

EVALUACIÓN TÉCNICA DE LA OPERACIÓN DE CLARIFICACIÓN DE
MELADURA EN EL PROCESO DE PRODUCCIÓN DE AZUCAR.

ESTEFANIA HERRERA OSORIO

UNIVERSIDAD DEL VALLE
FACULTAD DE INGENIERIA
ESCUELA DE INGENIERIA QUIMICA
SANTIAGO DE CALI

2013

EVALUACIÓN TÉCNICA DE LA OPERACIÓN DE CLARIFICACIÓN DE
MELADURA EN EL PROCESO DE PRODUCCIÓN DE AZUCAR

ESTEFANIA HERRERA OSORIO

Trabajo de Grado.

Director: Nicolás Javier Gil Zapata, Ph.D

Codirector: Juan Manuel Barraza Burgos, Ph.D

Asesor: Juan Gabriel Rodríguez Sarasty, Ing

UNIVERSIDAD DEL VALLE

FACULTAD DE INGENIERIA

ESCUELA DE INGENIERIA QUIMICA

SANTIAGO DE CALI

2013

"Tu tesoro está cerca, está aquí, está a tu lado; pero tú no lo ves, no puedes verlo; Será preciso que recorras un largo camino para que cuando vuelvas puedas, con tu corazón nuevo, encontrar y ver tu tesoro y disfrutar de su belleza".

Paulo Coelho- "El Alquimista"

*A mis padres,
todo es por y para ellos.*

AGRADECIMIENTOS

El autor desea agradecer a todo el personal del programa de procesos de fábrica del Centro de Investigación de la Caña de Azúcar (Cenicaña) y especialmente al Dr. Nicolás Gil y a los Ingenieros Juan Gabriel Rodríguez y Cesar David Trujillo, a la Escuela de Ingeniería Química de la Universidad del Valle, en especial al Dr. Juan Manuel Barraza quien sirvió como co-director y guía durante el desarrollo de este proyecto. Al personal de los Ingenios por su colaboración y apoyo; A mis familiares y a todas aquellas personas que hicieron posible la exitosa culminación de este trabajo y de esta etapa de formación académica, profesional y personal.

CONTENIDO

	Pág.
INTRODUCCIÓN	1
1. CLARIFICACIÓN DE MELADURA.....	2
1.1 GENERALIDADES	2
1.2 REACCIÓN Y FLOCULACIÓN PRIMARIA.....	4
1.2.1. Ácido fosfórico.	4
1.2.2. Cal.....	6
1.2.3. Formación de fosfatos de calcio.....	7
1.3 CALENTAMIENTO	8
1.4 AIREACIÓN	8
1.5 FLOCULACIÓN SECUNDARIA.....	9
1.6 CLARIFICACIÓN	10
1.7 SULFITACIÓN.	12
1.8 MÉTODOS PARA LA MEDICIÓN DE TURBIEDAD EN MELADURA	12
1.9 BENCHMARKING	13
2. METODOLOGÍA	14
2.1 BENCHMARKING: RECONOCIMIENTO DE LA OPERACIÓN.....	14
2.2 PROFUNDIZACIÓN DEL ESTUDIO TÉCNICO.....	14
2.3 EVALUACIÓN DE PARÁMETROS DE OPERACIÓN.	15
2.3.1 Caracterización de floculantes.	15
2.3.2 Evaluación de dosis y tipo de floculante: diseño experimental.	16

2.3.3	Metodología experimental: Pruebas de Floculantes a escala laboratorio.....	17
2.3.4	Metodología experimental: Pruebas de aireación a escala laboratorio.	19
3.	ANÁLISIS Y DISCUSION DE RESULTADOS.....	20
3.1	BENCHMARKING: RECONOCIMIENTO DE LA OPERACIÓN.....	20
3.1.1	Reacción y floculación primaria	20
3.1.2	Calentamiento	24
3.1.3	Aireación	27
3.1.4	Floculación secundaria	28
3.1.5	Clarificación	29
3.1.6	Mejores prácticas.....	31
3.2	PROFUNDIZACIÓN DEL ESTUDIO TÉCNICO.....	33
3.2.1	Primer ingenio piloto: ingenio 12	34
3.2.2	Segundo ingenio piloto: ingenio 1	45
3.2.3	Tercer Ingenio Piloto: Ingenio 4	53
3.3	EVALUACIÓN DE PARÁMETROS INVOLUCRADOS EN LA OPERACIÓN.	58
3.3.1	Evaluación de dosis y tipo de floculante	58
3.3.2	Evaluación relación Aire/Meladura.....	64
4.	CONCLUSIONES	66
5.	PROYECCIONES Y RECOMENDACIONES.....	68
6.	REFERENCIAS.....	69
	ANEXOS.....	71

INDICE DE FIGURAS

	Pág.
Figura 1. Esquema general del proceso de producción de azúcar de caña.	2
Figura 2. Esquema de proceso básico de la clarificación de la meladura.....	4
Figura 3. Formación de flóculos primarios y posteriormente flóculos secundarios ..	5
Figura 4. Esquema del clarificador de Tongaat Hulett.	11
Figura 5. Diagrama de procedimientos para las pruebas.	18
Figura 6. Diseño experimental para cada tipo de meladura.....	19
Figura 7. Dosificaciones de azufre y ácido fosfórico.....	21
Figura 8. pH de encalado.....	22
Figura 9. Dosificación de cal en meladura (mg/kg DS)	23
Figura 10. Porcentaje de solidos solubles (°Brix) antes y después de la clarificación de meladura.	24
Figura 11. Consumo energético específico.....	24
Figura 12. Temperatura de operación (°C)	25
Figura 13. Dosificación de floculante (mg/kgDS)	28
Figura 14. Turbiedad de la meladura cruda y clarificada medida en unidades ICUMSA a 420 nm	29
Figura 15. Turbiedad de la meladura cruda y clarificada medida en unidades NTU	29
Figura 16. Porcentaje de Remoción de la Turbiedad.....	31
Figura 17. Indicador % Remoción turbiedad*1000/(mg floc/kgDS)	31
Figura 18. Calificaciones totales para los ingenios visitados.	32
Figura 19. Porcentaje de remoción de turbiedad para 3 corridas.	34
Figura 20. Burbujas en meladura aireada a tiempo 0 segundos (izquierda) y 120 segundos después (derecha).....	36

Figura 21. Esquema de proceso Ingenio 12, con ubicación de puntos de muestreo.	37
Figura 22. Remoción de Turbiedad para los 3 días de seguimiento.	39
Figura 23. Relación entre la remoción de la turbiedad y el tiempo de residencia en el clarificador.	39
Figura 24. Pantalla del sistema de control el día 5 de Marzo.	40
Figura 25. Relación entre el flujo de meladura y el nivel del tanque pulmón.	40
Figura 26. Relación entre la dosis del floculante y la remoción de la turbiedad.	42
Figura 27. Relación entre la dosis de ácido y la caída de pH.	42
Figura 28. Seguimiento de la temperatura durante el segundo y tercer día de seguimiento.	44
Figura 30. Esquema de proceso Ingenio 1, con ubicación de puntos de muestreo.	46
Figura 30. Remoción de la turbiedad durante los 3 días de seguimiento.	47
Figura 31. pH de meladura cruda y clarificada durante los 3 días de seguimiento.	48
Figura 32. Relación entre el pH y la remoción de Turbiedad	49
Figura 33. Relación entre la temperatura y la remoción de turbiedad.	50
Figura 34. Seguimiento de la temperatura de la meladura durante el día 19 de abril.	51
Figura 35. Variables del sistema de control de temperatura durante el 17 de Abril.	51
Figura 36. Caída de brix los 3 días de seguimiento.	52
Figura 37. Esquema de proceso Ingenio 4, con ubicación de los lazos de control.	54
Figura 39. Relación entre la temperatura de calentamiento y el porcentaje de remoción de turbiedad, durante 2 meses de operación.	55
Figura 40. Relación entre la dosificación de floculante y el porcentaje de remoción de turbiedad, durante 2 meses de operación.	56

Figura 41. Porcentajes de remoción de turbiedad para 4 meses de operación.	57
Figura 42. Eficiencia de la operación para los 3 floculantes en la meladura con cosecha manual.....	61
Figura 43. Eficiencia de la operación para los 3 floculantes en la meladura con cosecha mecanizada.	62
Figura 44. Relación entre el tiempo de aireación y la cantidad de aire agregado a la meladura.	64
Figura 45. Remociones de turbiedad según la cantidad de aire agregado a la meladura.	65
Figura 46. Esquema para el cálculo del consumo energético.....	75

INDICE DE TABLAS

	Pág.
Tabla 1. Ventajas y desventajas de las tecnologías de calentamiento.	26
Tabla 2. Calificaciones de cada indicador para los ingenios visitados.....	32
Tabla 3. Promedios de las variables para los 3 meses de seguimiento.....	35
Tabla 4. Promedios de las variables para los 3 días de seguimiento.	38
Tabla 5. Promedios de las variables durante los 3 días de seguimiento.	47
Tabla 6. Promedios de variables de proceso durante 4 meses de operación.....	56
Tabla 7. Caracterización de los floculantes.	58
Tabla 8. Características de la meladura cruda.....	59
Tabla 9. Análisis de los efectos "Tipo de Meladura" y "pH" sobre la remoción de Turbiedad.....	59
Tabla 10. Test de efectos fijos para "floculante", "dosis" y el efecto combinado "meladura*floculante*dosis".	60

RESUMEN

Dentro del proceso de producción de azúcar, se realizan varios procedimientos de purificación entre los que se encuentran filtración, clarificación de jugo por sedimentación y de clarificación de meladura por flotación. En el caso de la meladura, al tratarse de un material con mayor viscosidad y densidad, la remoción de las impurezas se realiza mediante un proceso denominado fosfo-flotación. En donde por medio de la adición de ácido fosfórico, cal, floculante, aire y calor se forman flóculos de baja densidad que flotan a través de la meladura.

Este trabajo se dividió en tres partes fundamentales. La primera de ellas fue el reconocimiento del estado actual de las estaciones de clarificación de meladura, en donde se identificaron y organizaron los parámetros de operación y control más importantes en una matriz comparativa, la cual se completó realizando visitas a los 12 ingenios que realizan esta operación. La segunda fase consistió en una profundización hecha en 3 ingenios piloto con el fin de conocer a fondo el proceso, evaluar algunos de los parámetros identificados y proponer recomendaciones a los ingenios. Finalmente en la tercera fase del proyecto se realizaron pruebas de flotación a escala laboratorio, donde se evaluaron 3 productos floculantes a 3 dosificaciones, para meladuras proveniente de 2 ingenios con diferentes características. También se realizaron pruebas en donde se varió la cantidad de aire agregada evaluando la incidencia de la relación aire/meladura sobre la remoción de turbiedad.

A lo largo del proyecto se comprobó que parámetros de operación como la relación aire/meladura, la temperatura de calentamiento, la dosis y tipo de floculante tienen una fuerte incidencia en la calidad de la meladura clarificada, lo que a su vez puede afectar más adelante la calidad del azúcar producida.

OBJETIVOS

GENERAL

Evaluar técnicamente los factores operacionales y de diseño que afectan la eficiencia de la clarificación de meladura en el proceso de producción de azúcar en los 12 ingenios colombianos que cuentan con esta operación.

ESPECÍFICOS

- Elaborar una línea base del estado actual de la operación en los ingenios colombianos que aplican la operación de clarificación de meladura.
- Proponer ajustes al proceso y mejores prácticas operativas para 3 ingenios piloto seleccionados de acuerdo a diferencias tecnológicas, condiciones de operación y de la caña.
- Evaluar parámetros de la operación como dosis de floculante y relación aire/meladura en relación con la eficiencia de la clarificación en uno de los ingenios piloto.

INTRODUCCIÓN

En una industria tan competitiva y con tan altos estándares de calidad como la azucarera, se hace indispensable desarrollar las mejores técnicas de purificación. Una de estas técnicas es la clarificación de meladura por flotación, en donde los sólidos suspendidos se aglomeran y gracias a burbujas de aire inyectadas, su densidad disminuye y se forma una capa de espuma que luego se separa de la meladura clarificada. El desempeño de la operación influye en la calidad de la meladura enviada al área de cristalización (en relación con la turbiedad), y a su vez puede incidir en la calidad del producto final, debido a que es la última etapa de purificación de los materiales del proceso.

En la mayoría de los ingenios colombianos esta operación se ha implementado con el control manual o en algunos casos automáticos de las variables: flujo, temperatura, pH, dosis de ácido fosfórico y floculante, realizando ajustes según la experiencia diaria o por recomendaciones de los proveedores de la tecnología en su momento. Es posible que los parámetros óptimos de floculación varíen dependiendo de las condiciones particulares de composición de la meladura y por consiguiente se hace necesario conocer a fondo esta operación, para determinar los rangos y valores críticos tanto de diseño como de operación.

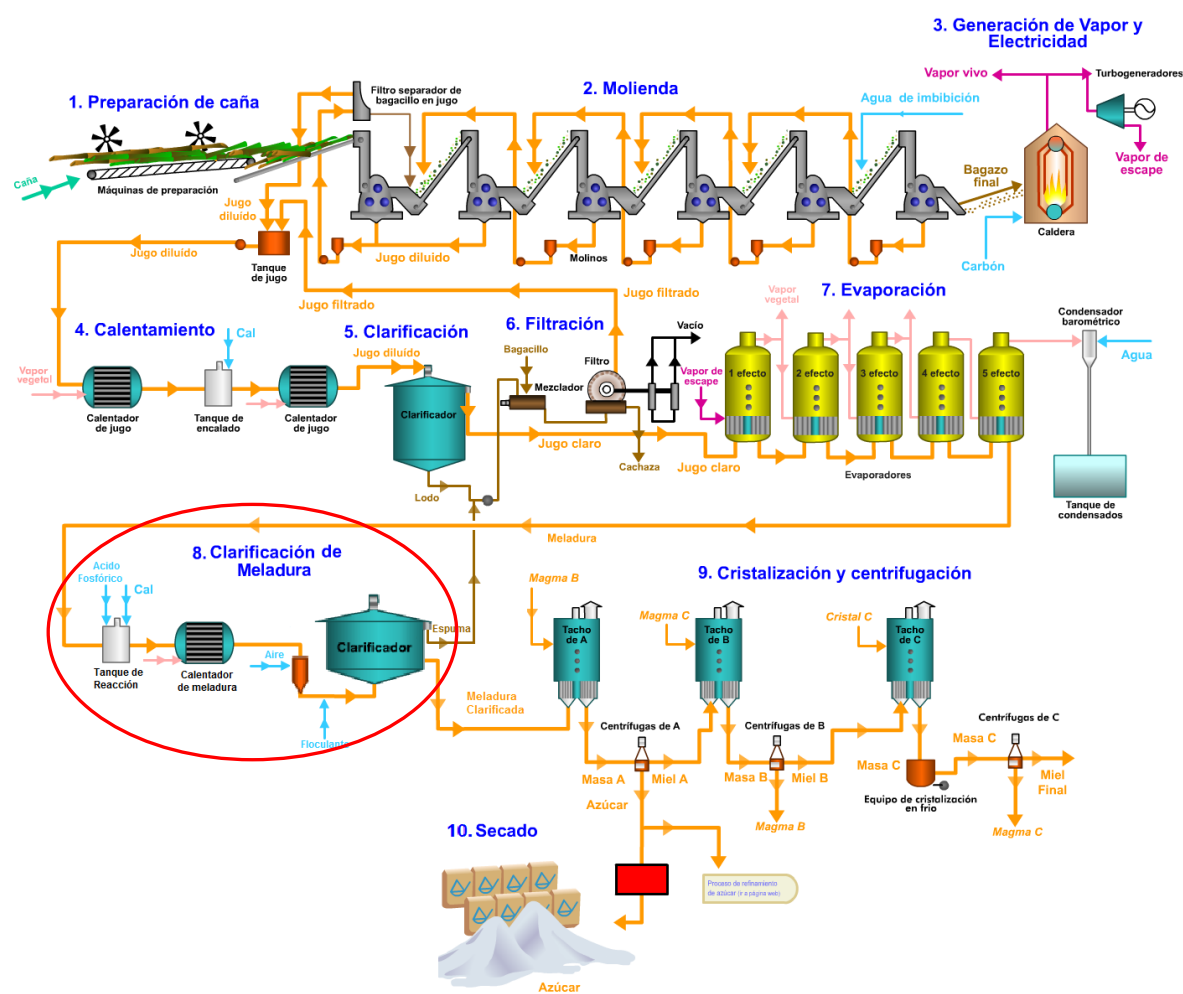
Entre los parámetros más importantes se encuentran la temperatura de operación, el tamaño de las burbujas, la cantidad de aire agregado, la dosis de insumos químicos, entre otros. Este trabajo consiste en evaluarlos técnicamente para así poder proponer ajustes al proceso y mejorar prácticas operativas. Una clarificación por flotación rápida y estable se traduce en una mejor calidad y menor costo.

1. CLARIFICACIÓN DE MELADURA

1.1 GENERALIDADES

En la industria azucarera el contenido de impurezas en el jugo de caña es muy variable. Para retirar la mayor parte de estas impurezas se han implementado en las fábricas de azúcar procesos como: limpieza mecánica (filtros trommel), sedimentación (clarificación de jugo) y fosfo-flotación (clarificación de meladura) (Figura 1), siendo esta la última etapa de purificación antes de cristalizar el azúcar.

Figura 1. Esquema general del proceso de producción de azúcar de caña.



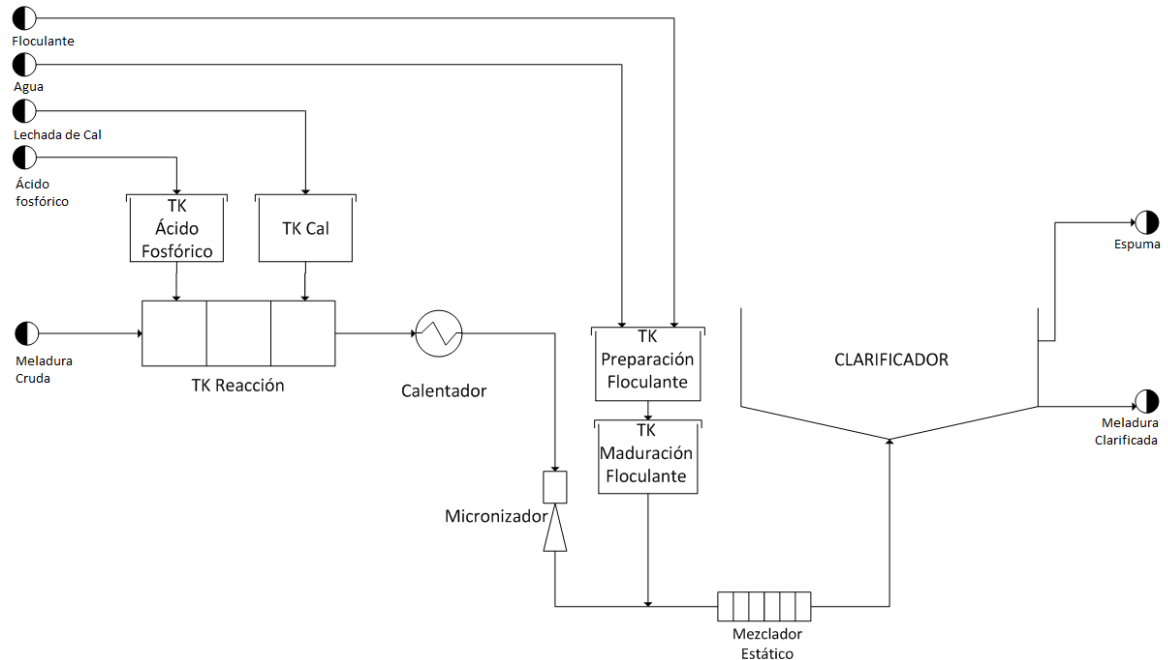
Fuente: Cenicaña, 2013.

En la mayoría de los ingenios cuando la meladura sale de los evaporadores entra al proceso de clarificación en el cual se remueve su turbiedad. Debido a su alta viscosidad y densidad no se realiza una clarificación por decantación sino por flotación. Como se trata de un proceso de purificación, los parámetros apropiados de la operación varían dependiendo de las condiciones particulares del material entrante.

La meladura contiene impurezas entre las que se encuentran fibras de bagacillo, fenoles, flavonoides, moléculas grandes en estado coloidal como los polisacáridos, proteínas y silicatos complejos, además de sales inorgánicas insolubles de calcio tales como sulfatos, fosfatos y silicatos. Estas impurezas son remanentes del jugo mezclado que no se eliminan en su totalidad en la clarificación por decantación, dando como resultado un material clarificado de aspecto oscuro. Cuando se concentra el jugo en los evaporadores la proporción de impurezas también incrementa, aumentando la turbiedad y el color. Una parte de estas impurezas se deposita en forma de incrustaciones en la superficie de calentamiento del evaporador y el resto continúa en la meladura.

La operación comienza con la floculación primaria (Figura 2) en donde gracias a la adición de ácido fosfórico y cal se forman fosfatos de calcio que atrapan partículas de impurezas. Luego, con la inyección de aire y la adición de floculante se da inicio a la floculación secundaria en la que algunos puntos activos de la cadena de floculante fijan una aglomeración de flóculos primarios. Estos aglomerados atrapan en su interior burbujas de aire disminuyendo su densidad y facilitando la flotación a través del fluido. En la parte superior se forma una capa de espuma con las impurezas, la cual se retira por medio de raspadores. En el proceso también se aumenta la temperatura de la meladura con el fin de propiciar la reacción de fosfatación y disminuir la viscosidad de la meladura.

Figura 2. Esquema de proceso básico de la clarificación de la meladura.



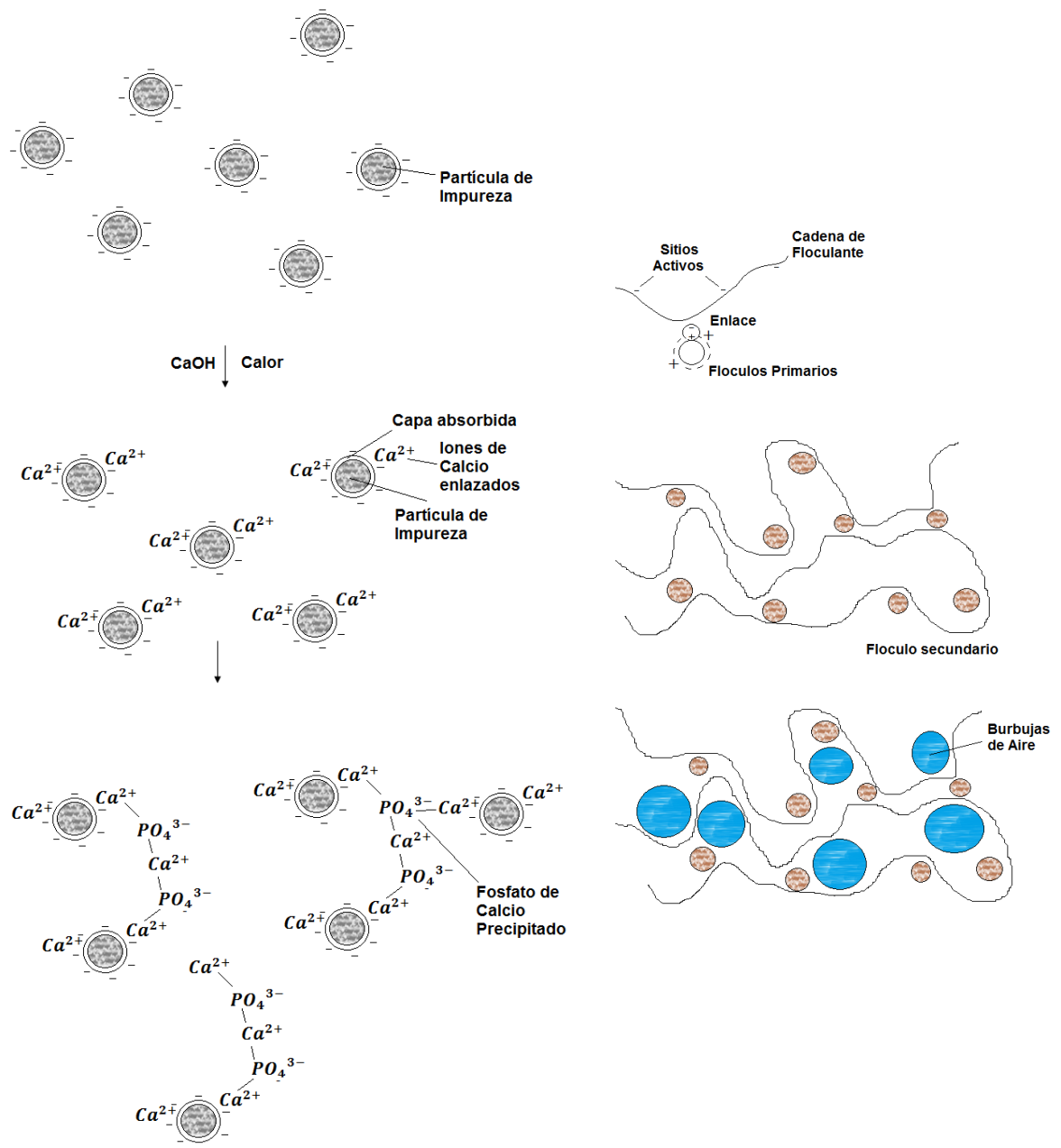
1.2 REACCIÓN Y FLOCULACIÓN PRIMARIA

La floculación primaria comienza con la adición y posterior reacción entre los iones fosfatos y el ion calcio, donde se forman fosfatos cálcicos (en su mayoría fosfatos tricálcicos $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$) que atrapan los sólidos insolubles gracias a que los cationes de calcio se combinan con las capas proteínicas de carga negativa presentes en la superficie de las impurezas, actuando como un coagulante que desestabiliza las partículas en suspensión (Figura 3).

1.2.1. Ácido fosfórico. Es la fuente de fosfatos más comúnmente usada en el proceso de producción de azúcar. Su importancia radica en que al aplicar la dosis apropiada de ácido fosfórico disminuye los coloides, precursores de color, así como el consumo de cal, acelera la formación de los fosfatos tricálcicos y por lo tanto propicia una buena clarificación. Dosificaciones en exceso de este insumo implican mayores costos, caídas del pH y por consiguiente mayor consumo de cal, altos volúmenes de espuma con altas pérdidas de sacarosa; también afecta negativamente la filtrabilidad del azúcar e incrementa las incrustaciones en los

calentadores y tachos. La dosis óptima recomendada es de 300 mg/kg DS (miligramos por kilogramo de sólidos disueltos) (Bennett, Elvin, Heinemann, Pottage, & Rundell, 1977)

Figura 3. Formación de flóculos primarios y posteriormente flóculos secundarios



1.2.2. Cal. Es la fuente de calcio generalmente utilizada sea como cal viva (rica en óxido de calcio) o cal hidratada (principalmente hidróxido de calcio). Su uso es extendido debido a que es la fuente de calcio más favorable para la industria azucarera. Este insumo tiene 2 objetivos principales: reaccionar y producir los fosfatos cálcicos, y mantener el pH en un nivel adecuado para reducir el color y las pérdidas de sacarosa por inversión. El pH ideal en la clarificación de meladura debe estar alrededor de 6,5 (Rein, 2007). Si se agrega mucha cal se incrementan las incrustaciones en los calentadores y tachos, las cenizas en el azúcar y se disminuye la eficiencia de agotamiento de las mieles.

La adición de cal puede hacerse de dos formas: en forma de lechada de cal (suspensión de cal en agua de 8 a 10°Be) o en forma de sacarato de calcio (suspensión de cal en meladura o jugo, en una proporción de 3 gramos de cal por cada 10 gramos de sacarosa). Se ha mostrado que el sacarato ha presentado buenos resultados en clarificación de jugos (Rein, 2007) como:

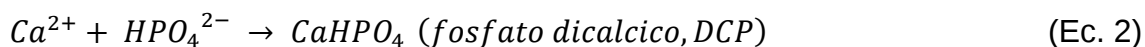
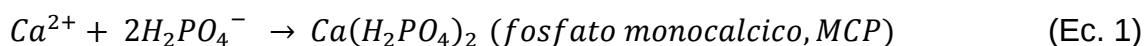
- Baja turbiedad (44% menos que usando lechada de cal), bajo contenido de fosfatos y proteínas en el jugo clarificado.
- Bajos niveles de calcio residual en los evaporadores (850 mg CaO/kg DS menos que usando lechada de cal).
- Menor variabilidad en el control de pH.

Entre las desventajas de utilizar sacarato están:

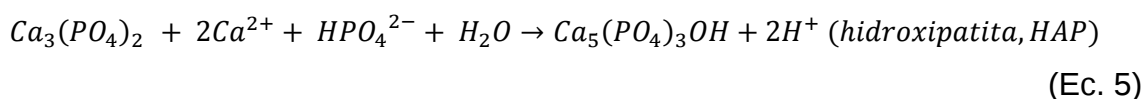
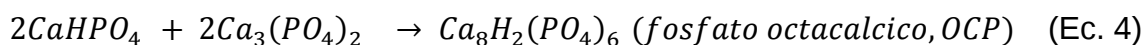
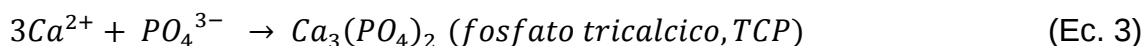
- Disminución de la densidad de los flóculos formados, lo cual disminuye su velocidad de asentamiento (aumentando el tiempo de residencia y las pérdidas de sacarosa)
- Al disminuir la densidad de los flóculos aumenta la porosidad de la torta, lo que se traduce en altos volúmenes de lodos (aumento del 100% que usando lechada de cal).

Las altas reducciones de turbiedad se obtienen porque al mezclarse la cal con la meladura, el calcio interactúa con la sacarosa para formar mono, di y tri sacaratos de calcio. Los monosacaratos de calcio son las formas más solubles por lo tanto proveen una alta proporción de iones de calcio listos para interactuar con los iones de fosfato presentes en la meladura. Para obtener monosacaratos de calcio como fase predominante la relación molar recomendada de sacarosa a calcio es 7:1. (Doherty & Rackermann, 2009).

1.2.3. Formación de fosfatos de calcio. La reacción entre los iones de calcio y los fosfatos da como resultado una distribución de fosfatos de calcio cuya relación depende de la cinética de cada una de las siguientes reacciones. Termodinámicamente la hidroxiapatita (HAP) es la forma más estable.



EL DCP puede presentarse como fosfato dicálcico dihidratado (DCPD) o como fosfato dicálcico hidratado (DCPA).



La eficiencia de la clarificación de jugos podría incrementar considerablemente si se formara una gran proporción de HAP en lugar de TCP ya que ésta puede remover una proporción significativa de proteínas y consecuentemente reducir la formación de melanoidinas (Doherty & Rackermann, 2009).

1.3 CALENTAMIENTO

Después de la adición de ácido fosfórico y cal se realiza un calentamiento de la meladura con el fin de propiciar la reacción entre los fosfatos y el calcio y disminuir la viscosidad de la meladura, lo que facilita la flotabilidad de los flóculos. La mayoría de los estudios reportan que la temperatura afecta significativamente la clarificación, siendo apropiada en 85 °C. (Rein, 2007).

Un enfriamiento de la meladura después de la clarificación puede ser útil para disminuir pérdidas de sacarosa y formación de color en las etapas posteriores del proceso. Esto puede lograrse mediante una vaporización subita en donde los vapores estén conectados con los evaporadores de último efecto. (Smith, Schumann, & Walthem, 2000).

1.4 AIREACIÓN

El tamaño y la cantidad de burbujas de aire generadas son factores fundamentales para el buen desempeño del proceso. Las burbujas deben tener tamaños entre 10 y 200 μm . Con burbujas más pequeñas que 10 μm la flotación es muy lenta, y el contacto entre las burbujas y las partículas es más difícil. Las burbujas más grandes que 200 μm causan turbulencia en el líquido y los flóculos no pueden atraparlas. Sistemas de aireación inadecuados comprometen el desempeño de todo proceso de flotación, siendo esta la deficiencia más común en los procesos antiguos de clarificación de meladura. (Vaz, Stamile Soares, & da Silva, 2008)

Existen diferentes maneras de introducir las burbujas de aire al flujo de alimentación, como la dispersión mecánica del aire (aire disperso), la disolución y nucleación de aire (aire disuelto) y la aireación por eyectores de mezcla. Generalmente la dispersión mecánica ocurre por el burbujeo de aire bajo las palas de un agitador a alta velocidad o a través de una membrana porosa. La flotación por aire disuelto se basa en el principio de la solubilidad de un gas en un líquido, lo que forma burbujas de aire más pequeñas (20-60 μm). La ventaja de utilizar aire

disperso es la posibilidad de introducir una cantidad de aire mayor a la introducida con aire disuelto. Sin embargo, se forman burbujas muy grandes que disminuyen la eficiencia de la separación. Por otra parte, el uso de aire disuelto genera un mayor consumo de energía por la necesidad de utilizar un compresor.

La separación de los flóculos se determina por su velocidad terminal (ley de Stokes). Normalmente está entre 0.5 y 2.8 mm/s. La diferencia de densidades (meladura-flóculos) deberá ser mayor a 800 kg/m³ (Echeverri & Rein, 2006). El tamaño promedio de los flóculos es de 183 μm y una relación de aire comúnmente usada es 0.04 m³ de aire/m³ de meladura (Rein, 2007).

1.5 FLOCULACIÓN SECUNDARIA

Luego de la aireación se aplica el floculante aniónico. Típicamente se usan poliacrilamidas de alto peso molecular. También se ha mostrado que polielectrolitos de alto grado de hidrolisis y bajo peso molecular proporcionan buenos resultados (Rein, 2007). En el enlace entre los coágulos primarios y el polímero floculante, este último funciona como una cadena que se conecta a las partículas insolubles mediante atracción electrostática, puentes de hidrógeno o fuerzas de Van der Waals, formando flóculos de mayor tamaño (Doherty & Rackermann, 2009).

Para diferenciar floculantes de diferentes proveedores, se caracterizan según su masa molecular y grado de hidrolisis:

- Masa molecular. La viscosidad intrínseca puede usarse para calcular masa molecular de un polímero, siguiendo la ecuación de Mark-Houwink:

$$[\eta] = K' \overline{M}_v^a \quad (\text{Ec. 6})$$

Donde K' y a son constantes que dependen de cada sistema polímero-solvente y $\overline{M}_v$ es la masa molecular promedio para esa viscosidad. Para poliacrilamidas

preparadas con agua como solvente a 30°C las constantes K' y α tienen valores de 6.8×10^{-6} y 0.66 respectivamente. (Mitchell, 2004)

- Grado de hidrólisis: también denominado grado de anionisidad, es el porcentaje de grupos acrilato presente en la cadena de floculante (los grupos acrilato son los responsables de establecer los sitios activos en donde se realiza la unión partícula-floculo). Su determinación se hace por medio de un análisis de carbono orgánico total (TOC, por sus siglas en inglés) que mide la concentración de átomos de carbono en una muestra de floculante, se relaciona con la determinación de los iones COO^- y con el volumen de la solución de KOH utilizada para realizar la titulación. (Gil J. J., 2012)

$$\text{Grado de hidrólisis}(\%) = 100 \cdot \frac{N_{\text{KOH}}(\text{eq/L}) \cdot V_{\text{KOH}}(\text{mL}) \cdot n \cdot m}{\text{TOC}(\text{ppm})} \quad (\text{Ec.7})$$

Dónde:

N_{KOH} (eq/L): Normalidad de la solución de KOH utilizada en la titulación.

V_{KOH} (mL): Volumen de la solución de KOH gastado en la titulación.

n : Relación estequiometría entre el carbono y los monómeros acrilato y acrilamida del polímero = 3.

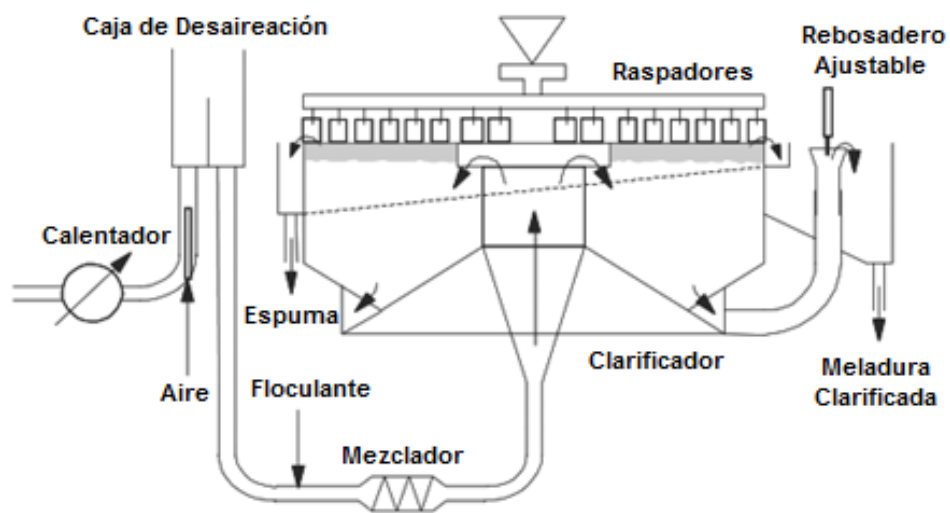
m : masa molecular del carbono= 12,0107.

1.6 CLARIFICACIÓN

Con la inyección de aire y la adición floculante, los flóculos secundarios atrapan en su interior burbujas de aire, disminuyendo así su densidad, facilitando la flotación a través del fluido. En la parte superior el clarificador posee raspadores que separan la espuma de la meladura clarificada. Esta espuma se puede enviar a otra etapa de clarificación o eliminarla con la cachaza. La meladura clarificada se conduce a una etapa de evapo-cristalización en los tachos y posteriormente al secado para producir el azúcar.

Entre las fuerzas a las que están sujetas las partículas suspendidas se encuentran la gravedad (que las separa de acuerdo a la densidad), las fuerzas de Van der Waals (que tienden a unir las partículas suspendidas unas con otras) y las fuerzas de repulsión electrostática entre partículas cargadas (que tienden a mantenerlas apartadas). Los clarificadores de meladura se han diseñado para tener tiempos de residencia entre 20 y 25 min (Bennett et al, 1997, Rein, 1988)

Figura 4. Esquema del clarificador de Tongaat Hulett.



Fuente: (Smith, Schumann, & Walthem, 2000)

Diferentes tipos de geometrías de equipos de clarificación se han estudiado. Uno de estos esquemas es usado en los ingenios surafricanos de Tongaat Hulett (Figura 4). Su principal característica es el fondo en forma de W, el cual tiene como fin disminuir las zonas de estancamiento de flujo y de esta manera también el tiempo de residencia. Tiene un promedio de altura de meladura de 1.3 m. La tubería de entrada se ensancha para permitir una velocidad de entrada de 1.2 m/min. La salida de meladura del clarificador se controla mediante una válvula de desborde de altura ajustable con el fin de controlar la cantidad de espuma en el equipo (Rein, 2007).

1.7 SULFITACIÓN.

En algunos ingenios se realiza el proceso de sulfitación en jugos, en meladura o en ambos, mientras que otros remplazan este proceso con la adición de decolorantes como el bisulfito de sodio. Sin embargo esta es una etapa adicional en el tratamiento de la meladura y está relacionada con la remoción de color.

En el caso de la meladura, este proceso ocurre en una torre de absorción que pone en contacto SO_2 , previamente producido por combustión de azufre en un horno rotatorio o un horno de bandejas, en contracorriente con la meladura que va descendiendo. Normalmente se utiliza aproximadamente 60% de exceso de aire.



El SO_2 elimina parte de la materia coloreada presente en la meladura así como también reduce compuestos como las sales férricas que han sido formadas por el contacto con molinos, tanques y tuberías. (Rein, 2007)

Por otro lado, la sulfitación también actúa para reducir los precursores de color, ya que la combinación entre el ion sulfito y los azúcares reductores bloquean las funciones carbonilo necesarias para la formación de caramelos y melanoidinas, y también inhibe las reacciones de Maillard. Sin embargo, los carbonilos sulfitados son propensos a la pérdida de grupos sulfito con el tiempo ya que estos compuestos son inestables. Por lo tanto, como el sulfito se libera en forma de SO_2 , el color puede volver a aparecer tal como se ha encontrado cuando el azúcar sulfitado se almacena por largos periodos de tiempo. (Davis, 2001)

1.8 MÉTODOS PARA LA MEDICIÓN DE TURBIEDAD EN MELADURA

Actualmente la metodología recomendada para medición de turbiedad en jugos de azúcar es el ICUMSA METHOD GS7-21 (Rein, 2007) (Anon, 2005) (Steindl &

Doherty, 2005) “Turbiedad en jugos clarificados de azúcar, meladura y meladura clarificada”. (ANEXO 1)

1.9 BENCHMARKING

La primera parte en la evaluación técnica de un proceso, en este caso la clarificación de meladura, requiere establecer una línea base. Para esto se usa una herramienta conocida como *Benchmarking* la cual ayuda a recopilar información, analizarla y de esta forma evaluar e identificar las organizaciones con mejores prácticas.

2. METODOLOGÍA

2.1 *BENCHMARKING*: RECONOCIMIENTO DE LA OPERACIÓN

Para conocer el estado actual de las estaciones de clarificación de meladura se identificaron y organizaron los parámetros de operación y control más importantes en una matriz comparativa la cual se completó realizando visitas a los 12 ingenios que realizan esta operación.

1. Definición de variables de registro más importantes, con la finalidad de delimitar el alcance de las visitas: variables de entrada como esquema del proceso, parámetros de operación (flujo, color y turbiedad de meladura cruda (MD CR) y meladura clarificada (MD CL), dosificación y tipos de insumos como cal, ácido fosfórico y floculante, dosificación de aire, tecnologías de aireación, temperatura de operación, tecnologías de calentamiento, pH, Brix), prácticas operativas (sistemas de control, acciones para variables como flujo, altura de espuma, temperatura del clarificador) y variables de respuesta (turbiedad y porcentaje de remoción).
2. Elaboración de formatos de registros. (ANEXO 2)
3. Realización de visitas, en donde se contactó a los jefes de elaboración de cada ingenio quienes delegaron a la persona encargada de dar la información y también al operario encargado de la estación. La información suministrada fue extraída del sistema de registro de cada ingenio, correspondientes a promedios acumulados de lo que iba del año y en algunos casos datos puntuales.

2.2 PROFUNDIZACIÓN DEL ESTUDIO TÉCNICO.

Para la segunda fase del proyecto, se siguió la metodología mostrada a continuación:

1. Selección de los ingenios piloto.

2. Realización de las visitas: de donde se recogió información más específica como: Planos de diseño de equipos más importantes (Aireador, calentador y clarificador), esquemas de operación y control (secuencias de operación) y registro histórico de variables, parámetros y prácticas de operación, así como también registros de los análisis de laboratorio.

3. En 2 de los ingenios seleccionados fue necesario realizar un seguimiento adicional durante 3 turnos, puesto que los registros y los análisis de laboratorio no fueron lo suficientemente frecuentes para establecer efectos entre variables, ni practicas operativas. Estos seguimientos se realizaron de la siguiente forma:

- Se tomaron los registros del sistema de control de las variables que eran medidas, como temperatura de calentamiento, flujo de meladura cruda, presión de los gases, etc.
- Se ubicaron puntos de medición de temperatura de la meladura cruda, calentada y clarificada, en algunos casos la medición se realizó por contacto directo con el fluido, utilizando un termómetro detector de temperatura resistivo (RTD). En otros, utilizando un termómetro infrarrojo (el cual mide la temperatura utilizando la radiación emitida por los objetos)
- También se ubicaron puntos de muestreo donde se aforaron los flujos de floculante y ácido fosfórico.
- Se tomaron muestras cada 15 minutos de meladura cruda y clarificada, se midieron variables como brix y temperatura, durante 8 horas.
- Con las muestras compuestas cada hora se realizó la determinación de pH y turbiedad a 900 nm.

2.3 EVALUACIÓN DE PARÁMETROS DE OPERACIÓN.

2.3.1 Caracterización de floculantes.

2.3.1.1 Viscosidad. Se realizó utilizando un viscosímetro de Brookfield, con una velocidad de rotación de 60 rpm y usando la aguja No. 2. Los polímeros fueron preparados con una concentración de 1000 ppm.

2.3.1.2 Grado de hidrólisis. Relaciona la concentración de átomos de carbono (TOC) y los iones COO^- en una muestra de floculante.

La determinación de carbono orgánico total (TOC) (ppm o %p/p) se estableció por diferencia entre el carbono total e inorgánico. Manipulando las condiciones de reacción se logró (por medio de un catalizador oxidante) oxidar todo el carbono orgánico total a CO_2 . Luego se realizó otra oxidación en condiciones ácidas, en presencia de ácido fosfórico, para oxidar todo el carbono inorgánico, generando CO_2 . En ambos procedimientos se determinó CO_2 por medio de análisis de infrarrojo y la diferencia correspondiente se reportó como CO_2 proveniente del carbono orgánico total (Gil J. J., 2012). Este procedimiento fue realizado en el laboratorio de análisis industriales de la Universidad del Valle

Para calcular la cantidad de iones COO^- se realizó el siguiente procedimiento (Gil J. J., 2012):

- Se prepara una solución de floculante a una concentración de 1000 ppm
- Se adicionan cantidades pequeñas de HCl con un gotero, llevando el pH de la solución hasta un $\text{pH}=3.0$, así se asegura que los grupos ácidos se encuentran como grupos ácidos carboxílicos (COOH) y no como carboxilatos (COO^-).
- Por último, con una probeta se lleva a cabo la titulación de la solución de floculante con solución de KOH, llevando el pH de la solución de un valor de $\text{pH}=3.0$ a $\text{pH}=7.0$ para asegurar que todos los grupos ácidos carboxílicos (COOH) han reaccionado y se encuentran en ese punto como grupos carboxilatos ($\text{COO}^- \text{K}^+$).

Finalmente, con el volumen consumido de titulante (KOH, mL) y su concentración, se procede a determinar el porcentaje de floculante que se encuentra hidrolizado mediante la ecuación 7.

2.3.2 Evaluación de dosis y tipo de floculante: diseño experimental. Se utilizó un diseño de bloques completos en el que se analizó el efecto de los siguientes factores: Tipo de floculante (A, B y C), dosificación de floculante (Baja, media y

alta), tipo de meladura (Cosecha manual, Ingenio 1 y cosecha mecanizada, Ingenio 4).

2.3.2.1 Elección de los floculantes. Los floculantes se seleccionaron de acuerdo a los productos que usan los 3 ingenios piloto que fueron evaluados en la segunda fase del proyecto y que mostraron los mayores y menores consumos según la línea base presentada en la primera fase de dicho proyecto.

2.3.2.2 Dosificación de los floculantes. La elección de la dosificación de los floculantes se hizo con base a la dosificación promedio que cada ingenio utiliza actualmente, y se establecieron dichos valores como los niveles de esta variable para los tres floculantes, de la siguiente forma:

- A. Actualmente está siendo usado por el Ingenio 1 con una dosificación promedio de 26 mg/kgDS, esta corresponderá a la dosificación alta para los 3 floculantes.
- B. Actualmente está siendo utilizado por el Ingenio 4 con una dosificación promedio de 11 mg/kgDS, esta corresponderá a la dosificación baja.
- C. Actualmente está siendo utilizado por el ingenio 12 con una dosificación promedio de 13 mg/kgDS. Sin embargo para establecer la dosificación se realizó un promedio entre las dosificaciones alta y baja. (18.5 mg/kgDS).

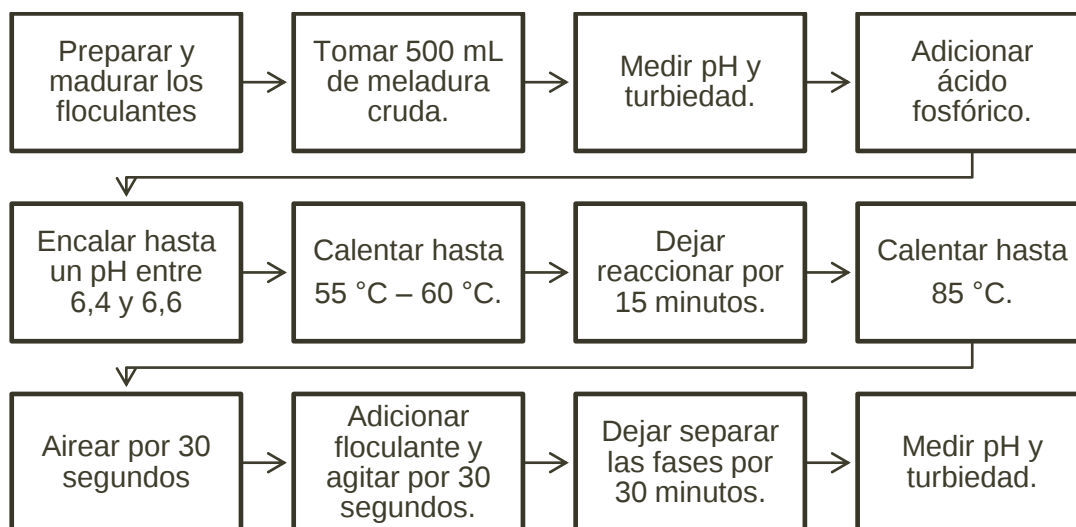
Finalmente los niveles de dosificación para los tres floculantes se establecieron de la siguiente manera: Dosificación baja: 11 ppm base sólidos, dosificación media: 18.5 ppm base sólidos y dosificación alta: 26 ppm base sólidos.

2.3.2.3 Elección de la materia prima. Los ingenios 1 y 4 fueron seleccionados por las diferencias existentes en el material entrando a la fábrica (1 tiene una cosecha manual y 4 tiene 45% de mecanización), además son 2 de los ingenios piloto de la segunda fase del proyecto y contaban con facilidad y cercanía para recoger las muestras en los días de pruebas.

2.3.3 Metodología experimental: Pruebas de floculantes a escala laboratorio.

La Figura 5 presenta el esquema de los procedimientos que se usaron para la realización de todas las pruebas.

Figura 5. Diagrama de procedimientos para las pruebas.

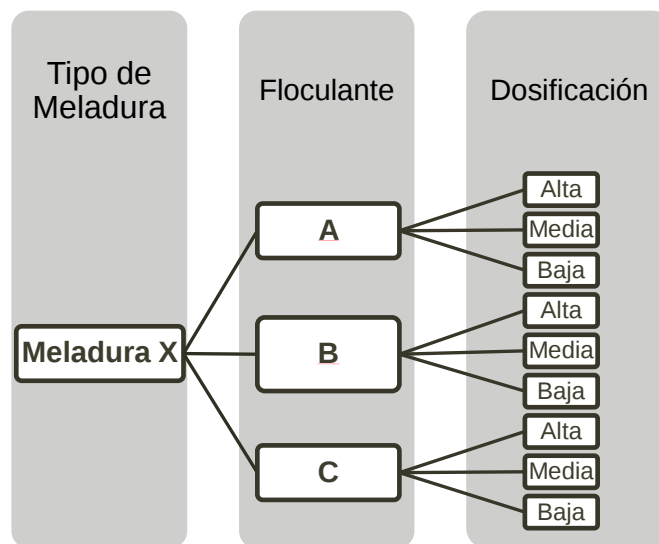


La preparación de cada uno de los polímeros floculantes se realizó el día anterior a cada prueba en horas de la tarde, siguiendo el procedimiento presentado por Gil, 2012. Para garantizar la conservación de los floculantes se utilizó agua a pH 8.5 (ajustado con NaOH al 0.1 N) y se refrigeró. El ácido fosfórico se agregó a partir del producto comercial utilizado en los Ingenios (concentración de 85%) y se dosificó hasta 300 ppm base sólidos.

Para aumentar el pH hasta el intervalo recomendado por la literatura (6.4-6.6), se agregó lentamente lechada de cal a 10 °Bé, con una pureza de 85%. Para calentar y agitar la meladura se utilizaron planchas de calentamiento con agitación magnética LABNET. La aireación se realizó por medio de agitación turbulenta por 30 segundos en una licuadora de laboratorio WARING COMMERCIAL. La temperatura fue controlada durante toda la prueba usando termómetros de mercurio, una vez se calentaba a 85°C se mantenía constante hasta el final de la prueba. Los resultados se cuantificaron en términos de reducción porcentual de turbiedad. La cual se midió de acuerdo al método GS7-21 de 2007 del manual de

ICUMSA (Anon, 2005) tomando la absorbancia medida en un Talametro SUMA. Estas mediciones se llevaron a cabo al tiempo que se realizan las pruebas de clarificación.

Figura 6. Diseño experimental para cada tipo de meladura.



Para el diseño experimental se realizaron 4 repeticiones. De lo anterior, se tiene que cada repetición constará de 18 pruebas: 9 para cada tipo de meladura (Figura 6)

2.3.4 Metodología experimental: Pruebas de aireación a escala laboratorio.

Dado que la aireación se realizó por medio de la agitación turbulenta en una licuadora de laboratorio, lo que se hizo fue variar el tiempo de dicha aireación (los niveles fueron 10, 30 y 60 segundos), inmediatamente después de terminar este proceso se sacaba una alícuota de 10 mL la cual se pesaba, (tras previa pesada de los recipientes vacíos) y de esta forma se determinaba la densidad de la meladura aireada, luego se comparaba con la densidad de la meladura antes de la aireación y finalmente se calculaba la relación volumétrica aire meladura. (ANEXO 3). El resto del procedimiento experimental de la clarificación se realizó siguiendo la misma metodología explicada para la evaluación de floculantes.

3. ANÁLISIS Y DISCUSION DE RESULTADOS

3.1 *BENCHMARKING*: RECONOCIMIENTO DE LA OPERACIÓN

La clarificación de meladura es una operación que comenzó a implementarse en los ingenios del país hace aproximadamente 20 años, con el crecimiento de los estándares de calidad del azúcar lo que requería que se mejoraran las operaciones de purificación dentro del proceso. Esta operación es una de las herramientas claves para la obtención de azúcar blanco directo. Durante el reconocimiento de la operación en los ingenios del sector (representados con números de 1 a 12 según el orden cronológico en el que se hicieron las visitas) se encontraron diferencias, entre ellas el orden en que se aplican las operaciones y las tecnologías empleadas para la aireación, el calentamiento y el diseño del clarificador.

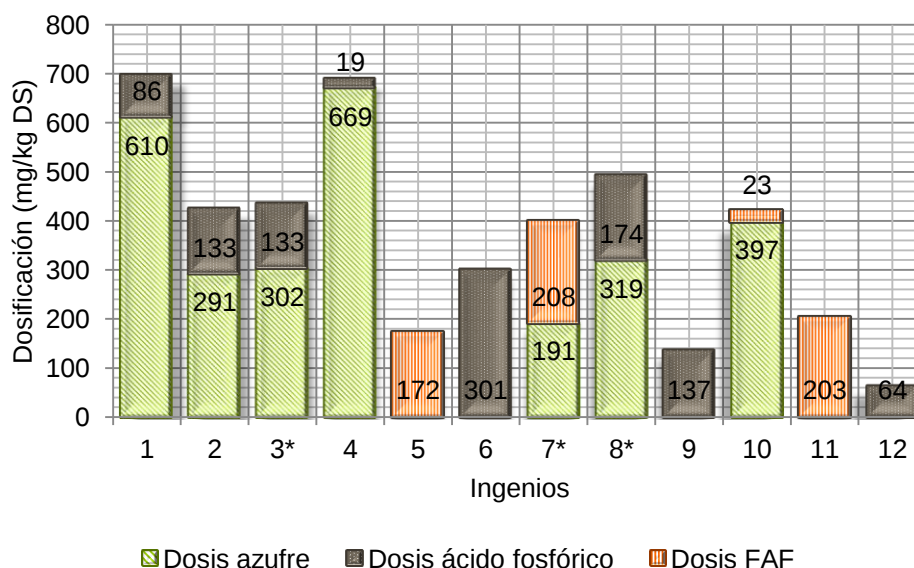
3.1.1 Reacción y floculación primaria

3.1.1.1 Adición de ácido fosfórico. Aunque la caña contiene fosfatos naturales, la mayoría de estos reaccionan en el proceso de clarificación de jugos. Se encontraron diferencias en las dosis del ácido fosfórico usado en los ingenios (Figura 7). Estas diferencias pueden deberse a variados factores como el cultivo (usos de fertilizantes, variedad de caña, edad de corte, región, precipitaciones, entre otras (Larrahondo, 2012)), la clarificación de jugos e incluso la variabilidad o deficiencia de los parámetros dentro de la estación de clarificación de meladura como la temperatura, la adición de calcio y floculantes que está siendo compensado con la adición de más ácido fosfórico. Cuatro ingenios están utilizando una fuente alternativa de fosfatos (FAF) con la que se pretende remplazar totalmente el empleo de este insumo; según estos ingenios (barras naranjas en la Figura 7), los consumos son menores con respecto a consumos anteriores de ácido fosfórico y ha mejorado la remoción de turbiedad y color.

3.1.1.2 Sulfitación. La Figura 7 también muestra las dosificaciones de azufre encontradas en los ingenios. Algunos ingenios (como 1, 4 y 10) realizan una

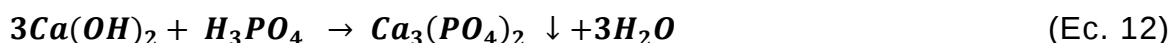
sulfitación más fuerte que otros, lo que depende principalmente del color deseado en el producto final, el color presente en la meladura cruda y de la sulfitación aplicada en jugos.

Figura 7. Dosificaciones de azufre y ácido fosfórico.



*Ingenios que también realizan sulfitación en jugos.

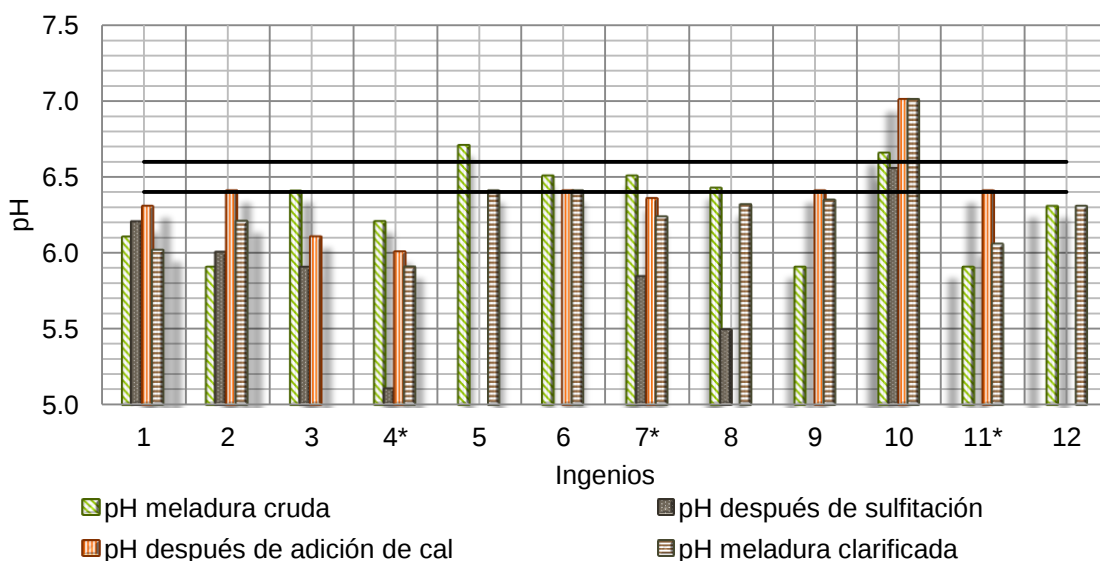
Otro de los parámetros estudiados fue el posible efecto sinérgico que ocurre entre el azufre y el ácido fosfórico. Aquellos ingenios que realizan la sulfitación más fuerte (1, 4 y 10) son los que menos ácido fosfórico agregan, y de manera recíproca, algunos de los ingenios que no sulfitan (5, 6 y 9) son los que tienen las dosificaciones de ácido fosfórico más altas. Las reacciones involucradas tanto en la fosfatación como en la sulfitación forman compuestos precipitados que, tal como se mostró anteriormente, son responsables de la formación de los flóculos primarios.



Al parecer, este efecto sinérgico es la acción conjunta de los fosfatos y los sulfatos de calcio, en donde la adición de uno de los dos precipitados compensa la dosificación del otro. Teniendo en cuenta que los fosfatos tricálcicos son más densos ($3,14 \text{ g/cm}^3$), que los sulfatos de calcio ($2,32 \text{ g/cm}^3$ (Di-hidratado)), este podría ser un factor importante para la clarificación de meladura, puesto que lo que se busca es formar flóculos de baja densidad para facilitar la flotación y la acción de ambos insumos puede llegar a lograrlo.

3.1.1.3 Adición de Cal. Algunos ingenios (1, 3, 4, 7, y 8) están encalando por debajo de lo recomendado (Figura 8), lo que conlleva a los problemas de destrucción de sacarosa antes mencionados, mientras que otros por lo contrario están obteniendo niveles de pH muy altos, lo que ocasiona gastos innecesarios del insumo y generación adicional de color. En el ingenio 10 se puede observar como el alto pH de la meladura cruda podría propiciar una eliminación parcial o total de la etapa de encalado.

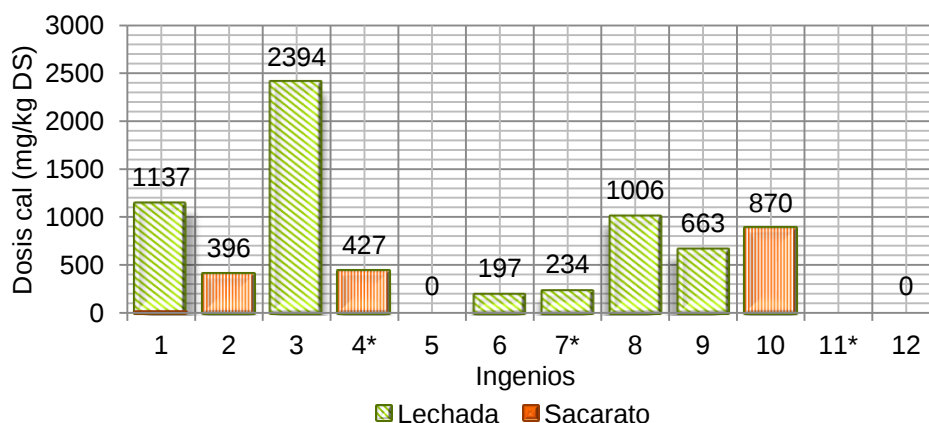
Figura 8. Comportamiento del pH de la meladura durante las diferentes etapas de la clarificación.



*Ingenios con control automático de pH

Por otra parte, los ingenios que encalan con sacarato presentan dosificaciones muy cercanas a los que usan lechada (Figura 9). Este indicador está muy asociado a lo que ocurre atrás en el proceso. Por ejemplo, el ingenio 5 no requiere encalado porque el pH de la meladura cruda ya es suficientemente alto. Por otro lado se presenta el caso del ingenio 12 el cual tampoco realiza encalado en la meladura pero su pH no está dentro del rango recomendado (Figura 8). También se observa que el proceso de sulfitación hace que se disminuya el pH en la mayoría de los ingenios, tal es el caso del ingenio 4 que realiza una fuerte sulfitación (Figura 7), la cual se refleja en la disminución del pH y a su vez obliga a agregar una mayor cantidad de cal para compensar esta caída.

Figura 9. Dosificación de cal en meladura (mg/kg DS)



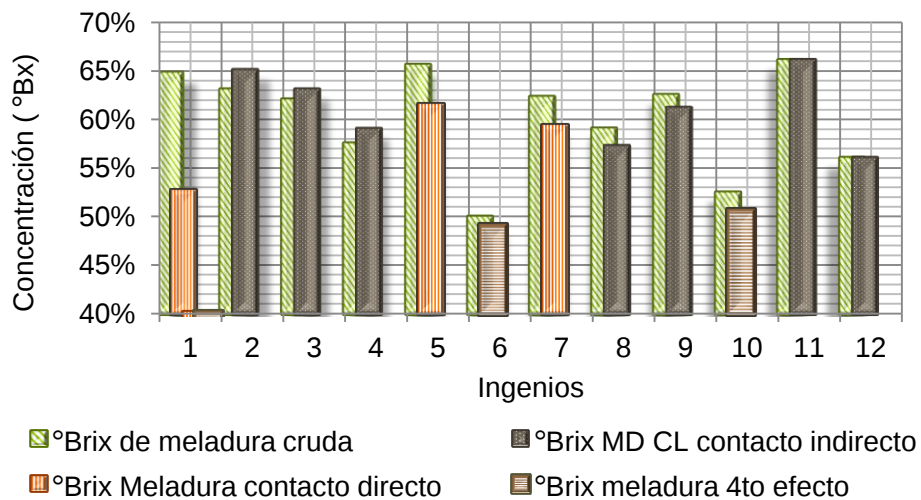
*Ingenios con control automático de pH

Es importante tener en cuenta que el consumo de cal es uno de los parámetros más variables ya que está asociado directamente al pH de la meladura cruda y éste a su vez puede variar según el material ingresado a molienda. En cuanto al control de esta variable se debe destacar el control automático de pH que modifica el flujo de lechada de cal agregado, actualmente utilizado en los ingenios 4, 7 y 11. Teniendo en cuenta que este sistema es de gran cuidado por la facilidad que se presenten incrustaciones en los electrodos.

3.1.2 Calentamiento

Se encontraron tres diferentes tecnologías para el calentamiento de la meladura. Por contacto directo, en donde un flujo de vapor se mezcla directamente con la meladura, aumentando su temperatura por la condensación del vapor. Calentamiento por contacto indirecto en un intercambiador de carcasa y tubos y clarificación desde el cuarto efecto de evaporación, donde una meladura menos concentrada pero con la temperatura apropiada es clarificada y luego enviada al último efecto de evaporación.

Figura 10. Porcentaje de solidos solubles (°Brix) antes y después de la clarificación de meladura.



Se calcularon los consumos energéticos de cada ingenio según la tecnología de calentamiento empleada (ANEXO 4) y se graficaron algunos de sus parámetros. Los ingenios 1, 5 y 7 realizan el calentamiento en forma directa lo que conlleva a una disminución significativa de los grados Brix entre la meladura cruda y la clarificada (barras naranjas en la Figura 10).

Consecuentemente, el consumo energético específico es mayor en estos casos por la cantidad adicional de agua a evaporar en la etapa de cristalización y que no se tiene en los otros tipos de calentamiento (Figura 11). Por otra parte, los

ingenios 6 y 10 se diferencian debido a que no realizan calentamiento ya que su meladura proviene del 4to efecto y tiene una temperatura adecuada para la clarificación; de allí también que su concentración de sólidos solubles sea inferior a la de los demás. (Figura 10)

Figura 11. Consumo energético específico

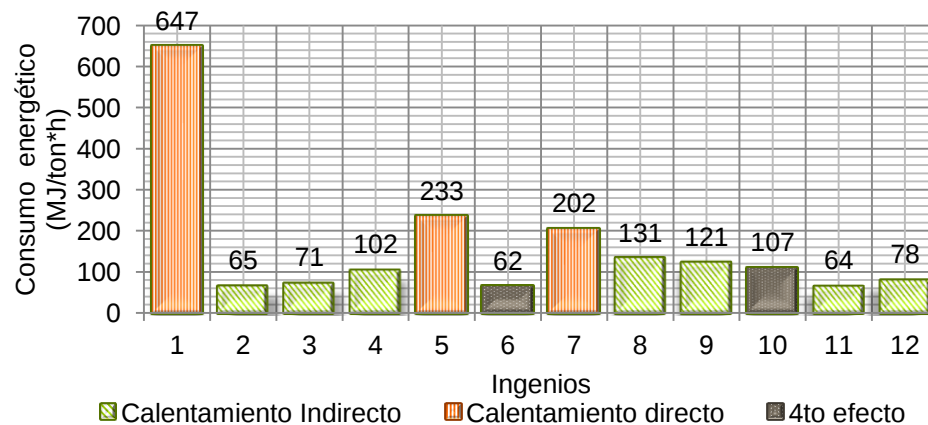
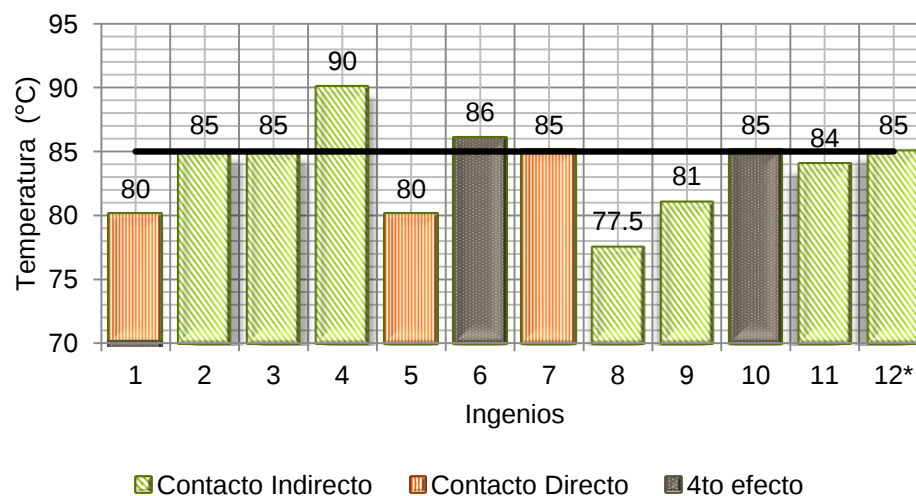


Figura 12. Temperatura de operación (°C)



En la Figura 12 se presentan las temperaturas de calentamiento de los ingenios estudiados, clasificados según la tecnología de calentamiento empleada. Se observa que los ingenios 1 y 5, que utilizan calentamiento por contacto directo, no

alcanzan una temperatura de operación adecuada. En al menos uno de estos, esta situación se presenta debido a inconvenientes de diseño del calentador que ocasiona que exista una expansión súbita de la meladura y se invierta el flujo. Por otra parte, en los ingenios 8 y 9 se observa que la temperatura de calentamiento es muy baja (78 y 81 °C respectivamente), lo cual, junto con otros factores de operación, puede afectar el rendimiento de la clarificación.

Con el fin de discutir con mayor detenimiento la selección de una tecnología de calentamiento adecuada se realiza un cuadro comparativo de las ventajas y desventajas de cada una de ellas (Tabla 1).

Tabla 1. Ventajas y desventajas de las tecnologías de calentamiento.

Contacto directo	
Ventajas	Desventajas
Requiere menos mantenimiento ya que no tiene problemas de incrustaciones.	Debe tenerse un buen control sobre la estabilidad de la presión de vapor.
	Disminución considerable en la concentración de la meladura.
	Mayores consumos energéticos.
Contacto Indirecto	
No presenta disminución en la concentración de la meladura.	Incrustaciones en los tubos, lo que ocasiona que se requiera mantenimiento constante.
Menores consumos energéticos globales.	Mayor tamaño en los equipos y necesidad de equipo en reserva.
Cuarto efecto	
Ausencia de consumo energético directo.	La caída de temperatura durante el proceso afecta la eficiencia térmica del quinto efecto.
Baja viscosidad de la meladura (ocasionada por la baja concentración de sólidos en el cuarto efecto) que puede facilitar la flotación.	Demanda equipos de mayor tamaño debido a flujos más grandes que en meladura del quinto efecto.

Finalmente, se considera que la tecnología de contacto indirecto puede presentar mejores resultados, pero para su implementación cada ingenio debe estudiar algunos aspectos como por ejemplo el espacio requerido, la disponibilidad de vapores vegetales y la necesidad de realizar mayor mantenimiento.

3.1.3 Aireación

La mayoría de los ingenios realiza la aireación con un disco rotatorio excepto el ingenio 9 que lo hace por medio de toberas porosas y el ingenio 12 que está probando un sistema de aireación por medio de un agitador de aire micronizado, en donde el aire se disuelve en la meladura y al salir a la zona de baja presión en el clarificador forma grandes cantidades de microburbujas (entre 10 y 90 μm).

Se encontraron diferencias en el orden en que se aplica la aireación en el proceso.

- Ingenios 1, 2, 4, 9 y 12 realizan la aireación después del calentamiento.
- Ingenios 3, 5, 7, 8 y 11 antes del calentamiento
- Ingenios 6 y 10 no realizan calentamiento.

Es importante resaltar que se recomienda que la aireación se realice lo más cerca posible del clarificador ya que se espera que la meladura tenga la mayor cantidad de aire posible y que las burbujas sean pequeñas. Al tener etapas de por medio algunas burbujas se escapan antes de la formación de los flóculos y otras incrementan su tamaño por efecto de la coalescencia (cuando dos o más burbujas se fusionan para formar otra de mayor tamaño), lo que ocasiona que se pierda eficiencia en la clarificación.

Por otra parte, la mayoría de los ingenios no tiene ningún control sobre el caudal de aire agregado ni sobre el tamaño de las burbujas. Un ingenio que se destaca en este aspecto es el 5, que implementó un sistema de recirculación de meladura clarificada que se airea y posteriormente se mezcla con la meladura cruda, teniendo la posibilidad de variar el flujo de aire con una válvula que controla el flujo de meladura aireada-clarificada. Por otro lado, el ingenio 7 puede modificar el

caudal de aire ingresando a las toberas porosas por medio de un control de presión.

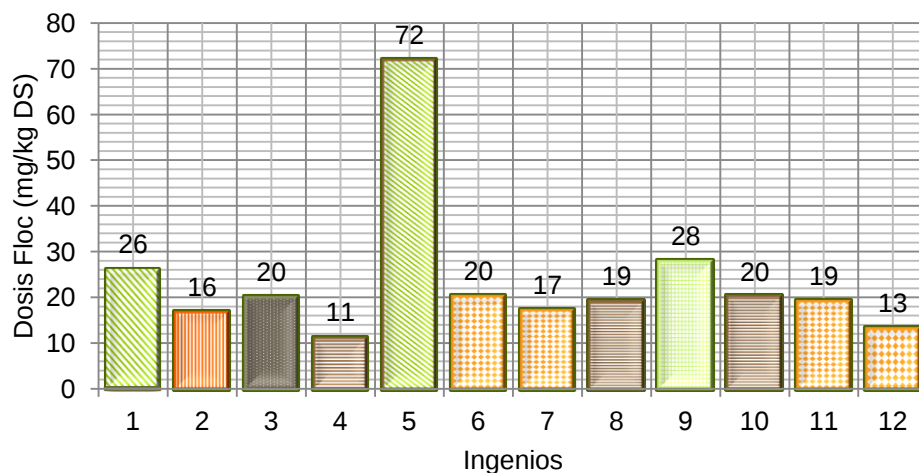
3.1.4 Floculación secundaria

Dada la importancia que tiene el floculante para la operación, éste debe estar totalmente homogenizado con la meladura. Se encontraron dos diferencias principales:

- Ingenios 1, 2, 4, 7, 8, 10, 11 y 12 agregan el floculante y luego hacen pasar la mezcla floculante-meladura por una caja floculadora o mezclador estático para lograr su homogenización.
- Ingenios 3, 5, 6 y 9 agregan el floculante justo antes de entrar al clarificador.

En cuanto a las operaciones de control se destaca el control automático de floculante según el flujo de meladura implementado por 4, 9 y 10.

Figura 13. Dosificación de floculante (mg/kgDS)



En la Figura 13 se pueden apreciar las dosificaciones y los tipos de floculante usados en los diferentes ingenios (cada color representa un producto diferente). Sobresalen 1 y 5, como 2 de los ingenios que están usando el mismo producto y adicionalmente están presentando consumos elevados. Por esta razón se consideró importante realizar una evaluación de los diferentes tipos de floculantes

dependiendo de la calidad de la materia prima, y cuyos resultados se muestran más adelante.

3.1.5 Clarificación

Las figuras 14 y 15 presentan las turbiedades de entrada y salida del proceso. Los ingenios manejan mediciones diferentes: algunos miden absorbancia en unidades ICUMSA a 420 nm, otros miden en unidades NTU, y dado que estas dos escalas son diferentes, no se pueden comparar entre sí.

Figura 14. Turbiedad de la meladura cruda y clarificada medida en unidades ICUMSA a 420 nm

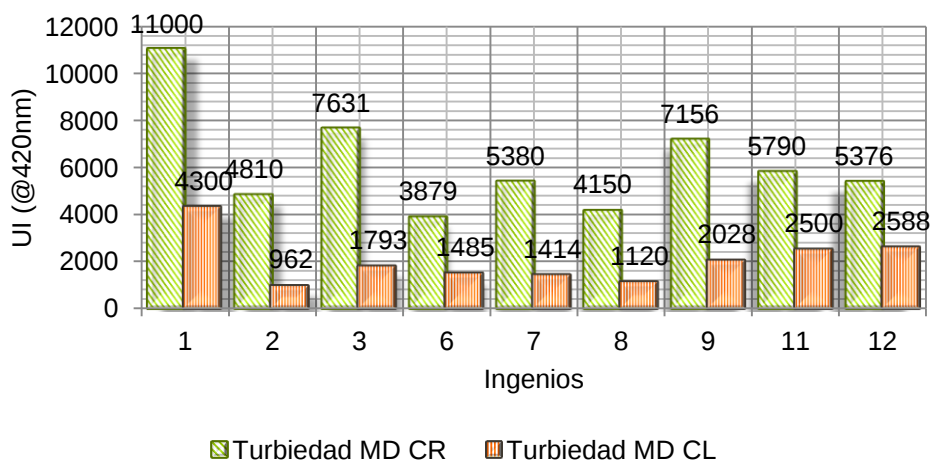
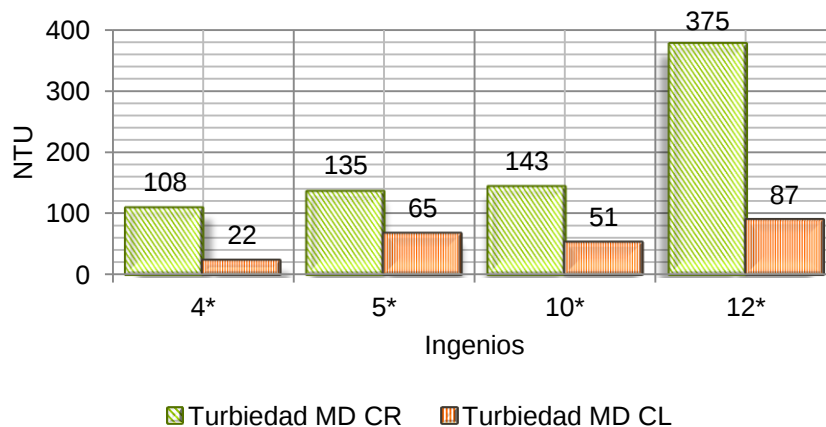


Figura 15. Turbiedad de la meladura cruda y clarificada medida en unidades NTU



A partir de estas figuras se puede tener una idea del contenido de impurezas con el que están saliendo las meladuras de las diferentes estaciones de clarificación. Por ejemplo la meladura del ingenio 1 sale con más turbiedad que la que entra a la estación de 6, lo que demuestra la variabilidad de características de la meladura en el sector. Por otra parte, también se tienen ambos métodos de medición en el ingenio 12.

Con el fin de disminuir la diversidad de estos datos, se decidió trabajar con porcentajes de remoción:

$$\% \text{ Remoción} = \frac{\text{Turbiedad MD CR} - \text{Turbiedad MD CL}}{\text{Turbiedad MD CR}} * 100\% \quad (\text{Ec. 13})$$

Las figuras 16 y 17 son el resultado de todos los parámetros mostrados anteriormente. Los ingenios 1 y 5 son los mismos que tenían temperaturas de operación bajas por el calentamiento directo (Figura 10), son los que más floculante consumen (Figura 13) y a su vez están entre los 3 ingenios con menores porcentajes de remoción de la turbiedad.

Por otra parte, el porcentaje de remoción en el ingenio 12 con ambas medidas de turbiedad presentan valores muy diferentes (52% y 77%), lo que conlleva a la conclusión que ambas medidas no son comparables ni siquiera utilizando el porcentaje de remoción.

La Figura 17 relaciona la remoción de la turbiedad con la dosificación de floculante. De aquí que los que tengan las columnas más altas serán los ingenios que tengan un mayor aprovechamiento del floculante, ya que están removiendo mayor cantidad de impurezas con menos dosis de floculante. Este indicador se puede superponer con la Figura 13 y la Figura 16 puesto que puede dejar la misma conclusión: los ingenios 1 y 5 están teniendo menores porcentajes de remoción para una cantidad significativamente alta de floculante que están agregando, a esto se suma que el floculante usado por ellos es el mismo y que ningún otro ingenio lo usa.

Figura 16. Porcentaje de Remoción de la turbiedad

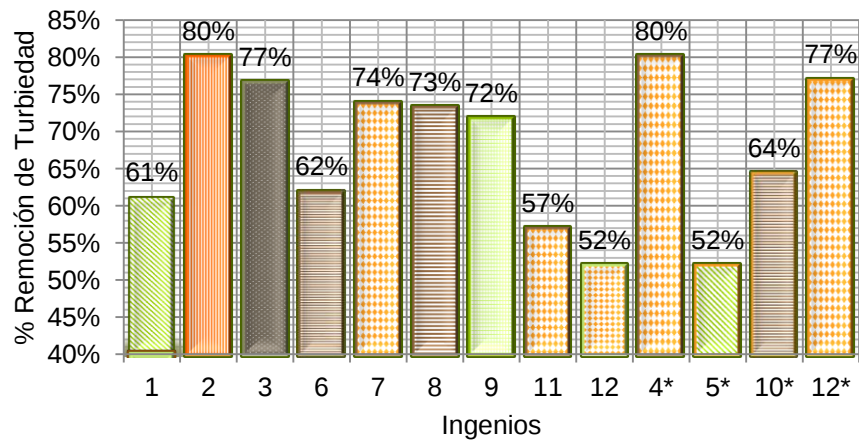
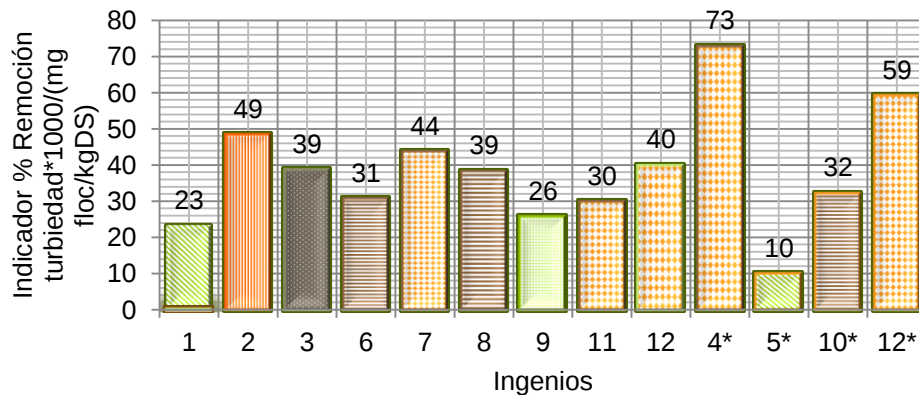


Figura 17. Indicador % Remoción turbiedad*1000/(mg floc/kgDS)



*Ingenios con medición en unidades NTU.

3.1.6 Mejores prácticas

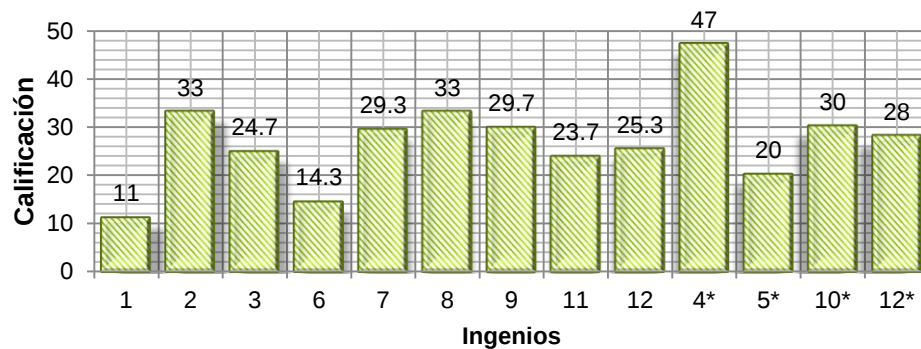
Para completar el *benchmarking* y tener una idea más clara de los ingenios que están operando de manera más eficiente, basados en los resultados anteriores se evaluaron los rubros más importantes, como: dosificación de insumos (ponderados de acuerdo al precio), consumo energético, control de variables de proceso y remoción de turbiedad. Para los tres primeros factores se estableció una escala de 1 a 12, asignando el mayor puntaje (12) al ingenio con mejores resultados. (tabla 2 y en la Figura 18). En cuanto al porcentaje de remoción de turbiedad se

establecieron 2 escalas de ponderación, una para los 9 ingenios con medición de turbiedad en UI de (1 a 12 subdividida equitativamente) y otra para los 4 ingenios con medición en NTU de (1 a 12 con subdivisiones equitativas).

Tabla 2. Calificaciones de cada indicador para los ingenios visitados.

Ingenio	1	2	3	6	7	8	9	11	12	4*	5*	10*	12*
Insumos	5	9	1	2	6	4	7	8	12	11	3	10	12
Energía	1	10	9	4	5	11	8	6	7	12	3	8	2
Control	1	2	4	3	9	10	8	7	5	12	11	6	5
Rem de Turbiedad	4,0	12,0	10.7	5.3	9.3	8,0	6.7	2.7	1.3	12,0	3,0	6,0	9,0
Calificación	11	33	24.7	14.3	29.3	33	29.7	23.7	25.3	47	20	30	28

Figura 18. Calificaciones totales para los ingenios visitados.



*Ingenios con medición en unidades NTU.

En la Figura 18 se puede observar como **8** y **2** son los ingenios con los mejores resultados en el grupo de los que miden en UI. En el grupo de los que miden en NTU es el ingenio **4***. Estos ingenios tienen un buen porcentaje de remoción, tienen consumos bajos de ácido, cal o floculante y bajos requerimientos energéticos.

Estos indicadores de desempeño revelan los problemas que están ocurriendo en algunas de las estaciones de clarificación de meladura. Mayores dosificaciones de insumos no necesariamente se traducen en mejores remociones, puede haber un

valor de dosificación límite por encima del cual no se logra una mejora de los indicadores de desempeño, además de aumentar los costos. Para mantener las dosificaciones en niveles controlados es necesario que el flujo de insumos químicos sea regulado de acuerdo al flujo de meladura. Es importante tener en cuenta que esta dosificación se debe determinar según la calidad del material a procesar (meladura cruda), siendo necesario una mayor dosis cuando los niveles de turbiedad de la meladura son más altos.

Por otro lado, el indicador energético mejora si tanto la tecnología como el control del calentamiento son eficientes. Aunque una disminución en este consumo energético no debe sacrificar la remoción de la turbiedad, que se ve afectada en ingenios que manejan temperaturas de calentamiento inferiores a 81°C (en promedio). También se destaca la importancia de las etapas de purificación del material anteriores (clarificación de jugos, filtración), ya que los ingenios con mayores turbiedades en la meladura cruda (lo que indica mayor presencia de impurezas) tendrán más dificultades para clarificarla.

3.2 PROFUNDIZACIÓN DEL ESTUDIO TÉCNICO.

Con base en los resultados anteriores y para continuar con la segunda fase del proyecto se planteó un seguimiento en 3 ingenios piloto que implicó el monitoreo de las variables de proceso y de mediciones en el laboratorio para relacionarlas con la eficiencia de la operación. Los ingenios seleccionados fueron:

- Ingenio 1: representa uno de los ingenios con menores indicadores de desempeño.
- Ingenio 4: identificado como uno de los ingenios con mejor desempeño.
- Ingenio 12: representa el único ingenio que tiene un sistema de aireación a presión.

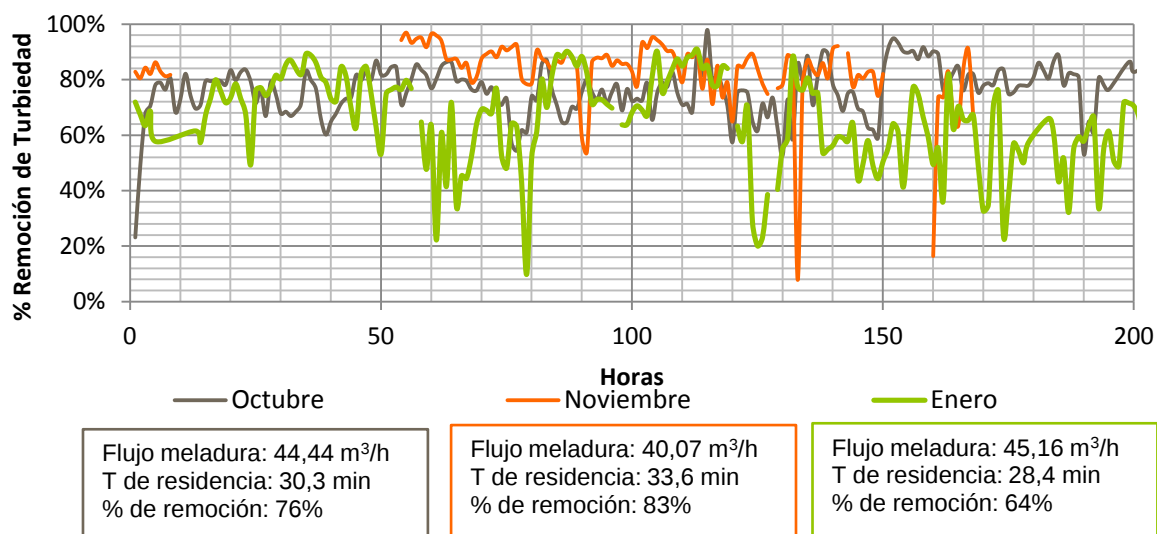
A continuación se presentan los resultados de esta evaluación en orden cronológico. Este orden dependió de la disponibilidad de cada ingenio para iniciar los seguimientos.

3.2.1 Primer ingenio piloto: ingenio 12

Con el fin de estudiar la influencia de algunos parámetros de operación dentro de la eficiencia de la clarificación de meladura y más específicamente en los porcentajes de remoción de turbiedad, se realizó este seguimiento en el Ingenio 12 por un periodo de 3 turnos (8 horas) no consecutivos y adicionalmente se evaluó la aplicación de un nuevo sistema de aireación por aire disuelto en un tanque a presión utilizando datos históricos de 3 meses de operación.

3.2.1.1 Evaluación del nuevo sistema de aireación implementado. Para realizar la evaluación del nuevo sistema de aireación por aire disuelto utilizando un tanque a presión implementado en el ingenio 12, se realizó un seguimiento de las primeras 200 horas (5 días) de tres corridas en la estación de clarificación de meladura (Figura 19): Del 2 al 6 de octubre de 2012 (cuando todavía estaba en funcionamiento el sistema de aireación antiguo), del 3 al 7 de noviembre de 2012 (la primera corrida tras la implementación del nuevo sistema de aireación) y del 1 al 5 de enero de 2013 (dos meses después de la puesta en marcha del equipo). Los porcentajes de remoción de turbiedad en noviembre (con el nuevo sistema) están por encima que los de octubre (83% y 76% en promedio respectivamente). Sin embargo en el mes de enero estos valores vuelven a bajar (64% en promedio).

Figura 19. Porcentaje de remoción de turbiedad para 3 corridas.



En el mes de noviembre se presentaron mejores remociones de turbiedad posiblemente porque el flujo de meladura cruda fue menor que en los otros meses, teniendo en cuenta que el valor típico está alrededor de 44 m³/h, por lo tanto el tiempo de residencia en el clarificador fue mayor. Al parecer el nuevo equipo de aireación también trabajó mejor bajo ese flujo y por ende, la operación de flotación pudo ser realizada de forma más eficiente.

Por otro lado, se promediaron los valores de otras variables influyentes en el proceso (como temperatura de operación, dosis de floculante, turbiedad de meladura cruda y pH de meladura cruda) (Tabla 3). Esto con el fin de analizar más a fondo el comportamiento de la remoción de la turbiedad.

Tabla 3. Promedios de las variables para los 3 meses de seguimiento.

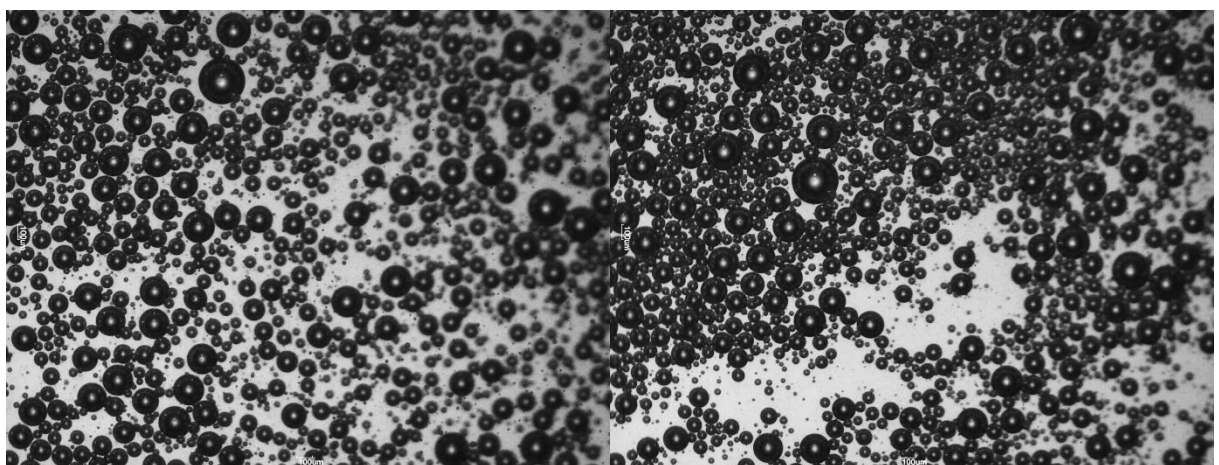
Variable	Octubre	Noviembre	Enero
Temperatura salida (°C)	79.04±3.98	80.43±6.46	79.44±3.68
Brix entrada (°Bx)	55.54±7.70	58.18±7.31	56.07±5.31
Flujo meladura (m ³ /h)	44.44±10.52	40.07±8.68	45.16±7.92
pH	6.11±0.34	6.21±0.27	6.14±0.27
Dosis floculante (mg/kg DS)	13.97±0.11	13.41±0.12	12.10±2.06
Dosis ácido fosfórico (mg/kg DS)	65.31±28.44	64.56±24.21	59.81±10.17
Tiempo de Residencia (min)	30.32±12.07	33.58±9.79	28.37±5.45
Turbiedad entrada (NTU)	375.1±139.5	411.8±178.4	296.3±113.1
Turbiedad salida (NTU)	86.9±61.5	60.1±39.4	100.3±46.1
% Remoción de Turbiedad	75.8±10.8%	83.1±12.3%	64.2±14.8%

Según la Tabla 3, ninguna de las variables antes mencionadas tiene una diferenciación significativa, por lo que las variaciones en el porcentaje de remoción de turbiedad se deberían al cambio en el sistema de aireación y al aumento en el caudal de meladura cruda entrando a la estación. Esto conlleva a suponer, por una parte, que el clarificador está operando en su capacidad límite, puesto que el tiempo de residencia con los flujos reportados en meses como octubre y enero es

muy corto (menos de 30 minutos). Y además, parámetros de operación (como velocidad de agitación) del nuevo sistema de aireación están diseñados para un flujo de meladura de alrededor de 40 m³/h y para flujos superiores, la relación aire/meladura disminuye, afectando negativamente el rendimiento de la clarificación. En este orden de ideas, se recomienda realizar una evaluación a este parámetro del aireador para poder establecer un control en la potencia del motor de agitación en el aireador de acuerdo al flujo de meladura entrando a la estación.

3.2.1.2 Tamaño de burbujas en meladura aireada. En la Figura 20 se presentan fotografías con escala de 40x de la meladura aireada y de la misma muestra 120 segundos después. Se puede apreciar que por efecto de la coalescencia las burbujas tienden a unirse entre sí formando otras de mayor tamaño. Este es un efecto indeseable en el proceso ya que si las burbujas son muy grandes no pueden ser atrapadas por los flóculos, lo que dificulta la flotación de los mismos, además de causar turbulencia en el fluido. Por esta razón, se recomienda que la meladura aireada realice el menor recorrido posible para así mantener las partículas de aire disueltas en el fluido y evitar la coalescencia.

Figura 20. Burbujas en meladura aireada a tiempo 0 segundos (izquierda) y 120 segundos después (derecha).

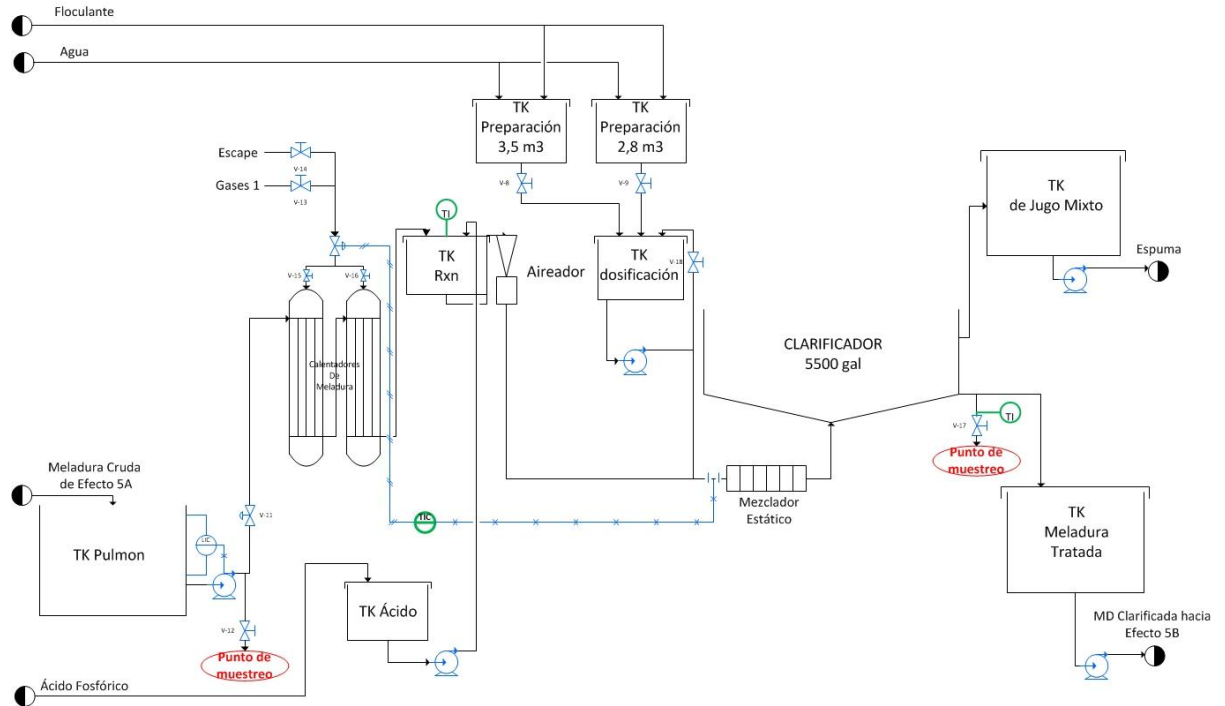


Diámetro promedio: $51.923 \pm 42.68 \mu\text{m}$

Diámetro promedio: $84.96 \pm 41.22 \mu\text{m}$

3.2.1.3 Diagrama de proceso y estrategias de control.

Figura 21. Esquema de proceso Ingenio 12, con ubicación de puntos de muestreo.



En este ingenio, la meladura cruda proveniente del quinto efecto de evaporación (5 A) se deposita en un tanque pulmón de meladura no tratada (Figura 21). Su nivel se controla automáticamente por la potencia de las bombas del flujo de salida. Luego, la meladura se calienta en dos intercambiadores de carcasa y tubos verticales dispuestos en serie. La temperatura de calentamiento se controla automáticamente según el flujo de vapores ingresando a los calentadores. Cuando la presión de los gases 1 es baja, se tiene la opción de alimentar también vapores de escape. El sensor de temperatura de operación se encuentra después del tanque de reacción (en donde se adiciona el ácido fosfórico) y del aireador, esto ocasiona que la acción del controlador se retrase por el tiempo muerto en estas etapas intermedias, además de generar mayores pérdidas energéticas, principalmente en el reactor que se encuentra abierto a la atmosfera y sin aislamiento.

La adición del floculante se realiza a la entrada de un mezclador estático que lo homogeniza con la meladura. Al finalizar la clarificación, la espuma se envía al tanque de jugo mixto y la meladura tratada a una última fase de evaporación (5 B).

3.2.1.4 Seguimiento en variables de proceso. Durante 3 días se realizó un monitoreo de las variables más importantes en el proceso. En la Figura 21 se ubican los puntos de muestreo y los resultados más importantes se presentan en la Tabla 4.

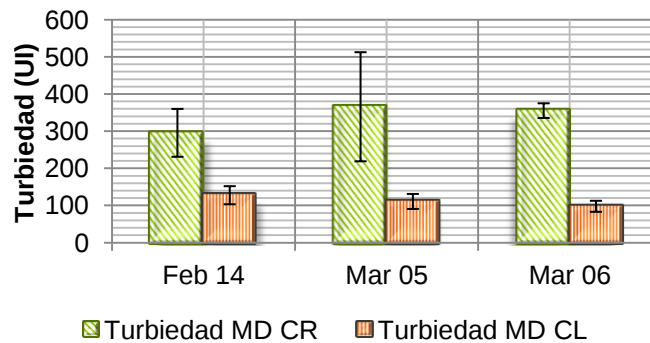
Tabla 4. Promedios de las variables para los 3 días de seguimiento.

Variable	feb-14	mar-05	mar-06
Temperatura (°C)	77,47±0,32	89,34±2,40	87,03±1,39
Brix MD CR	60,75±2,26	60,44±4,25	62,28±2,32
Brix MD CL	59,61±2,26	59,59±4,28	62,86±1,90
Flujo MD CR (m ³ /h)	47,2±6,2	43,0±4,6	44,5±4,5
pH MD CR	5,56±0,10	6,06±0,17	5,98±0,06
pH MD CL	5,50±0,11	5,96±0,14	5,88±0,08
Dosis acido (mg/kg DS)	40,92±4,64	58,41±6,28	50,94±9,90
Dosis floculante (mg/kg DS)	20,92±2,84	14,39±1,81	13,49±1,08
Tiempo de residencia (min)	26,65±3,38	29,66±3,26	28,42±2,74
Turbiedad CR (UI)	29,5±6,4	36,6±14,7	35,5±1,5
Turbiedad CL (UI)	12,8±2,4	11,1±2,0	9,8±1,5
% Remoción de Turbiedad	55,6±9,37%	66,13±12,17%	72,24±5,58%

Durante el segundo y tercer día las remociones de turbiedad en promedio fueron mayores a las del primer día, en el que la temperatura de operación se mantuvo en promedio menor (77,5 °C). Por otro lado, la estabilidad de operaciones anteriores a la clarificación también afecta significativamente, como se puede observar en el segundo día, en donde la turbiedad de entrada fue muy variable, lo que repercutió en la variabilidad del porcentaje de remoción de turbiedad. En el

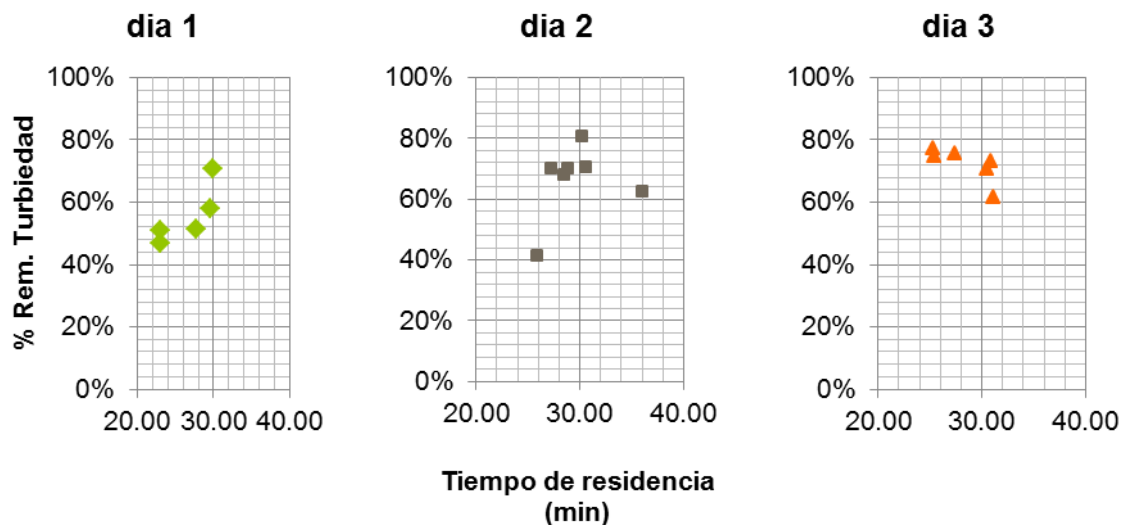
tercer día la turbiedad de entrada estuvo estable, lo que se reflejó en los bajos valores de turbiedad de la meladura clarificada (97,8 UI) y altos niveles de remoción de turbiedad (72,24%).

Figura 22. Remoción de Turbiedad para los 3 días de seguimiento.



- Efecto del tiempo de residencia sobre la operación.

Figura 23. Relación entre la remoción de la turbiedad y el tiempo de residencia en el clarificador.



Se analizó el efecto que tiene el tiempo de residencia en el clarificador sobre la remoción de la turbiedad (Figura 23). Se presenta cada día por separado teniendo en cuenta que las demás variables del proceso no fueron controladas por lo tanto se tuvo un efecto combinado de estas para cada día.

Durante los dos primeros días, bajos tiempos de residencia parecen afectar la remoción de la turbiedad, sin embargo para el tercer día (en el cual se mantuvieron las variables mejor controladas) no se tiene este efecto. Con los resultados del día 3 se puede decir que si se mantienen bien controladas todas las variables del proceso (como temperatura de operación y la dosis de floculante, etc.) se puede disminuir el tiempo de residencia sin afectar la eficiencia de la operación.

- Flujo de meladura cruda. En cuanto a la estrategia de control del tanque pulmón de meladura cruda, el *set point* del flujo saliendo del tanque (línea rosada, Figura 24) se mantiene en 40.88 m³/h (180 gpm), siempre y cuando el nivel de éste (línea roja) esté en el rango establecido (30% y 70%). En caso que este nivel aumente o disminuya, el controlador actúa y regula la válvula ubicada a la salida de las bombas de meladura cruda.

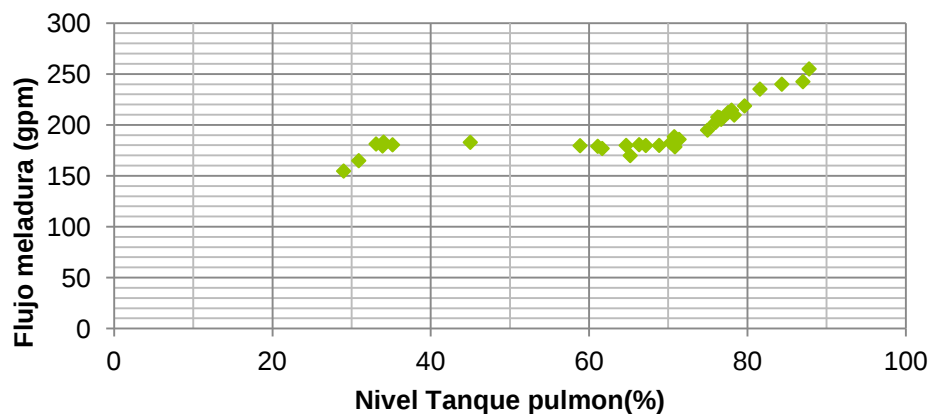
Figura 24. Pantalla del sistema de control el día 5 de Marzo.



Cuando el nivel comienza a subir rápidamente (posiblemente por un aumento súbito en el flujo entrando al tanque), el sistema de control actúa y abre más la válvula (de 50% a 60%) haciendo que el flujo de meladura saliendo del tanque

también aumente. Sin embargo esto parece no ser suficiente y el nivel del tanque sigue subiendo hasta superar el 90%, manteniéndose allí durante casi 3 horas. En este caso se requiere realizar una mejor sintonización del controlador para que de esta forma actúe más rápidamente y con una respuesta más efectiva (incrementando el valor del *set point* y la ganancia) y evitar así que se den este tipo de situaciones.

Figura 25. Relación entre el flujo de meladura y el nivel del tanque pulmón.



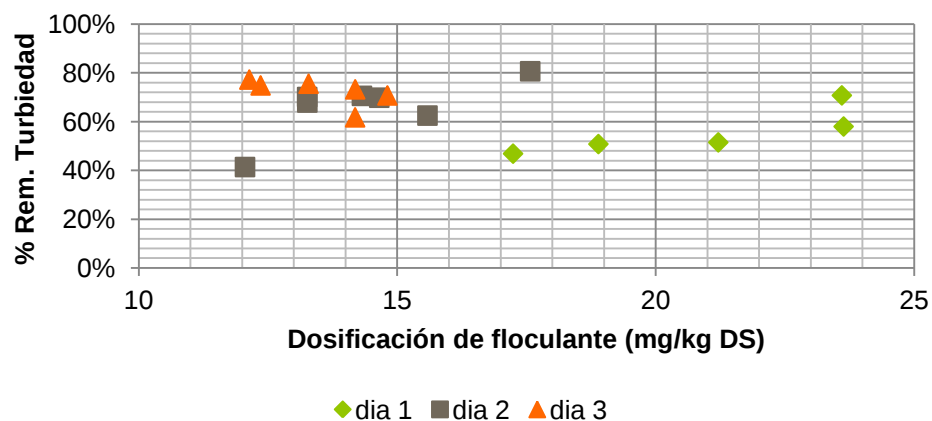
La Figura 25 es el recuento de datos tomados durante los 3 días de seguimiento. En ésta y en la Figura 25 se puede apreciar que la tendencia del tanque es mantener el nivel por encima del 70%. Esto quiere decir que se llena muy rápido y se tiene que operar por encima de $51.10 \text{ m}^3/\text{h}$ (225 gpm). El ajuste continuo que realiza el sistema de control repercute sobre la estabilidad del flujo y esto puede afectar los perfiles de velocidad al interior del clarificador.

Se podría disminuir el tiempo de residencia hasta los 25 min sin afectar la eficiencia de la operación (como se mostró en la Figura 23). Esto teniendo en cuenta que se debe garantizar que la temperatura y las demás variables sean estables y en los niveles adecuados para la óptima operación de la estación. Así, con el fin de mejorar la estabilidad del flujo, se aumentaría hasta $49.51 \text{ m}^3/\text{h}$ (218

gpm) en el rango establecido (entre 30 y 70%) y de esta forma se mantendría el nivel del tanque más bajo.

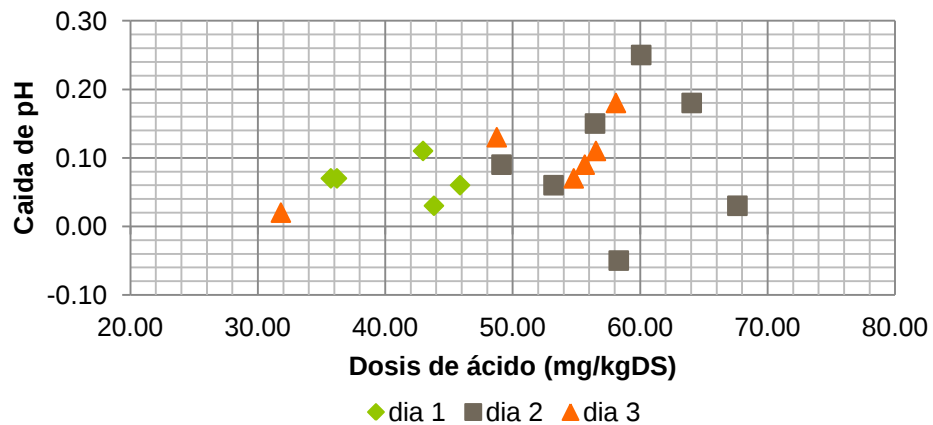
- Insumos. En cuanto al análisis de los insumos usados en la estación, se tiene que los flujos de floculante y de ácido se mantienen constantes, pero las altas variaciones del flujo de meladura hacen que se tenga una mayor variabilidad en las dosificaciones. Se puede tener una dosis de insumos estable siempre y cuando el flujo de meladura también lo sea.

Figura 26. Relación entre la dosis del floculante y la remoción de la turbiedad.



A partir de la Figura 26 se observa que durante el día 1 hubo un exceso en el consumo de floculante, ya que en los otros días se demostró que se podían obtener los mismos resultados en remoción utilizando una dosis menor. La diferencia radica según el comportamiento de las otras variables. Por ejemplo, la temperatura fue menor en el primer día (Tabla 4), siendo esta variable un parámetro clave para propiciar la reacción entre los fosfatos y el calcio, así como para disminuir la viscosidad de la meladura. Operar a esta temperatura pudo causar una baja eficiencia de remoción que no pudo ser compensada con la adición de más floculante.

Figura 27. Relación entre la dosis de ácido y la caída de pH.



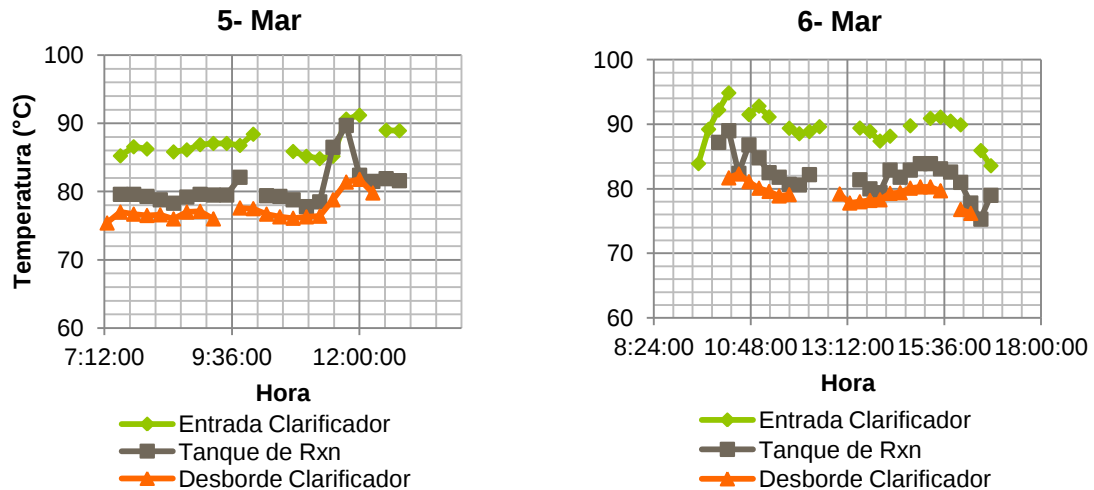
Por otro lado, la dosis de ácido fosfórico agregada afecta directamente la caída de pH entre la meladura cruda y la clarificada (Figura 27). Esto es importante tenerlo en cuenta ya que en el ingenio no consideran necesario agregar cal, puesto que anteriormente habían reducido el uso de este insumo sin encontrar cambios significativos en la calidad de la meladura. Esto hace que el ácido fosfórico sea el insumo que más puede incidir sobre esta caída de pH. Se debe tener en presente que lo recomendado es tener el pH de la meladura entre 6,4 y 6,6 para favorecer la floculación y mantener controladas las pérdidas de sacarosa por inversión (Rein, 2007).

- Temperatura de operación. En la Figura 28 se graficaron 3 series: la temperatura a la entrada del clarificador, la cual se mide mediante un sensor de temperatura cuya señal actúa sobre el sistema de control en los calentadores de meladura. Las otras dos series son temperaturas que fueron medidas solamente durante los días de seguimiento utilizando un termómetro RTD previamente calibrado, una de las cuales se mide en el tanque de reacción y la otra a la salida del clarificador.

La temperatura medida por el sensor a la entrada del clarificador es mayor que la medida con el termómetro RTD en el tanque de reacción, aunque este último está más cerca a los calentadores. Por estos motivos se recomienda realizar una calibración de este sensor ya que mide una temperatura alrededor de 5 °C por

encima de la real. Como consecuencia, el calentamiento sólo está alcanzando 80 °C (según la estrategia de control: 85 °C), pudiendo afectar negativamente la operación.

Figura 28. Seguimiento de la temperatura durante el segundo y tercer día de seguimiento.



3.2.1.5 Recomendaciones de mejora

- El nuevo sistema de aireación presenta mejores resultados en cuanto a la eficiencia sobre la remoción de la turbiedad. Sin embargo se recomiendan ajustar la velocidad de agitación del motor o establecer un control con respecto al flujo de meladura cruda, para que la relación aire/meladura no decaiga y la flotación pueda darse de manera eficiente.
- La temperatura, la dosis de floculante y el tiempo de residencia son tres de las variables que afectan directamente la operación. Se sugiere mantenerlas lo más cercanas posibles de los valores óptimos, para que la operación no disminuya su eficiencia.

- Se recomendó realizar una calibración del sensor de temperatura de meladura entrando al clarificador ya que según las pruebas realizadas presenta una sobreestimación de 5 °C respecto al valor real.
- Se propuso realizar una modificación al control del tanque pulmón de meladura cruda buscando mantener más estable el flujo y más bajo el nivel de dicho tanque. Además, se planteó realizar una mejor sintonización del controlador con el fin de tener un control más rápido y eficiente.

3.2.2 Segundo ingenio piloto: ingenio 1

Para continuar estudiando la influencia de los parámetros de operación dentro de la clarificación de meladura se realizó este seguimiento en el Ingenio 1 por un periodo de 3 turnos no consecutivos con duración entre 6 y 8 horas cada jornada.

3.2.2.1 Diagrama de proceso y estrategias de control. La Figura 29 representa el esquema de la estación de clarificación de meladura ubicando los puntos de muestreo de meladura cruda y clarificada, así como el punto donde se aforó el flujo de floculante y los puntos de medición de temperatura.

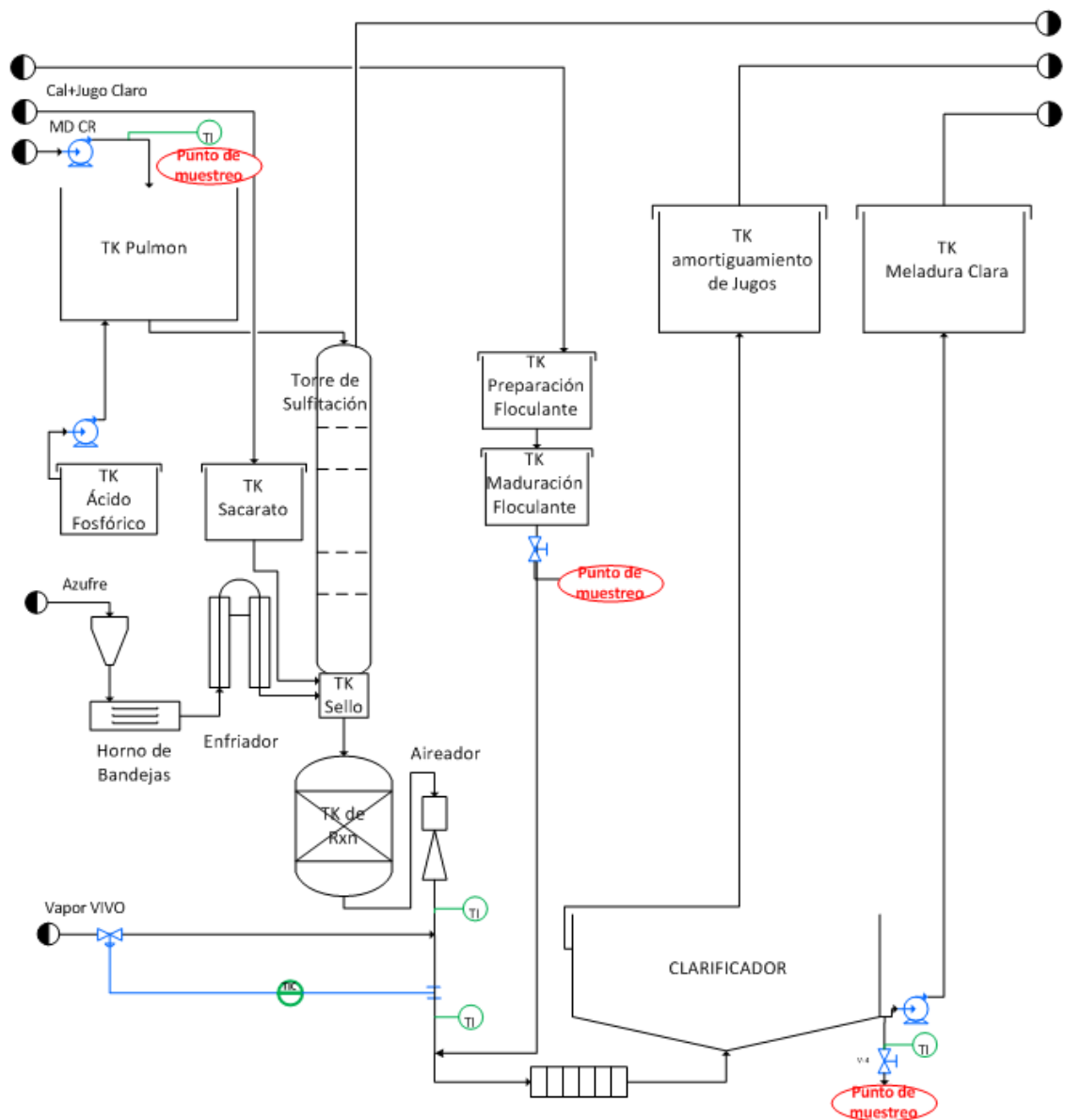
La meladura proveniente del quinto efecto de evaporación llega a un tanque de amortiguamiento donde se le adiciona ácido fosfórico, luego se realiza el proceso de sulfitación, en donde se pone en contacto con SO_2 proveniente de un horno de combustión de azufre tipo estufa y finalmente se le agrega cal para regular el pH.

Luego se realiza la aireación y se adiciona el floculante que se hace pasar por un mezclador estático en donde el floculante y la meladura se mezclan uniformemente. La espuma removida se recircula al proceso en el tanque de amortiguamiento de jugos, y la meladura clarificada es enviada a la etapa de cocimiento.

Es importante resaltar que se recomienda que la aireación se realice lo más cerca posible del clarificador ya que se espera que la meladura tenga la mayor cantidad

de aire posible y que las burbujas sean pequeñas. Al tener etapas de por medio, como en el caso del ingenio el calentamiento y un tanque de amortiguamiento, algunas burbujas se escapan antes de la formación de los flóculos y otras incrementan su tamaño por efecto de la coalescencia (cuando dos o más burbujas se fusionan para formar otra de mayor tamaño) lo que ocasiona que se pierda eficiencia en la clarificación.

Figura 29. Esquema de proceso Ingenio 1, con ubicación de puntos de muestreo.

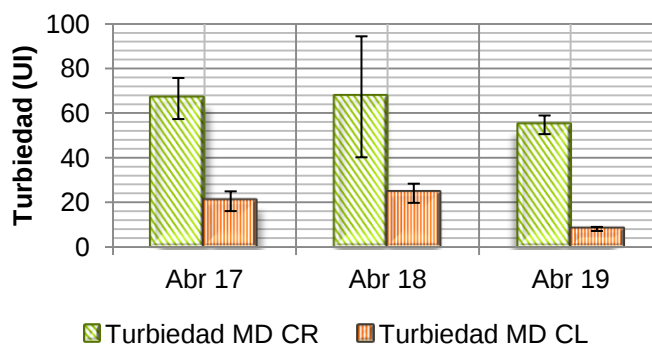


3.2.2.2 Seguimiento en variables de proceso.

Tabla 5. Promedios de las variables durante los 3 días de seguimiento.

Variable	abr-17	abr-18	abr-19
Temp. entrada al clarificador (°C)	81,36	71,22	76,53
Brix MD CR	58,55	52,49	55,32
Brix MD CL	53,95	53,54	48,33
Flujo MD CR (m ³ /h)	7,38	8,48	6,72
pH MD CR	6,02	5,97	6,08
pH MD CL	5,63	5,36	6,39
Turbiedad CR (UI)	66,46	67,24	54,68
Turbiedad CL (UI)	20,42	23,98	7,98
% Remoción de Turbiedad	72%	61%	86%

Figura 30. Remoción de la turbiedad durante los 3 días de seguimiento.

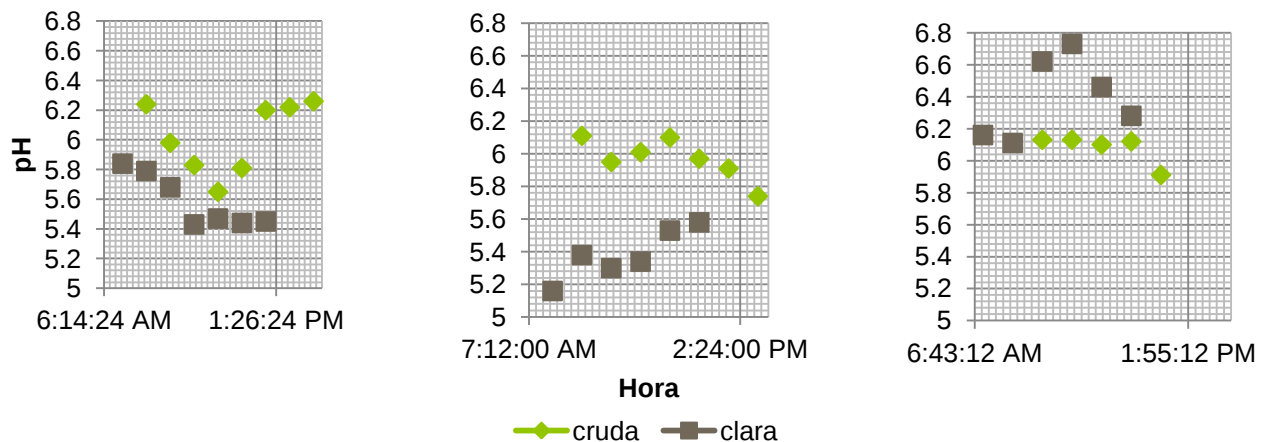


Según la Tabla 5 y la Figura 30, el tercer día presentó mejores remociones en promedio (86%). Tras haber realizado el seguimiento durante los 2 primeros días teniendo porcentajes de remoción de turbiedad bajos y un pH de la meladura clarificada muy bajo. Durante el tercer día se pidió aumentar el flujo de sacarato, lo cual se vio reflejado en el pH de meladura clarificada, (6,39). Al parecer durante los dos primeros días no se alcanzó una dosificación de calcio suficiente para suplir los requerimientos de la floculación primaria. Por otro lado en el segundo día

se presentaron remociones menores y es el día en que se tuvieron menores valores de pH (5,36) y de temperatura de operación (71,22 °C). Estos resultados pueden dar un indicio de cuáles son las variables que pueden afectar la eficiencia de la operación de clarificación.

- pH de encalado. La Figura 31 es el seguimiento sobre el pH de la meladura cruda y de la clarificada realizado durante los 3 turnos. Durante los dos primeros días el pH de la meladura clarificada siempre estuvo por debajo de la cruda. Esto manifiesta que hubo una deficiencia en la adición de cal, ya que este insumo no compensó la caída del pH ocasionada por la adición de ácido fosfórico y la sulfitación. Durante el tercer día, se aumentó el flujo de sacarato de calcio lo que causó que el pH de la meladura clarificada estuviera por encima que el de la cruda y lograra subir hasta valores cercanos a 6,4.

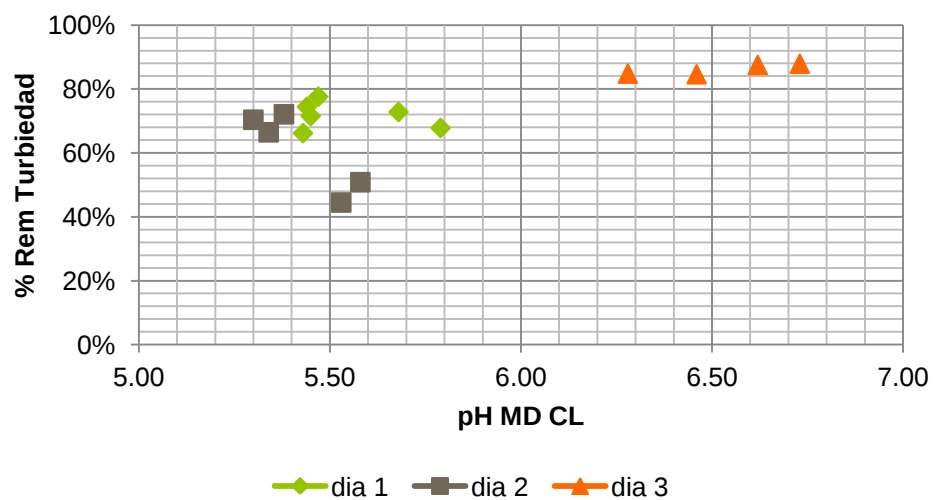
Figura 31. pH de meladura cruda y clarificada durante los 3 días de seguimiento.



En la Figura 32 se presenta el impacto de esta variable sobre la remoción de la turbiedad. En el tercer día de seguimiento, cuando el pH de la meladura clarificada estuvo entre 6,3 y 6,7 la remoción de turbiedad se sostuvo por encima del 80%. Esto ocurre porque durante este día había más calcio disponible para reaccionar con los fosfatos y a su vez atrapar más impurezas, aumentando la eficiencia de la

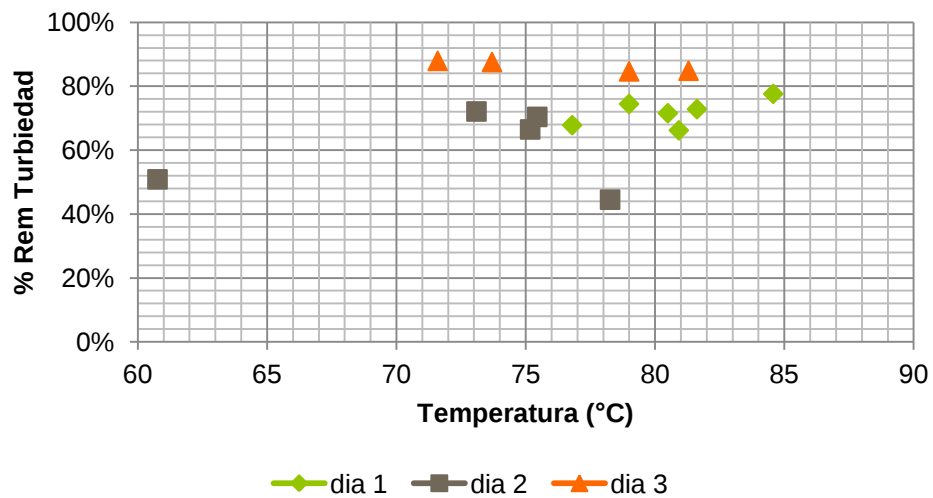
floculación. En el ingenio también se manifestó que durante lo que va corrido del año la pureza de la meladura clarificada desciende casi un punto porcentual con respecto a la de la meladura cruda. Esta situación es de esperarse ya que trabajar con bajos niveles de pH, como ocurrió durante los dos primeros días del seguimiento, hace que se aumenten las reacciones de inversión de la sacarosa y por ende disminuye la pureza del material.

Figura 32. Relación entre el pH y la remoción de Turbiedad



En el ingenio el control del pH se realiza de forma manual. El operario espera 2 horas el resultado de la medición que se realiza en el laboratorio y toma la decisión de regulación de la válvula que controla el flujo de sacarato de calcio. Como ya se ha dicho antes y se confirma con estos resultados, ésta es una variable muy importante en la operación y se recomienda realizar un mejor control sobre ella, posiblemente implementando un medidor de pH en la planta para que el operario pueda realizar esta medición frecuentemente y así actuar de forma más rápida en caso que el pH descienda repentinamente, por ejemplo, a causa de una caña con diferentes características entrando a la fábrica, o si por lo contrario el pH está muy elevado, disminuir el flujo de sacarato, lo que generaría un ahorro económico en los insumos y estabilidad en la operación.

Figura 33. Relación entre la temperatura y la remoción de turbiedad.

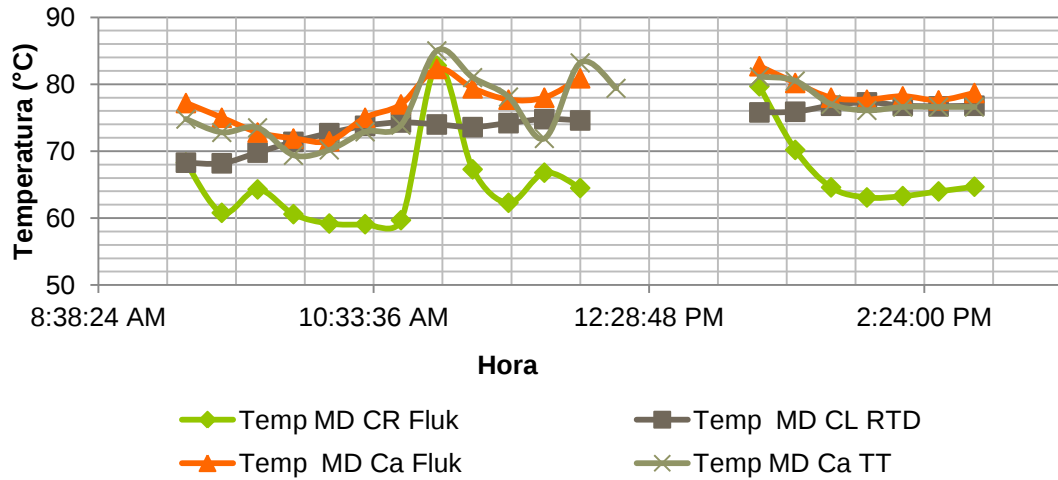


- Control en la temperatura de operación. En la Figura 33 se relaciona la remoción de turbiedad obtenida en cada uno de los días de seguimiento junto con la temperatura de calentamiento de la meladura. Durante el segundo día se presentaron las remociones de turbiedad más bajas y a su vez fue el día en el que se trabajó con una menor temperatura.

Con el fin de comprobar la calibración del sensor de temperatura, durante el tercer día se realizó un seguimiento más detallado de esta variable. En la Figura 34 se graficaron 4 series:

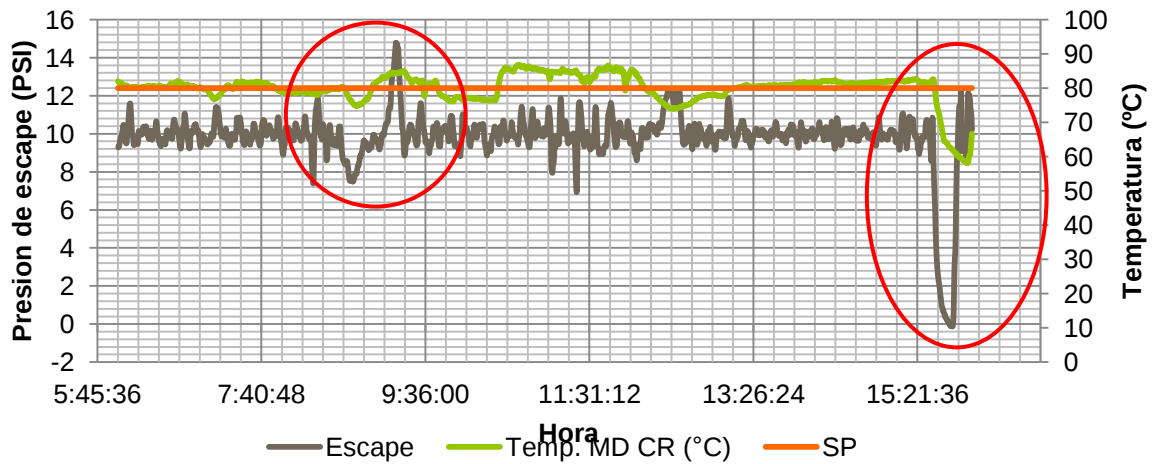
- Temperatura de la meladura cruda medida con el termómetro infrarrojo.
- Temperatura de calentamiento de la meladura medida con este mismo termómetro en la sección de la tubería en donde entra en contacto el vapor de escape.
- Temperatura que marca el sensor de temperatura del sistema de control ubicado en esta misma sección de tubería
- Temperatura de la meladura cruda ubicada en el desborde del clarificador y medida con el Termómetro RTD.

Figura 34. Seguimiento de la temperatura de la meladura durante el día 19 de abril.



La medición de la temperatura de calentamiento medida por el ingenio y la del termómetro infrarrojo son cercanas, por lo que se infiere que dicho sensor se encuentra calibrado. La temperatura en el rebose del clarificador manifiesta que hay una caída de más de 8°C en algunos momentos.

Figura 35. Variables del sistema de control de temperatura durante el 17 de Abril.



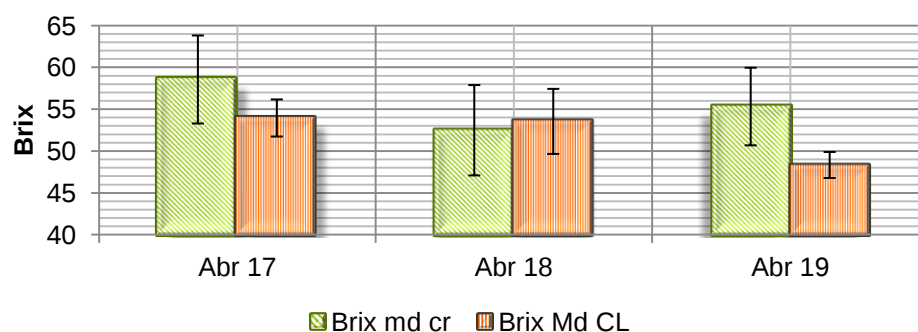
Esta temperatura de calentamiento cuenta con un control automático que regula la apertura de la válvula de vapor de escape. Sin embargo, el tiempo de respuesta es muy prolongado, y cuando se aumenta la temperatura de la meladura a más de

85 °C, los operarios proceden a cerrar la válvula manualmente. El sistema de calentamiento por contacto directo también se afecta por la estabilidad de la presión de vapor de escape (Figura 35). En el momento en el que disminuye la presión de escape también lo hace la temperatura de calentamiento sin efecto del control automático.

Otro factor a tener en cuenta que el *set point* de la temperatura es 80 °C como máximo. En este caso particular el calentamiento por contacto directo no permite operar a mayores temperaturas porque se presenta una ebullición parcial de la meladura en el punto de contacto vapor-meladura y puede impedir el flujo de la meladura o riesgos de rebose de meladura por las tuberías de dosificación de insumos (floculante).

- Caída de Brix. Como se mencionó anteriormente, el calentamiento por contacto directo ocasiona una disminución significativa de la concentración de la meladura debida a la dilución con el vapor. En la Figura 36 se analiza este factor durante los 3 días de seguimiento, mostrando una caída de hasta 7 puntos porcentuales.

Figura 36. Caída de brix los 3 días de seguimiento.



3.2.2.3 Recomendaciones de mejora

- El pH es una variable que afecta significativamente la clarificación de la meladura. Se recomendó que se controle frecuentemente mediante la adición de

sacarato de calcio y se mantenga entre 6,4 y 6,6 para disminuir las pérdidas de sacarosa por inversión, las reacciones formadoras de color y tener una cantidad de calcio propicia para formar los fosfatos de calcio que atrapan las impurezas y mejoran la remoción.

- A corto plazo se propuso la instalación de una válvula de cheque en la sección de la tubería en donde se pone en contacto el vapor de escape directamente con la meladura, para evitar que se devuelva y se pueda hacer el calentamiento hasta una temperatura alrededor de 85°C para mejorar la eficiencia de la operación. A largo plazo se propuso cambiar el sistema de calentamiento por un contacto indirecto que, como se dijo anteriormente, tiene beneficios como ahorro energético y estabilidad en la operación.

3.2.3 Tercer Ingenio Piloto: Ingenio 4

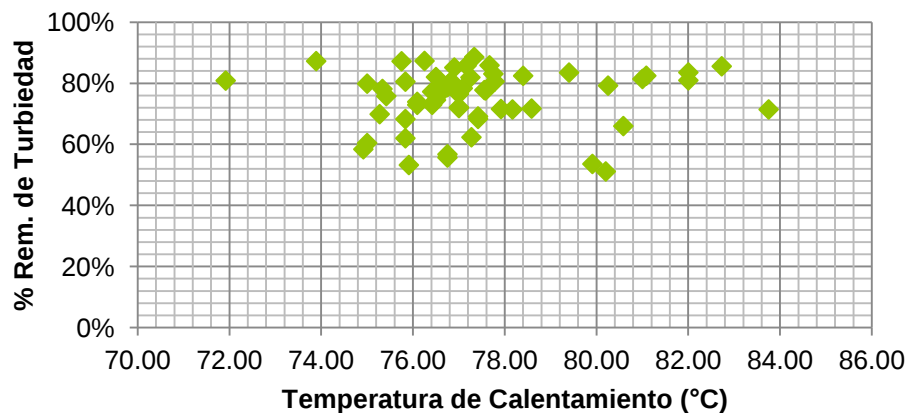
Debido a que este ingenio fue seleccionado por ser calificado en la primera fase del proyecto como el mejor tanto por su bajo consumo de insumos químicos como por sus altos porcentajes de remoción de turbiedad, y a que cuenta con un buen sistema de registro de las variables de proceso, no fue necesario realizar el seguimiento durante los 3 turnos. Con la información suministrada y las entrevistas realizadas tanto al ingeniero encargado como a los operarios de la estación se pudo realizar el estudio a profundidad.

3.2.3.1 Diagrama del proceso y estrategias de control. El proceso de clarificación de meladura en el ingenio (Figura 37) comienza con adición de una fuente alternativa de fosfatos en el tanque sello de meladura no tratada. Luego, la meladura se pone en contacto con SO₂ previamente producido por la combustión de azufre en un horno rotatorio. El contacto con los gases de combustión se hace en contracorriente con la meladura que desciende a través de dos torres de sulfitación dispuestas en serie. La temperatura de los gases de combustión del azufre se controla por medio del flujo de agua de enfriamiento que fluye por la parte externa del enfriador.

A continuación la meladura pasa a un tanque de reacción en donde se agrega el sacarato de calcio. El flujo de este insumo es controlado de acuerdo al pH de la meladura encalada, con el *set point* en 6,4. Después de encalarse, la meladura se airea mecánicamente a través de un disco rotatorio y a continuación pasa a un tanque de amortiguamiento que tiene un sistema de control de nivel regulando el flujo de salida.

Luego, la meladura se calienta por medio de dos calentadores de carcasa y tubos dispuestos en paralelo, cuenta con un sistema de control automático de la temperatura por variación del flujo de vapor. Durante el período analizado (2 meses) la temperatura de la meladura después del calentamiento se mantuvo en promedio en 77 °C lo que parece afectar la remoción de turbiedad (Figura 38**Error! Not a valid bookmark self-reference.**). Cabe recordar que este calentamiento es importante para la operación puesto que propicia las reacciones entre los fosfatos y la cal y disminuye la viscosidad de la meladura (para facilitar la flotación de los flóculos formados).

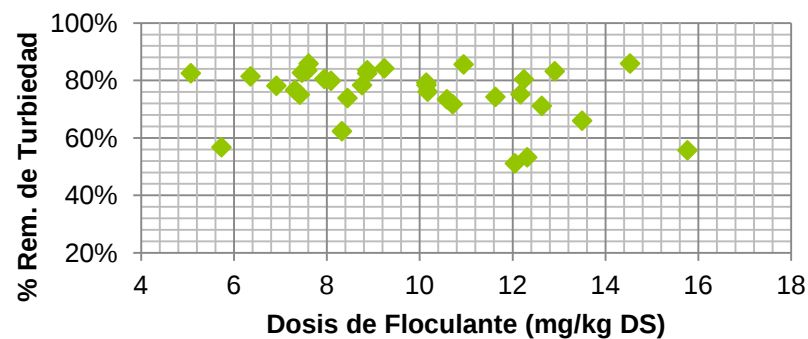
Figura 38.Relación entre la temperatura de calentamiento y el porcentaje de remoción de turbiedad, durante 2 meses de operación.



Después, la meladura se pasa por un tanque flash en donde se libera cierta cantidad de vapor generado en el calentamiento y se adiciona el floculante. El flujo

de este insumo se controla automáticamente según el flujo de meladura del momento. Este control automático es una de las razones por las cuales los consumos de polímero de este ingenio son los más bajos encontrados en la fase 1 del estudio (Figura 13). Las dosis de floculante entre 5 y 16 mg/kg DS no parecen influir significativamente sobre la remoción de turbiedad (Figura 39). Esto quiere decir que hay otros factores de mayor peso que influyen sobre este parámetro de desempeño (temperatura y pH de operación).

Figura 39. Relación entre la dosificación de floculante y el porcentaje de remoción de turbiedad, durante 2 meses de operación.



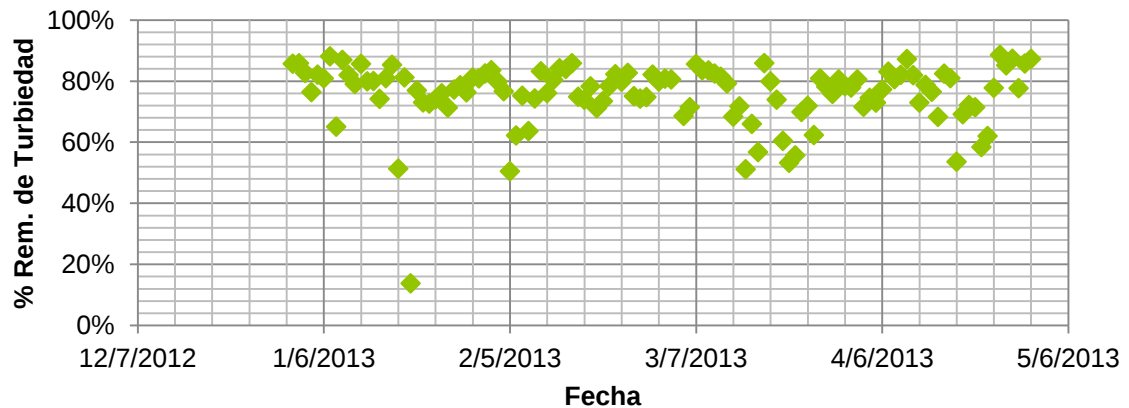
Para una homogenización completa de la mezcla floculante-meladura, se pasa a través de un mezclador estático y finalmente se envía al clarificador. El nivel del tanque pulmón de meladura clarificada se controla a través del flujo de meladura cruda, lo que hace sea más estable la cantidad de meladura pasando a través de la estación.

Tabla 6. Promedios de variables de proceso durante 4 meses de operación.

	Enero	Febrero	Marzo	Abril
Turbiedad MD CR	104.4±31.2	117.8±41.4	98.9±30.6	110.7±44.5
Turbiedad MD CL	23.2±9.8	27.8±13.2	30.6±10.6	24.3±12.5
% Rem. Turbiedad	76.3±13.6%	76.5±7.7%	73.3±10.1%	76.9±8.6%

En la Figura 40 se presentan las remociones de turbiedad obtenidas en el ingenio durante los 4 meses de seguimiento. Se puede observar que todas las estrategias de control y las buenas prácticas operativas antes mencionadas hacen que las remociones tengan promedios relativamente altos, salvo algunos días ocasionales, los valores se mantienen con promedios superiores al 75%.

Figura 40. Porcentajes de remoción de turbiedad para 4 meses de operación.



3.2.3.2 Recomendaciones de mejora

- Como recomendación para el ingenio se propuso implementar la metodología recomendada para la medición de turbiedad según el método ICUMSA G S7-21.
- También se recomendó implementar un sistema de aireación en el cual puedan ser controlados parámetros como cantidad y tamaño de burbujas de aire. Además, que la aireación se realice lo más cerca posible del clarificador ya que se espera que la meladura tenga la mayor cantidad de aire posible y que las burbujas sean pequeñas. Al tener etapas de por medio, como el calentamiento y un tanque de amortiguamiento, algunas burbujas se escapan antes de la formación de los flóculos y otras incrementan su tamaño por efecto de la coalescencia lo que ocasiona que se pierda eficiencia en la clarificación.

3.3 EVALUACIÓN DE PARÁMETROS INVOLUCRADOS EN LA OPERACIÓN.

En la tercera fase del proyecto se realizó una evaluación experimental a escala laboratorio de la relación aire/meladura y de tres floculantes comerciales, con el fin de establecer la relación existente entre la aireación y la dosificación de polímero con respecto a su efecto sobre la remoción de turbiedad en el proceso de clarificación de meladura.

3.3.1 Evaluación de dosis y tipo de floculante

3.3.1.1 Caracterización de los floculantes. A fin de poder comparar a cada uno de los productos seleccionados entre sí, se realizó la caracterización según la viscosidad y el grado de hidrólisis. Los resultados se presentan en la Tabla 7.

Tabla 7. Caracterización de los floculantes.

Producto	Grado de Hidrólisis	Viscosidad a 25°C (cP)	Costo (\$/kg)*
A	30,20%	448,6 ± 56,4	8200
B	36,19%	366,5 ± 35,5	8100
C	34,93%	442,3 ± 38,6	9000

*Costo de los floculantes en el mes de Abril de 2013, depende de las negociaciones entre los proveedores y el ingenio según el volumen de producto que se compra, además de los costos de producción (asociados al costo del petróleo).

Según muestran los resultados del análisis de grado de hidrólisis, el producto denominado con la letra B, tiene una mayor densidad de carga que los demás productos, y posiblemente un menor peso molecular al relacionarlo con su baja viscosidad.

3.3.1.2 Efecto del tipo de meladura sobre la remoción de turbiedad. El primer efecto a analizar es el del tipo de meladura, se utilizó meladura de 2 ingenios con condiciones de materia prima diferente dado su porcentaje de cosecha mecanizada y otras variables anteriores del proceso como la clarificación de jugos, la filtración, etc.

Tabla 8. Características de la meladura cruda.

Variable	Meladura Ingenio 1	Meladura Ingenio 4
Brix	60,44 ± 4,66	59,94 ± 4,16
pH	5,96 ± 0,30	6,55 ± 0,33
Turbiedad (UI @ 900 nm)	40,79 ± 6,53	32,19 ± 5,18

La turbiedad (Tabla 8) fue una de las características más variables para ambos materiales siendo menor en la meladura del Ingenio 4, lo que facilitó la remoción de impurezas al tener una menor proporción de sólidos insolubles. Este mismo ingenio es el que tiene un 45% de cosecha mecanizada, es de esperarse que el contenido de materia extraña sea mayor y que esto repercuta en la turbiedad de la meladura, sin embargo operaciones anteriores al proceso, como la clarificación de jugos y la filtración hacen que este efecto no sea tan significativo al compararlo con el ingenio 1 con cosecha manual. Por otro lado, el pH también presenta variabilidad, siendo para la meladura del ingenio 1 menor que el de la meladura del ingenio 4.

Tabla 9. Análisis de los efectos "Tipo de Meladura" y "pH" sobre la remoción de Turbiedad.

Efecto	Estimador	Pr> t
Tipo de Meladura	17,41	0.0086
pH	17,66	<0.0001

Se utilizó un modelo lineal generalizado mixto para realizar el análisis de varianza (Tabla 9) y se determinó que tanto el tipo de meladura como el pH tienen un efecto

significativo sobre la variable de respuesta (Con un $\alpha = 0,05$). Esto quiere decir que los resultados fueron significativamente mayores (17,41 puntos de remoción de turbiedad) para la meladura del Ingenio 4 que para la del Ingenio 1 y que a medida que aumenta el pH también lo hace la remoción. (17,66 puntos de remoción por cada punto de pH). Hay que tener en cuenta que meladura del ingenio 4 tenía menor turbiedad inicial (Tabla 8), debido a que tiene un proceso con mejor control automático de variables y mejor desempeño de la operación de clarificación de jugo.

3.3.1.2 Impacto del floculante sobre la remoción de turbiedad. Se realizó un test de efectos fijos (Tabla 10) para determinar cuáles de las variables evaluadas tiene un efecto significativo sobre la variable de respuesta (remoción de turbiedad) dando como resultado que tanto el floculante como la dosis afectan significativamente los resultados, al igual que el efecto combinado del tipo meladura, el floculante y la dosis. Esto quiere decir que estadísticamente no se presentaron los mismos resultados ni tendencias para ambas meladuras, tal como ocurre en la industria, un floculante puede funcionar adecuadamente para unas características de material pero al cambiar de un ingenio a otro no presenta los mismos resultados. Ya que la misma naturaleza de los floculantes hace que sean selectivos para diferentes demandas de carga que dependen de las características de las partículas de impurezas.

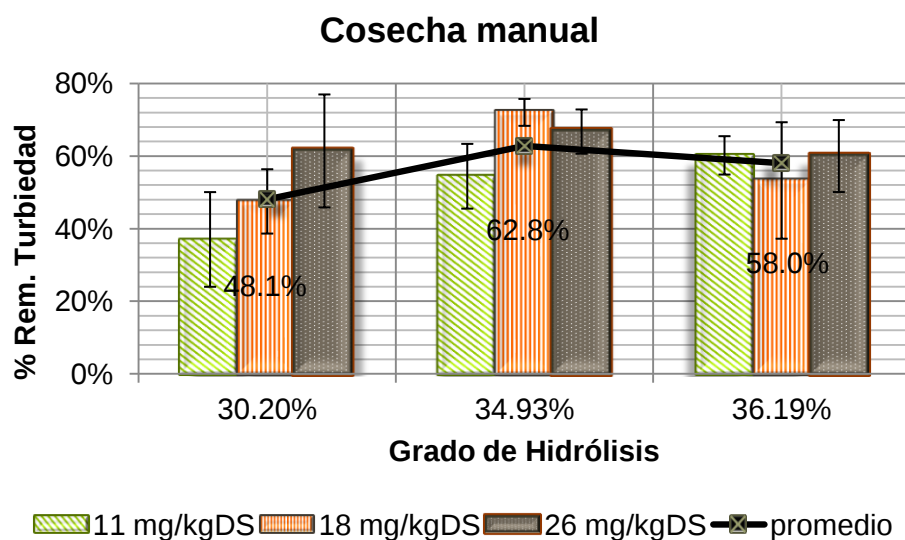
Tabla 10. Test de efectos fijos para “floculante”, “dosis” y el efecto combinado “meladura*floculante*dosis”.

Efecto	F- Valor	Pr > F
Floculante	12.99	<.0001
Dosis	7.29	0.0018
Meladura*floculante*dosis	5.43	0.0012

En cuanto a las remociones de turbiedad alcanzadas para cada uno de los floculantes se encontró que para el caso de la meladura con cosecha manual (Ingenio 1), el floculante con un grado de hidrólisis de 34,93% (Producto C) fue el que tuvo una remoción mayor (62.8% en promedio) (Figura 41).

Por otro lado, cuando aumenta la dosificación del floculante con grado de hidrólisis de 30,20%, también lo hace el porcentaje de remoción de turbiedad, puesto que se aumenta la cantidad de puentes activos en la cadena del floculante atrapando más impurezas en su interior. Esto no ocurre en el floculante con un grado de hidrólisis de 34,93%, en donde la remoción máxima se alcanza con la dosificación intermedia y en el floculante con grado de hidrólisis 36,19% en donde se alcanza la máxima remoción en la dosificación baja y no se aprecia una mejora con el incremento de la dosis. Es posible que al aumentar la cantidad de floculante, se presente una repulsión entre las cargas de las cadenas de este polímero (Murray & Shephard, 1975), causando una disminución en la eficiencia de floculación.

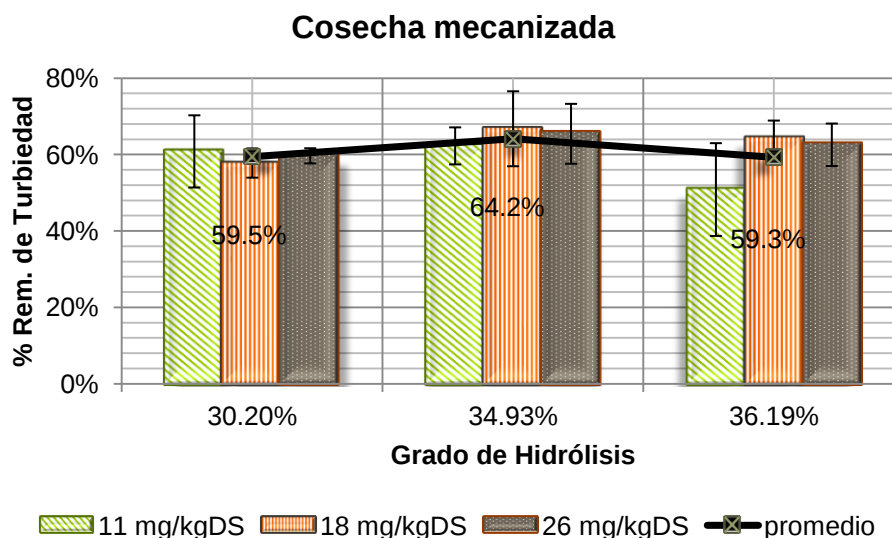
Figura 41. Eficiencia de la operación para los 3 floculantes en la meladura con cosecha manual



Cabe destacar que el ingenio con cosecha manual (ingenio 1) está usando actualmente el floculante con grado de hidrólisis 30,20%, (producto A) con una dosificación de 26 mg/kgDS. Según los resultados, las remociones se podrían mantener o incluso mejorar si se usara la dosificación baja del floculante con grado de hidrólisis 36,19% o una dosis media del floculante con grado de hidrólisis 34,93%. Teniendo en cuenta que el costo de los floculantes actualmente es muy cercano, una disminución en la dosificación utilizada beneficiaría significativamente la economía del proceso.

Análogamente para la meladura con cosecha mecanizada (Ingenio 4) (Figura 42), se encontró que el floculante con un grado de hidrólisis de 34,93% (producto C) también fue el que tuvo mayor remoción de turbiedad, (64.2% en promedio).

Figura 42. Eficiencia de la operación para los 3 floculantes en la meladura con cosecha mecanizada.



En este caso se alcanzan altas remociones con el floculante de menor densidad de carga (30.20%) dosis superiores de este polímero no generan un incremento significativo en la remoción; de igual forma, floculantes con mayor densidad de carga tampoco mejoran significativamente la remoción. El floculante con grado de

hidrólisis alto (36,19%) presenta menores remociones de turbiedad y es a su vez el que tiene menor viscosidad (que asocia con el peso molecular). Estos efectos puede ser consecuencia de una menor concentración de partículas de impurezas (con carga negativa) presente esta meladura, lo que disminuye la densidad de carga requerida en el floculante. A las dosificaciones estudiadas con este material el efecto que tiene mayor relevancia no es el grado de hidrólisis, sino posiblemente el peso molecular.

Por otro lado en el ingenio de dónde se tomó esta muestra de meladura aplica actualmente el floculante con grado de hidrólisis de 36,19% (Producto B) con una dosificación de 11 mg/kg DS. Según los resultados las remociones obtenidas podrían aumentar si se aumenta la dosis de este floculante o se usa algún otro producto.

Para contrastar con los resultados anteriores se realizó un análisis de varianza usando las medias de mínimos cuadrados a trazos (Anexo 5) con el fin de determinar si al aumentar la dosificación de cada floculante se encontraba una diferencia significativa en la remoción de turbiedad. En el caso de la meladura del Ingenio 1, la dosis alta de A y la media de C presentan remociones significativamente mayores, ya que al tener mayor cantidad de impurezas requieren tener una mayor densidad de carga para poder removerla. También se encontró que no existe diferencia significativa entre las dosificaciones de B. En el caso de la meladura del Ingenio 4 no existe diferencia significativa entre las dosificaciones de A ni C, puesto que tienen un alto peso molecular y el grado de hidrólisis no parece ser el efecto de relevancia. Y finalmente, la dosificación media del B presenta mejores resultados. Esto se debe a que el floculante B tiene menor peso molecular, por lo que requiere una mayor dosis, comparada con A y C.

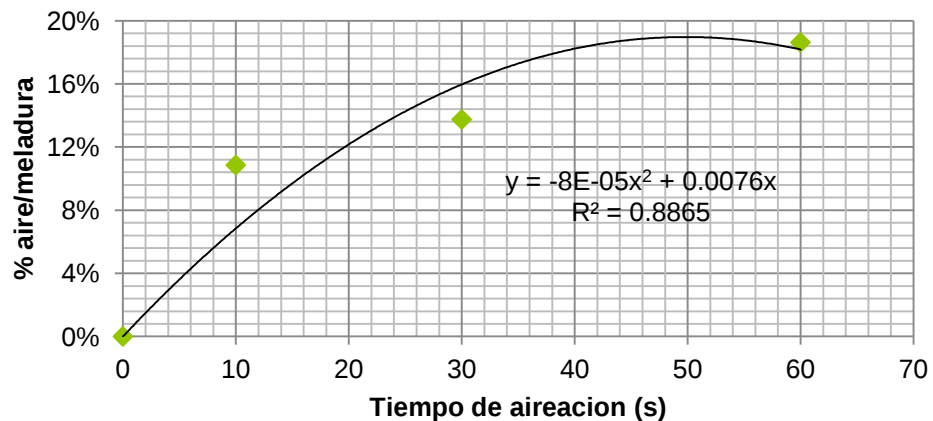
Todo lo anterior quiere decir que ambos efectos tanto el tamaño de las cadenas como la concentración de sitios activos dentro de ellas, tienen efecto significativo en la remoción de turbiedad en el proceso de clarificación de meladura. Sin

embargo al tratarse de una operación por flotación y no por sedimentación se debe evitar formar flóculos muy pesados (con mayor velocidad terminal) que dificulten o retrasen la flotación. Aunque, estos resultados en el rango de pesos moleculares evaluados no presentan este efecto, es de esperarse que se tenga un punto crítico en donde aumentar aún más el peso molecular disminuya la remoción de turbiedad.

3.3.2 Evaluación relación Aire/Meladura

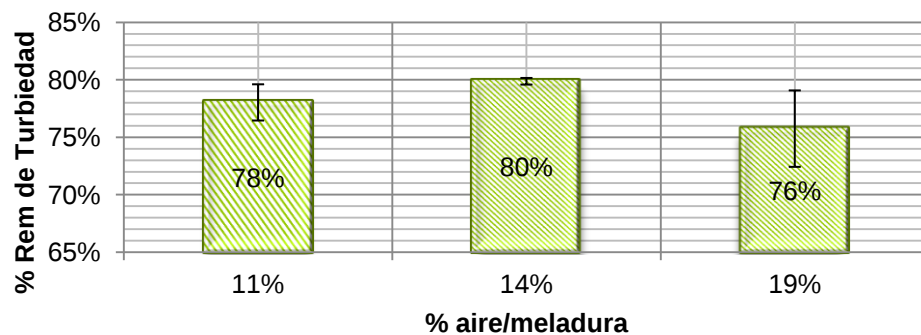
Con el objetivo de evaluar la incidencia de la aireación sobre la eficiencia de la operación, se realizaron ensayos adicionales en donde se varió el tiempo de aireación y así la cantidad de aire agregado a la meladura. Se realizó el mismo procedimiento experimental explicado anteriormente y se midieron los porcentajes de remoción de turbiedad para cada ensayo.

Figura 43. Relación entre el tiempo de aireación y la cantidad de aire agregado a la meladura.



Como primera instancia se procedió a analizar el efecto del tiempo de aireación sobre la cantidad de aire agregado a la meladura (Figura 43). Al ajustar una regresión cuadrática, la aireación alcanzó un punto máximo, aproximadamente a los 50 segundos. Después de dicho tiempo la meladura se saturó de aire y en lugar de agregar más se escapó cierta cantidad de éste a la atmosfera.

Figura 44. Remociones de turbiedad según la cantidad de aire agregado a la meladura.



Según lo observado en la primera etapa de este proyecto son muy pocos los ingenios que miden o controlan esta variable y con base en estos resultados se puede concluir que la cantidad de aire agregado puede afectar la eficiencia de la operación de clarificación de meladura, siendo mejor (a nivel de laboratorio) cuando se realiza entre 11 y 14% de aire en la meladura (Figura 44). Por este motivo, es importante plantear un sistema de control de aireación en los ingenios, por determinación de la densidad de la meladura aireada. De esta manera la eficiencia de la clarificación podría aumentar significativamente.

4. CONCLUSIONES

- Con la variabilidad en los factores climáticos y el aumento de materia extraña entrando a la fábrica, se deben mejorar cada día las operaciones de remoción de impurezas como la clarificación de meladura. Según el *benchmarking* realizado, aunque los ingenios de la región aún tienen varios aspectos por mejorar, el 50 por ciento están teniendo porcentajes de remoción de turbiedad altos ($76 \pm 3.21\%$) y obteniendo meladuras clarificadas con valores de turbiedad aceptables, alrededor de 1500 UI (medida a 420 nm).
- La tecnología de calentamiento incide de manera fuerte sobre el consumo energético. El uso del calentamiento directo causa una dilución de la meladura (disminución de hasta 12 grados Brix). Esto incrementa el consumo energético en un 75% con respecto al calentamiento por contacto indirecto.
- La temperatura es un parámetro importante en la eficiencia de la operación, durante la evaluación en los ingenios piloto se comprobó que cuando la temperatura estaba por debajo del 81°C , las remociones de turbiedad estuvieron 6,7% en promedio más bajas.
- Las características de la meladura cruda también afectan la remoción de la turbiedad. Un material con menor cantidad de sólidos insolubles se clarifica con más facilidad que otro con mayor carga de partículas puesto que demanda un floculante con mayor densidad de puentes activos. Lo que resalta la importancia del control de variables de proceso en las operaciones de remoción de impurezas anteriores a la clarificación de meladura, como clarificación de jugos y filtración.
- La estabilidad del flujo de meladura entrando a la estación también repercute sobre la eficiencia de la operación, puesto que afecta los perfiles de flujo dentro del clarificador, el tiempo de residencia y la eficiencia de otros equipos como el aireador. Durante la evaluación en uno de los ingenios piloto se comprobó que al aumentar el flujo de meladura cruda entrando a la estación disminuía la eficiencia de remoción.

- El grado de hidrólisis y el peso molecular requerido en un floculante depende de la proporción y carga de las impurezas en la meladura. Meladuras con alto contenido de impurezas van a requerir una combinación de alto grado de hidrólisis (34-36%) y alto peso molecular. Por otro lado, para meladuras con bajo contenido de impurezas el efecto del peso molecular parece ser más significativo que el del grado de hidrólisis, en el rango evaluado.
- En algunos casos, con floculantes de alto grado de hidrólisis, al aumentar la dosificación puede ocurrir una repulsión de las cargas en las cadenas, disminuyendo la capacidad de remoción de impurezas.
- En las pruebas a escala laboratorio con tres niveles de relación aire/meladura (11, 14 y 19%), se halló que las remociones de turbiedad fueron mayores en los niveles intermedios. La adición de cantidades de aire excesivas afectan negativamente la remoción de la turbiedad puesto que generan burbujas de mayor tamaño que escapan más rápido a la atmosfera sin dar el tiempo necesario para ocasionar la apropiada flotación de los flóculos.

5. PROYECCIONES Y RECOMENDACIONES

- Continuar realizando evaluaciones de productos nuevos en pro de mejorar la operación de clarificación de meladura y en general las operaciones de separación de impurezas en el proceso azucarero.
- Analizar con mayor profundidad el efecto de la clarificación sobre variables como la cantidad de sólidos insolubles, la pureza, los fosfatos y sulfatos residuales, entre otras; mediante evaluaciones experimentales a nivel laboratorio.
- Realizar ensayos con variación de la cantidad de aire agregado, pero en un rango más pequeño (relación aire/meladura entre 0 y 19% (v/v)) para así determinar cuál es el punto crítico de aireación y validar estos resultados en un ingenio con sistema de aireación ajustable, en pro de mejorar la eficiencia de la estación.
- Realizar pruebas con mezclas entre insumos, de forma que se busquen floclantes con alto grado de hidrólisis y alto peso molecular y se mezclen bajo ciertas proporciones con floclantes de bajo peso molecular.
- Estudiar nuevos diseños de equipos como el clarificador, eyectores para realizar la aireación o sulfitación, aireadores con variador de frecuencia, etc por medio de la dinámica computacional de fluidos (CFD) y evaluaciones a escala laboratorio.

6. REFERENCIAS

ANON. International Commission for Uniform Methods of Sugar Analysis, ICUMSA, Method Book.. Medición de turbiedad en jugos de azúcar: Método GS7-21. Bartens. 2005.

BENNETT, MC, et al. Syrup clarification for improving sugar quality and yield. En: REIN, P. Cane Sugar Engineering. Bartens, 2007, 341 p.

CENTRO DE INVESTIGACION DE LA CAÑA DE AZÚCAR DE COLOMBIA. Diagrama del proceso de obtención de azúcar [online]. 2004. [Cited 2013-05-28] Available from internet: http://www.cenicana.org/pop_up/fabrica/diagrama_obtencion.php.

DAVIS, SB. The chemistry of colour removal: a processing perspective. En: Proceedings of The South African Sugar Technologists' Association, No. 75, 2001, p 328-336.

DOHERTY, William y RACKERMANN, Darryn. Some aspects of calcium phosphate chemistry in sugarcane clarification. En: International Sugar Journal. 111, 2009, p 485-455.

ECHEVERRY, LF y REIN, PW. Numerical study of the flow in air flotation syrup clarifiers. En: Proceedings of The South African Sugar Technologists' Association, No. 80, 2006, p. 378-390.

GIL, John Jairo, Caracterización de floculantes comerciales y obtención de polielectrolitos de acrilamida y ácido acrílico, para su aplicación en la clarificación de los jugos de la caña de azúcar. Trabajo de grado Químico, Cali, Universidad del Valle, Facultad de Ciencias Naturales y Exactas, 2012.

LARRAHONDO, Jesús Eliécer. Composición y características químicas de la caña de azúcar. Cali: Universidad del Valle, 2012, 24 p.

MITCHELL, Brian. An Introduction to Materials Engineering and Science for Chemical and Materials Engineers. New Yersey: John Wiley & Sons, 2004

MURRAY, J. P y SHEPHARD, G. S. Some aspects of flocculant use in clarification and filtration. En: Proceedings of The South African Sugar Technologists' Association, Junio-Julio, 1975, p. 53-58

REIN, Peter. Cane Sugar Engineering. Berlin: Bartens, 2007, p 339-351.

SMITH, IA; SCHUMANN, GT y WALTHER, DC. Some developments in flotation clarification. En: Proceedings of The South African Sugar Technologists' Association, No. 74, 2000, p. 263-266.

STEINDL, R.J y DOHERTY, W.S. syrup clarification for plantation white sugar to meet new quality standards. En: *Proceedings of the XXV Congress of International Society of Sugar Cane Technologist, Guatemala City*, 2005, p 106-116.

VAZ, Claudio M; STAMILE Sérgio M y DA SILVA, José Oswaldo. Clarificación de Meladura por Flotación. *ENGENHO NOVO tecnologia LTDA*, 2008.

ANEXOS

ANEXO 1. MÉTODO PARA LA DETERMINACIÓN DE TURBIEDAD



Método GS7-21 (2007)

Determinación de turbidez en jugo clarificado de caña, jarabes y jarabes clarificados – Aceptado¹

1 Alcance

El método es aplicable a todos los jugos clarificados de caña, jarabes y jarabes clarificados (General Subject 7).

2 Campo de aplicación

El método se aplica para la determinación de turbidez en jugo clarificado, jarabes y jarabes clarificados y es un indicativo de la eficacia del proceso de clarificación.

3 Fundamento

El método mide la absorbancia debida a los sólidos suspendidos en el jugo clarificado o en el jarabe. El índice de turbidez, s , se define como:

$$s = \frac{A}{b}$$

donde

A = absorbancia medida a una longitud de onda de 900 nm, donde el efecto de la absorción de la luz se supone igual a cero.

b = longitud de la cubeta en cm.

4 Aparatos

4.1 Espectrofotómetro – adecuado para la medida de absorbancia a 900 nm equipado con cubetas de 1 cm apareadas. El espectrofotómetro debe cumplir con las siguientes especificaciones:

- ancho de banda espectral de 10 nm o menor,
- reproducibilidad de longitud de onda $\pm 0,5$ nm,
- reproducibilidad de absorbancia $\pm 0,003$ a un valor de absorbancia 1,0.

4.2 Filtro de membrana.

4.3 Refractómetro, p. ej. del tipo Abbe.

5 Procedimiento

5.1 Diluir el jarabe o el jarabe clarificado con agua destilada filtrada a través de un filtro de membrana de 0,45 μ m hasta 25 ± 2 °Brix. Mezclar bien la muestra

diluida. Medir el Brix de la muestra diluida refractométricamente. Emplear esta muestra para la medida de la turbidez.

5.2 En el caso de jugo clarificado, purgar la tubería de toma de muestra de jugo y enjuagar el recipiente de muestra con jugo caliente inmediatamente antes de tomar la muestra. Enfriar la muestra caliente bajo agua corriente a temperatura ambiente (aproximadamente 15–25 °C) inmediatamente. Realizar los siguientes pasos tan pronto como sea posible pero, si fuera necesario, la muestra puede ser almacenada en un recipiente hermético en un refrigerador (aproximadamente a una temperatura de 5 °C) durante un máximo de 12 horas.

Tomar un par de cubetas de 1 cm apareadas. Enjuagar una cubeta dos veces con jugo y llenarla con la muestra fría. Similarmente, enjuagar y llenar la otra cubeta con agua destilada.

Leer la absorbancia de la solución de muestra con respecto a agua destilada en el espectrofotómetro a 900 nm. Registrar la lectura aproximando a 0,001 de absorbancia.

6 Expresión de resultados

6.1 Cálculos. El índice de turbidez, s , es generalmente un número pequeño, de manera que la Turbidez, S , se expresa como $S = 100 \times s$. Entonces:

Turbidez $S = 100 \times$ absorbancia

6.2 Precisión. El rango esperado de resultados para S se encuentra entre 0 y 30.

7 Bibliografía

1. Londhe M.B. (2006); Referee's Report, General Subject 7, ICUMSA

8 Historia

Con el permiso del BSES se tomó en 1994 la mayor parte del Método GS7-21 para jugo clarificado del "Laboratory Manual for Australian Sugar Mills, Volume 2". En 2006 fue revisado por ICUMSA para incluir jarabes y jarabes clarificados.

ANEXO 2. FORMATO DE RECAUDO DE INFORMACIÓN - BENCHMARKING.

REPORTE DE VISITA

Fecha		
Ingenio		
Personas contactadas	Ing.	Correo
	Op.	
	Op.	

PARÁMETROS DE OPERACIÓN DE CLARIFICADOR DE MELADURA

PARÁMETRO	VALOR
% cosecha mecanizada	
Molienda (ton/h)	
Flujo de meladura (másico o volumétrico)	
¿Proveniente de cuál efecto?	
Forma de medición de la turbiedad	
Turbiedad de meladura cruda	
° Brix meladura cruda	
Contenido promedio de fosfatos en meladura cruda	
Contenido promedio de sulfatos	
Temperatura de entrada	
pH meladura cruda	
Fosfatación (si o no)	
Dosificación de H_3PO_4	
Flujo de H_3PO_4 (ml/min)	
Concentración de H_3PO_4 agregado	
Dosificación de S	
pH después de sulfitación	
Turbiedad meladura sulfitada	
Sacarato de calcio o cal?	
Contenido de CaO aprovechable	
Dosificación de cal o sacarato	
pH después de adición de cal	
Dosificación de aire [m^3/m^3 meladura]	
Tecnología de aireación	
Tanque de desaireación (si o no)	
Tipo y nombre de floculante	
Dosificación de floculante	
Cantidad de floculante preparada por carga	
Volumen de tanque de preparación de floculante	
Temperatura de operación	

Calentamiento previo de meladura (si o no)	
Método de calentamiento	
Enfriamiento posterior de meladura (si o no)	
Temperatura final de meladura	
Velocidad de raspadores (rpm)	
Turbiedad meladura clarificada	
% Reducción de turbiedad	
°Brix meladura clarificada	
pH meladura clarificada	
Tiempo de residencia	

CONTROL DE VARIABLES Y PARÁMETROS DE OPERACIÓN

Adición de ácido fosfórico - Flujo de ácido	
pH -Cal/sacarato	
Temperatura(vapor)	
Flujo de meladura cruda	
Flujo de aire	
Floculante	

ANÁLISIS DE PRÁCTICAS DE OPERACIÓN

PARÁMETRO		VALOR
Meladura		
Flujo	No	
	Aumenta	
	Disminuye	
pH	Aumenta	
	Disminuye	
Brix	Aumenta	
	Disminuye	
Turbiedad o partículas suspendidas	Aumenta	
	Disminuye	
Color	Aumenta	
	Disminuye	
Operación		
Nivel de Espuma	Aumenta	
	Disminuye	
Flujo de aire	Aumenta	
	Disminuye	
Temperatura	Aumenta	
	Disminuye	

ANEXO 3. CÁLCULO DE LA RELACIÓN AIRE/MELADURA.

$$V_{mz} = V_m + V_a$$

$$\frac{V_a}{V_{mz}} = 1 - \frac{m_m/\rho_m}{m_{mz}/\rho_{mz}}$$

$$m_{mz} = m_m + m_a \approx m_m \quad \text{ya que} \quad m_m \gg m_a$$

$$\frac{V_a}{V_{mz}} = 1 - \frac{\rho_{mz}}{\rho_m}$$

$$\% \frac{\text{aire}}{\text{meladura}} = \left(1 - \frac{\rho_{mz}}{\rho_m} \right) * 100$$

Dónde:

a= aire

m= meladura

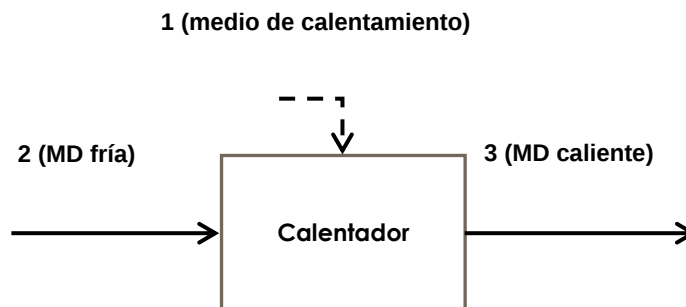
mz= mezcla aire + meladura

ANEXO 4: CÁLCULO DE LOS CONSUMOS ENERGÉTICOS.

Teniendo en cuenta los diferentes tipos de tecnología de calentamiento existentes, se determinaron los consumos energéticos en cada caso como se expone a continuación:

- Contacto directo. En este tipo de calentamiento un caudal de vapor se mezcla directamente con la meladura; la condensación del vapor aumenta la temperatura del fluido. El consumo energético se calculó sumando el cambio de entalpía de la meladura a través del sistema de calentamiento, el calor necesario para evaporar el agua condensada (para compensar la caída del brix) y la energía necesaria para reponer la caída de temperatura a lo largo del proceso, así:

Figura 45. Esquema para el cálculo del consumo energético.



$$\dot{Q} = (\dot{m}_3 h_3 - \dot{m}_2 h_2) + \left(\frac{Bx_2 - Bx_3}{Bx_3} \dot{m}_2 \Delta H_{vap} \right) + \dot{m}_3 c_p (T_2 - T_f)$$

Dónde:

$\dot{m}_i$ = flujo másico (kg/h).

h_i = entalpía específica (kJ/kg).

Bx_i = Concentración de sólidos disueltos (%).

ΔH_{vap} = Calor de vaporización del agua a la presión de operación de los tachos (kJ/kg).

c_p = capacidad calorífica de la meladura (kJ/kg°C).

T_i = Temperatura ($^{\circ}\text{C}$).

T_f = Temperatura final de la meladura clarificada ($^{\circ}\text{C}$).

- Contacto indirecto. La meladura que pasa a través de los tubos de un intercambiador de calor se calienta gracias a la energía cedida por el vapor que pasa alrededor de estos. De esta forma, el vapor intercambia calor con la meladura sin necesidad de mezclarse con ella. El consumo energético se calcula por medio del calor necesario para aumentar la temperatura hasta la de operación, más las respectivas caídas de brix y temperatura a lo largo del proceso, tal como sigue:

$$\dot{Q} = \dot{m}_2 c_p (T_3 - T_2) + \left(\frac{Bx_2 - Bx_3}{Bx_3} \dot{m}_2 \Delta H_{vap} \right) + \dot{m}_2 c_p (T_2 - T_f)$$

- Clarificación del cuarto efecto. En este caso, la meladura proveniente del cuarto efecto de evaporación, a una temperatura promedio de 85°C , ingresa al proceso de clarificación y luego se envía hacia el quinto efecto. De esta forma no se necesita calentamiento. Sin embargo, la caída de temperatura en todo el proceso de clarificación deberá compensarse en el quinto efecto. Por lo tanto, el consumo energético en este caso se calcula de la siguiente manera:

$$\dot{Q} = \dot{m}_2 c_p (T_2 - T_f) + \left(\frac{Bx_2 - Bx_3}{Bx_3} \dot{m}_2 \Delta H_{vap} \right)$$

ANEXO 5. TEST F: MEDIAS DE MÍNIMOS CUADRADOS A TRAZOS

F Test for meladu*flocula*dosis Least Squares Means Slice					
Slice: Meladura	Floculante	Num DF	Den DF	F-Valor	Pr > F
1	A	2	46	11.72	<.0001
	B	2	46	1.42	0.2510
	C	2	46	4.46	0.0170
2	A	2	46	0.30	0.7442
	B	2	46	4.32	0.0191
	C	2	46	0.21	0.8145

T Grouping for meladu*flocula*dosis Least Squares Means Slice (Alpha=0.05)					
LS-means with the same letter are not significantly different.					
Slice: Meladura	Floculante	dosis	Estimate		
1	A	Alta	656.101	A	
		Media	511.211	B	
		Baja	411.587	B	
	B	Alta	671.591	A	
		Baja	664.867	A	
		Media	591.896	A	
	C	Media	770.690		A
		Alta	703.246	B	A
		Baja	609.254	B	
2	A	Baja	558.385	A	
		Alta	546.331	A	
		Media	520.103	A	
	B	Media	596.737	A	
		Alta	562.190	A	
		Baja	453.793	B	
	C	Alta	610.772	A	
		Media	596.546	A	
		Baja	578.270	A	

ANEXO 5. RESUMEN VARIABLES DE RESPUESTA, EVALUACIÓN DE FLOCULANTES.

Prueba	Mel	Floc	Dosis	% Remoción Turbiedad					
				1	2	3	4	prom	desv
1	1	A	Alta	43.7	71.6	77.0	53.2	61.4	15.6
2	1	A	Media	45.3	39.9	57.2	0.0	47.5	8.9
3	1	A	Baja	28.6	34.3	56.2	29.0	37.0	13.0
4	1	B	Alta	49.6	61.1	69.3	0.0	60.0	9.9
5	1	B	Media	35.7	46.1	72.9	58.3	53.3	16.1
6	1	B	Baja	54.8	57.1	62.2	66.6	60.2	5.3
7	1	C	Alta	69.1	60.5	74.1	63.2	66.7	6.1
8	1	C	Media	67.9	0.0	75.1	73.1	72.0	3.7
9	1	C	Baja	53.0	45.4	66.7	52.5	54.4	8.9
10	4	A	Alta	61.2	59.2	61.3	57.1	59.7	2.0
11	4	A	Media	63.4	54.7	56.9	56.3	57.8	3.8
12	4	A	Baja	68.4	63.1	47.1	64.9	60.9	9.5
13	4	B	Alta	65.2	60.5	56.0	68.7	62.6	5.6
14	4	B	Media	67.5	60.6	60.4	69.1	64.4	4.5
15	4	B	Baja	62.0	33.9	51.1	56.5	50.9	12.2
16	4	C	Alta	72.2	58.9	58.5	72.3	65.5	7.8
17	4	C	Media	73.1	0.0	55.5	71.8	66.8	9.8
18	4	C	Baja	68.4	58.5	58.3	64.1	62.3	4.9

ANEXO 6. RESUMEN VARIABLES MEDIDAS, EVALUACIÓN DE RELACIÓN AIRE/MELADURA.

Prueba	Aire (s)	MD CR						MD CL						% Rem. Turbiedad	
		Brix		pH		Turbiedad		Brix		pH		Turbiedad		1	2
		1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2
1	10	58,7	58,7	5,85	5,85	57,4	57,4	58,5	59	6,38	6,32	15,27	12,57	73,4	78,1
2	30	58,7	58,4	5,85	5,92	57,4	58,0	58,8	58,5	6,32	6,28	11,67	11,57	79,7	80,1
3	60	58,7	58,4	5,85	5,92	57,4	58,0	59,1	58,8	6,16	6,25	11,97	13,4	79,5	76,9

ANEXO 7. VARIABLES MEDIDAS, EVALUACIÓN DE FLOCULANTES.

Prueba	Mel	Floc	Dosis	MD CR												MD CL							
				Brix				pH				Turbiedad				Brix				Turbiedad			
				1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4
1	1	A	Alta	57.7	64.4	58.5	57.4	5.6	6.5	5.9	6.1	37.4	34.7	44.9	34.5	57.3	63.9	58.1	58.3	21.1	9.9	10.3	16.1
2	1	A	Media	58.5	64.4	58.5	57.4	5.6	6.5	5.9	6.1	34.7	34.7	45.0	42.1	58.8	66.7	58.6	58.1	19.0	20.9	19.2	13.5
3	1	A	Baja	58.5	64.4	58.0	57.4	5.6	6.5	5.9	6.1	34.7	34.7	46.6	34.5	59.7	70.1	59.2	58.4	24.8	22.8	20.4	24.5
4	1	B	Alta	58.1	70.8	58.5	57.4	5.5	6.1	5.9	6.1	35.6	51.0	46.1	34.5	58.9	68.8	58.2	58.3	18.0	20.4	14.2	23.0
5	1	B	Media	57.7	70.8	58.0	57.5	5.6	6.1	5.9	6.1	37.4	51.0	46.6	38.5	59.3	69.5	57.6	57.8	24.1	27.5	12.6	16.0
6	1	B	Baja	58.1	70.5	58.5	57.5	5.6	6.1	5.9	6.1	34.0	53.8	44.9	41.2	59.2	69.6	59.1	59.4	15.4	23.5	17.0	13.8
7	1	C	Alta	58.1	64.4	58.0	57.5	5.5	6.7	5.9	6.1	35.6	34.7	46.6	38.5	58.5	68.3	57.7	56.9	11.0	13.7	12.1	14.2
8	1	C	Media	58.1	70.5	58.5	57.4	5.6	6.1	5.9	6.1	34.0	53.8	46.1	42.1	59.2	70.0	58.6	58.7	10.9	33.5	11.5	11.3
9	1	C	Baja	58.1	70.8	58.5	57.4	5.6	6.1	5.9	6.1	34.0	51.0	44.9	34.5	59.2	70.1	58.6	58.5	16.0	27.8	14.9	16.4
10	4	A	Alta	53.2	65.3	57.5	61.8	6.8	6.6	6.1	6.8	27.4	33.7	32.9	37.5	53.4	62.1	57.1	62.4	10.6	13.8	12.7	16.1
11	4	A	Media	55.1	64.9	58.5	62.6	6.9	6.5	6.1	6.9	19.8	37.0	32.6	40.2	56.5	68.6	58.1	62.0	7.3	16.3	14.1	17.6
12	4	A	Baja	53.2	65.2	58.5	62.6	6.8	6.5	6.0	6.9	27.4	37.0	30.1	36.1	53.4	65.8	59.2	64.7	8.7	13.7	15.9	12.7
13	4	B	Alta	55.1	65.2	57.2	62.6	6.9	6.6	6.1	6.9	19.8	34.2	31.7	40.2	55.7	65.5	57.1	63.1	6.9	13.5	14.0	12.6
14	4	B	Media	53.2	65.2	58.5	61.8	6.8	6.5	6.1	6.8	27.4	37.0	32.6	37.5	52.8	65.1	59.5	62.4	8.9	14.0	12.9	11.6
15	4	B	Baja	55.1	65.2	58.5	61.4	6.9	6.6	6.1	6.7	22.1	34.2	32.6	34.9	56.2	68.0	59.0	63.4	8.4	22.6	16.0	15.2
16	4	C	Alta	55.9	64.9	58.5	61.8	6.7	6.5	6.0	6.8	27.4	34.8	30.1	37.5	55.6	65.2	58.6	61.8	7.6	14.3	12.5	10.4
17	4	C	Media	55.9	65.2	58.5	62.6	6.7	6.5	6.0	6.9	27.4	29.1	30.1	36.1	56.2	63.4	58.6	63.7	7.4	21.5	13.4	10.2
18	4	C	Baja	53.2	65.2	57.2	61.4	6.8	6.5	6.1	6.7	27.4	37.0	31.7	34.9	53.4	64.1	58.1	62.6	8.7	15.8	13.2	12.5