,24531
75,9	1385,21	1384,21	1,05137	80,9	1418,21	1417,22	1,14733	85,9	1452,10	1451,12	1,24735
76,0	1385,86	1384,87	1,05325	81,0	1418,87	1417,89	1,14929	86,0	1452,79	1451,80	1,24940
76,1	1386,51	1385,52	1,05513	81,1	1419,54	1418,56	1,15125	86,1	1453,47	1452,49	1,25144
76,2	1387,16	1386,17	1,05702	81,2	1420,21	1419,23	1,15321	86,2	1454,16	1453,18	1,25349
76,3	1387,81	1386,82	1,05890	81,3	1420,88	1419,90	1,15518	86,3	1454,85	1453,87	1,25553
76,4	1388,47	1387,47	1,06079	81,4	1421,56	1420,57	1,15715	86,4	1455,54	1454,56	1,25758
76,5	1389,12	1388,13	1,06268	81,5	1422,23	1421,24	1,15911	86,5	1456,23	1455,24	1,25963
76,6	1389,77	1388,78	1,06456	81,6	1422,90	1421,91	1,16108	86,6	1456,91	1455,93	1,26169
76,7	1390,42	1389,43	1,06646	81,7	1423,57	1422,58	1,16306	86,7	1457,60	1456,62	1,26374
76,8	1391,08	1390,09	1,06835	81,8	1424,24	1423,26	1,16503	86,8	1458,29	1457,31	1,26580
76,9	1391,73	1390,74	1,07024	81,9	1424,91	1423,93	1,16700	86,9	1458,98	1458,00	1,26786
77,0	1392,39	1391,40	1,07214	82,0	1425,59	1424,60	1,16898	87,0	1459,67	1458,69	1,26991
77,1	1393,04	1392,05	1,07404	82,1	1426,26	1425,27	1,17096	87,1	1460,36	1459,38	1,27198
77,2	1393,70	1392,71	1,07593	82,2	1426,93	1425,95	1,17294	87,2	1461,05	1460,07	1,27404
77,3	1394,35	1393,36	1,07784	82,3	1427,61	1426,62	1,17492	87,3	1461,74	1460,76	1,27610
77,4	1395,01	1394,02	1,07974	82,4	1428,28	1427,30	1,17690	87,4	1462,44	1461,45	1,27817
77,5	1395,67	1394,68	1,08164	82,5	1428,96	1427,97	1,17889	87,5	1463,13	1462,15	1,28024
77,6	1396,32	1395,33	1,08355	82,6	1429,63	1428,65	1,18088	87,6	1463,82	1462,84	1,28231
77,7	1396,98	1395,99	1,08545	82,7	1430,31	1429,32	1,18286	87,7	1464,51	1463,53	1,28438
77,8	1397,64	1396,65	1,08736	82,8	1430,98	1430,00	1,18485	87,8	1465,20	1464,22	1,28645
77,9	1398,30	1397,31	1,08927	82,9	1431,66	1430,67	1,18685	87,9	1465,90	1464,92	1,28852
78,0	1398,95	1397,96	1,09118	83,0	1432,34	1431,35	1,18884	88,0	1466,59	1465,61	1,29060
78,1	1399,61	1398,62	1,09310	83,1	1433,01	1432,03	1,19083	88,1	1467,28	1466,30	1,29268
78,2	1400,27	1399,28	1,09501	83,2	1433,69	1432,70	1,19283	88,2	1467,98	1467,00	1,29476
78,3	1400,93	1399,94	1,09693	83,3	1434,37	1433,38	1,19483	88,3	1468,67	1467,69	1,29684
78,4	1401,59	1400,60	1,09885	83,4	1435,04	1434,06	1,19683	88,4	1469,37	1468,39	1,29892
78,5	1402,25	1401,26	1,10077	83,5	1435,72	1434,74	1,19883	88,5	1470,06	1469,08	1,30100
78,6	1402,91	1401,92	1,10269	83,6	1436,40	1435,42	1,20083	88,6	1470,76	1469,78	1,30309
78,7	1403,57	1402,58	1,10461	83,7	1437,08	1436,09	1,20284	88,7	1471,45	1470,47	1,30518
78,8	1404,23	1403,24	1,10654	83,8	1437,76	1436,77	1,20484	88,8	1472,15	1471,17	1,30727
78,9	1404,90	1403,91	1,10846	83,9	1438,44	1437,45	1,20685	88,9	1472,84	1471,86	1,30936
79,0	1405,56	1404,57	1,11039	84,0	1439,12	1438,13	1,20886	89,0	1473,54	1472,56	1,31145
79,1	1406,22	1405,23	1,11232	84,1	1439,80	1438,81	1,21087	89,1	1474,24	1473,26	1,31354
79,2	1406,88	1405,89	1,11425	84,2	1440,48	1439,49	1,21288	89,2	1474,93	1473,95	1,31564
79,3	1407,55	1406,56	1,11618	84,3	1441,16	1440,18	1,21490	89,3	1475,63	1474,65	1,31774
79,4	1408,21	1407,22	1,11812	84,4	1441,84	1440,86	1,21691	89,4	1476,33	1475,35	1,31984
79,5	1408,87	1407,88	1,12005	84,5	1442,52	1441,54	1,21893	89,5	1477,03	1476,05	1,32194
79,6	1409,54	1408,55	1,12199	84,6	1443,20	1442,22	1,22095	89,6	1477,73	1476,75	1,32404
79,7	1410,20	1409,21	1,12393	84,7	1443,89	1442,90	1,22297	89,7	1478,42	1477,45	1,32615
79,8	1410,87	1409,88	1,12587	84,8	1444,57	1443,59	1,22499	89,8	1479,12	1478,14	1,32825
79,9	1411,53	1410,54	1,12781	84,9	1445,25	1444,27	1,22702	89,9	1479,82	1478,84	1,33036

ANEXO E 1: Tabla de Valores de Densidad para Soluciones Azucaradas

Teniendo 2.954 % de potasio en la muestra 1CH y por los resultados del balance de materia presentados en la tabla 12 y 13, sabemos que para el punto “1a” la cantidad utilizada de melaza y agua es de 120 y 170 gramos respectivamente.

Sustituyendo estos datos en la ecuación anterior se tiene:

$$Comp = \frac{Mf * \%Comp}{100} = \frac{120 \times 2.954}{100} = 3.545 \text{ g de potasio}$$

Para el cálculo de agua contenido en la prueba se toma el agua contenida en la melaza y el agua agregada a la prueba, para calcular el agua total se ocupa la siguiente ecuación:

$$A_t = (100 - \text{°brix}) * Mf + A$$

Donde: A_t es la cantidad total de agua en gramos

°brix es el porcentaje de solidos disuelto determinado por refractometría

Mf es la cantidad de melaza en gramos

A es la cantidad de agua en gramos

Sustituyendo los datos en la ecuación, tenemos como agua total:

$$A_t = (100 - \text{°brix}) * Mf + A = (100 - 87.02) * 120 + 170 = 185.58 \text{ g de agua}$$

A partir de los datos calculados de la cantidad de componente y el agua total en la prueba, se puede obtener la relación componente entre agua, de la forma siguiente:

$$\frac{Comp}{W} = \frac{3.545}{185.58} = 0.0191 \text{ en g/g}$$

Anexo F

Estadísticos de Variación

Aquí se comparan los resultados obtenidos en las pruebas utilizando distintas muestras con respecto a los resultados obtenida de coeficiente de solubilidad en función de cada impureza;

Tabla AG.1. Comparativo de resultado de CS con distintas muestras en función de potasio.

Muestra	Comp/W medido	SC medido	SC Esperado 1CH	% Variación 1CH	SC Esperado IZ 13	% Variación IZ13
2	0.0522	0.99	1.04	4.76	0.97	1.78
3	0.0556	1.03	1.04	1.25	0.97	5.70
4	0.2290	0.86	1.44	40.45	1.40	38.68
5	0.2300	0.96	1.45	33.70	1.41	31.77
6	0.0730	1.02	1.06	4.13	0.99	3.26
7	0.1651	1.07	1.25	14.15	1.17	8.43
8	0.0961	0.98	1.10	10.76	1.02	3.51
9	0.1201	1.16	1.14	1.58	1.06	9.75
10	0.1242	1.16	1.15	0.84	1.07	8.89
11	0.0371	1.09	1.03	6.28	0.97	12.65
12	0.0401	1.01	1.03	1.76	0.97	4.32
14	0.0539	1.12	1.04	7.56	0.97	15.04
Promedio Variación				11.79		12.44
Promedio Variación Sin Atípicos				5.47		6.75

Tabla AG.2. Comparativo de resultado de CS con distintas muestras en función de Sodio.

Muestra	Comp/W medido	SC medido	SC Esperado 1CH	% Variación 1CH	SC Esperado IZ 13	% Variación IZ13
2	0.0008	0.99	1.10	9.96	0.97	2.33
3	0.0008	1.03	1.10	6.50	0.97	6.46
4	0.0025	0.86	1.75	50.93	1.05	17.76
5	0.0028	0.96	1.91	49.69	1.07	10.24
6	0.0005	1.02	1.05	3.19	0.97	5.46
7	0.0017	1.07	1.35	20.53	0.99	8.11
8	0.0011	0.98	1.16	15.56	0.97	0.93
9	0.0016	1.16	1.33	12.82	0.99	17.43
10	0.0014	1.16	1.24	6.53	0.98	18.61
11	0.0005	1.09	1.05	3.77	0.97	12.68
12	0.0007	1.01	1.09	7.10	0.97	4.44
14	0.0015	1.12	1.29	13.28	0.98	13.89
Promedio Variación				17.95		10.00
Promedio Variación Sin Atípicos				9.86		9.00

Tabla AG.3. Comparativo de resultado de CS con distintas muestras en función de Calcio.

Muestra	Comp/W medido	SC medido	SC Esperado 1CH	% Variación 1CH	SC Esperado IZ 13	% Variación IZ13
2	0.0040	0.99	1.06	6.64	0.97	2.35
3	0.0072	1.03	1.15	10.81	0.97	6.34
4	0.0286	0.86	2.96	70.96	1.17	26.72
5	0.0304	0.96	3.20	70.03	1.21	20.39
6	0.0102	1.02	1.28	20.58	0.98	4.43
7	0.0216	1.07	2.15	50.15	1.07	0.09
8	0.0164	0.98	1.68	41.79	1.02	3.46
9	0.0217	1.16	2.16	46.22	1.07	8.38
10	0.0205	1.16	2.03	42.95	1.06	9.92
11	0.0058	1.09	1.11	1.53	0.97	12.71
12	0.0071	1.01	1.15	12.22	0.97	4.29
14	0.0076	1.12	1.17	4.45	0.97	15.53
Promedio Variación				36.16		9.48
Promedio Variación Sin Atípicos				27.58		5.96

Tabla AG.4. Comparativo de resultado de CS con distintas muestras en función de Magnesio.

Muestra	Comp/W medido	SC medido	SC Esperado 1CH	% Variación 1CH	SC Esperado IZ 13	% Variación IZ13
2	0.0014	0.99	1.03	3.58	0.97	2.32
3	0.0021	1.03	1.04	1.41	0.97	5.75
4	0.0084	0.86	1.46	41.00	1.38	37.56
5	0.0089	0.96	1.50	36.20	1.43	32.89
6	0.0025	1.02	1.06	3.66	0.98	3.89
7	0.0060	1.07	1.25	14.54	1.15	7.32
8	0.0040	0.98	1.12	12.88	1.03	5.06
9	0.0047	1.16	1.16	0.25	1.07	8.76
10	0.0044	1.16	1.15	1.17	1.05	10.31
11	0.0014	1.09	1.03	6.04	0.97	12.63
12	0.0014	1.01	1.03	1.57	0.97	4.40
14	0.0023	1.12	1.05	6.48	0.98	14.55
Promedio Variación				12.07		12.65
Promedio Variación Sin Atípicos				5.44		7.00

Método Thompson-Tau Modificado para datos atípicos.

Este método consiste en determinar de manera estadística una zona de rechazo de un valor sospechoso dentro de un conjunto de datos experimentales y así poder valorar si este dato es atípico o no.

Calculo de Región de rechazo.

$$\tau = \frac{t_{\frac{\alpha}{2}}(n-1)}{\sqrt{n} \sqrt{n-2 + (t_{\frac{\alpha}{2}})^2}}$$

Dónde: n es el número de datos y t es el valor crítico de Student con $\alpha=0.05$

El criterio a utilizar es:

- Si $\sigma_i > \sigma\tau$, se rechaza x_i como valor atípico y se elimina del conjunto de datos.
- Si $\sigma_i \leq \sigma\tau$, se acepta x_i y permanece en el conjunto de datos.

Se presenta la siguiente tabla, donde se resumen los resultados de los cálculos y se señala el valor atípico a eliminar.

Muestra 13 IZ	AR/C	$\sigma = x_i - \bar{X}$
1b	1.37	0.18
2b	1.43	0.24
3b	1.07	0.12
4b	1.27	0.08
5b	0.84	0.35
6b	1.16	0.03
Promedio(\bar{X})	1.19	
Desviación(s)	0.198	
τ	1.2626	
$\sigma^* \tau$	0.25	

Se observa que el dato 5b es el único dato que presenta la condición de rechazo, por lo que se elimina del conjunto de datos.