

ANÁLISIS DEL EFECTO CUANTITATIVO DEL pH DE JUGO ENCALADO Y EL TIPO Y
DOSIFICACIÓN DE FLOCULANTE EN LA CLARIFICACIÓN DE LOS JUGOS DE
AZÚCAR DE CAÑA EN RIOPAILA CASTILLA S.A.

NATALIA FERNANDA ALARCÓN PULISTAR

UNIVERSIDAD DEL VALLE
FACULTAD DE INGENIERÍAS
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA
CALI
2015

ANÁLISIS DEL EFECTO CUANTITATIVO DEL pH DE JUGO ENCALADO Y EL TIPO Y
DOSIFICACIÓN DE FLOCULANTE EN LA CLARIFICACIÓN DE LOS JUGOS DE
AZÚCAR DE CAÑA EN RIOPAILA CASTILLA S.A

NATALIA FERNANDA ALARCÓN PULISTAR

Proyecto de grado para optar por el título de Ingeniera Química

Director Académico: Simón Reif Acherman, Ingeniero Químico

Co-Directora Industrial: Vivian Posso, Ingeniera Química

UNIVERSIDAD DEL VALLE
FACULTAD DE INGENIERÍAS
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA
CALI
2015

Dedico este trabajo:

Primero que todo a Dios, Él con su perfección en todo momento ha estado para guiarme, acompañarme y amarme incondicionalmente, permitiéndome siempre alcanzar las metas que me he propuesto en la vida.

A mi mamá, Patricia Pulistar Josa, mi tesoro, mi bendición, la mujer más maravillosa del mundo quien con su amor, esfuerzo y dedicación ha hecho de mí el ser humano que soy ahora. Gracias a su apoyo nunca abandoné mi objetivo.

A mi papá, Jesús Fabián Alarcón, quien con su amor y comprensión siempre ha tenido las palabras que he necesitado escuchar en todo los momentos de mi vida.

A mis abuelos, Angélica y José que aunque no están, me educaron, aconsejaron y amaron incondicionalmente, cada paso que doy es en honor a ellos.

A mi gran amor, Maillol Mora, mi confidente y gran amigo, quien en todo momento me brindó su comprensión, apoyo, amistad y amor.

A mi Profe Simón Reif, que además de mi maestro se convirtió en un gran amigo, brindándome lecciones de vida que van más allá de la academia.

A mi mejor amigo José Daniel, que ha caminado conmigo desde tiempos inmemorables recordándome siempre que la verdadera amistad sí existe.

AGRADECIMIENTOS

A:

Riopaila Castilla S.A, empresa que me abrió las puertas y me permitió adquirir conocimientos y experiencias invaluableles que me hicieron crecer como profesional y como persona, poniendo a mi disposición todos los recursos necesarios para llevar a cabo este estudio en sus instalaciones.

La familia Riopaila Castilla S.A, sobre todo al personal del área de molinos, elaboración, calderas y laboratorio que con su gran calidad humana estuvo siempre presta a enseñarme, colaborar y brindarme su ayuda y apoyo incondicional.

La Dra Olga Lucia Arias, quien siempre ha creído y confiado en mí, brindándome su apoyo incondicional.

La Ingeniera Vivian Posso Trujillo, que se convirtió en mi gran maestra, permitiéndome a través de su experiencia obtener conocimientos y vivencias que me hicieron mejorar día a día.

Jesús Ortega, quien con sus conocimientos y colaboración hizo posible la realización de la parte experimental de este trabajo y con su calidad humana se convirtió en un buen amigo.

Mis maestros, en especial a Jaime Jaramillo, quienes me brindaron los conocimientos necesarios para enfrentarme a problemas reales de ingeniería.

Don Carlos Portillo, gran ser humano que se convirtió en el Ángel de mi familia y que siempre está dispuesto a brindar su ayuda incondicional.

GLOSARIO

CAL: Sustancia química distribuida en forma de Hidróxido de Calcio, alcaliniza el jugo diluido y por medio de reacciones químicas coagula las impurezas presentes en él.

CLARIFICACIÓN DE JUGO: Proceso que por medio de diversas operaciones que incluyen vías mecánicas y químicas permite la separación del jugo claro y los lodos.

COAGULACIÓN: Proceso químico que permite la aglomeración de impurezas por medio de la neutralización de las cargas presentes en los materiales.

FLOCULANTE: Polímeros compuestos por poliacríalmidas que aceleran el proceso de sedimentación de impurezas del jugo encalado. Los floculantes utilizados en la industria azucarera son de carácter aniónico de alto peso molecular.

FLOCULACIÓN: Proceso químico que permite la agrupación y sedimentación de las partículas coaguladas y desestabilizadas iónicamente.

DOSIFICACIÓN: Cantidad apropiada de una sustancia que debe aplicarse a un proceso para garantizar la satisfacción mayoritaria o total sobre los resultados que se esperan obtener.

GRADOS BRIX: Cantidad de sólidos disueltos contenidos en una solución con sacarosa, libre de impurezas insolubles.

JUGO CLARIFICADO: Jugo obtenido del proceso de clarificación, valores más bajos de turbiedad y color que los del jugo encalado y diluido.

JUGO DILUIDO: Mezcla del jugo de primera extracción de la caña y el agua adicionada en los molinos que contiene niveles altos de materia extraña, color, turbiedad, entre otras.

JUGO ENCALADO: Mezcla de jugo sulfitado con una lechada de cal con el fin de coagular y posteriormente alcalinizar, con el propósito de ajustar apropiadamente el nivel de pH y de esta manera, evitar la inversión de la sacarosa. Constituye la materia prima del jugo clarificado.

JUGO SULFITADO: Jugo al cual se le adiciona dióxido de azufre gaseoso, obtenido por la combustión de azufre para remover sustancias colorantes.

LODOS: Precipitado del proceso de clarificación, conformado por impurezas y material extraño obtenido por la parte inferior de los clarificadores que posteriormente son filtrados para extraer la mayor cantidad posible de sacarosa.

pH: Medida que indica el grado de acidez o alcalinidad de una sustancia.

POL: Medida que indica el porcentaje de sacarosa aparente de una muestra mediante la determinación de su polarización directa.

SACAROSA: Carbohidrato disacárido compuesto por glucosa y fructuosa, de formula general $C_{12}H_{22}O_{11}$, comercializado como azúcar y extraído de la caña de azúcar y la remolacha.

TIEMPO DE MADURACIÓN DE UN FLOCULANTE: Tiempo requerido por un polímero en polvo disuelto en agua para homogeneizarse y extender su estructura en el líquido, de manera que pueda realizar su acción floculante.

TURBIEDAD O TURBIDEZ: Medida relativa de la dispersión de la luz debido a materiales insolubles en suspensión, coloidales o muy finos, determinada espectrofotométricamente.

RESUMEN

En Riopaila Castilla S.A, planta Castilla, se realizaron inicialmente 27 pruebas de laboratorio con 3 floculantes, 3 dosificaciones y 3 valores de pH de jugo encalado con dos propósitos: (1) determinar cuantitativamente el efecto del tipo de floculante, su dosificación y la variación en el pH del jugo encalado, sobre el color, turbidez, pH, brix y pol del jugo clarificado y a su vez establecer la incidencia de estas variables en la eficiencia de la clarificación, y (2) encontrar el conjunto de características con las cuales podrían obtenerse mejores resultados en las variables respuesta del proceso.

Tras las pruebas preliminares se concluyó que con 7 ppm del floculante Flopam An 934 PWG VHM dosificado a un jugo encalado con un pH de 7.4 se obtenían jugos clarificados con características fisicoquímicas que se mantenían en los rangos establecidos por la norma y la empresa, por lo cual se procedió con la realización de una serie de ensayos en planta, inicialmente manteniendo las condiciones normales de proceso y posteriormente modificando algunos parámetros con el fin de validar los resultados a nivel laboratorio. El seguimiento constante de la operación permitió observar que el pH fue la variable más influyente del proceso y por tanto la que exigía mayor control, por lo cual mientras se mantuviera el pH en un valor de 7.4 la cantidad de polímero dosificado, era independiente y tenía la misma incidencia en el proceso.

Finalmente se documentaron las condiciones apropiadas de operación y la importancia de cada una de las variables controladas y medidas en la operación.

CONTENIDO

RESUMEN

GLOSARIO

1.	INTRODUCCIÓN	14
2.	MARCO TEÓRICO.....	15
2.1	DESCRIPCIÓN PROCESO DE PRODUCCIÓN DE AZÚCAR BLANCO DIRECTO ESPECIAL	15
2.1.1	Preparación y extracción.....	15
2.1.2	Molienda.	15
2.1.3	Generación de vapor y electricidad.....	15
2.1.4	Pesaje y sulfitación.....	16
2.1.5	Encalado, calentamiento y clarificación.	16
2.1.6	Evaporación.....	16
2.1.7	Sulfitación y clarificación de meladura.	16
2.1.8	Cristalización y centrifugación	17
2.1.9	Secado.	17
2.1.10	Empaque y almacenamiento.	17
2.2	ANTECEDENTES DEL PROCESO DE CLARIFICACIÓN	19
2.3	DESCRIPCIÓN DEL PROCESO CLARIFICACIÓN	20
2.3.1	Objetivos de la clarificación de jugo	20

2.3.2	Operación.	21
2.4	REACCIONES DE LA CLARIFICACIÓN DE JUGO	27
2.5	FUERZAS QUE INTERVIENEN EN LA CLARIFICACIÓN	28
3.	METODOLOGÍA.....	29
3.1	CONDICIONES DE OPERACIÓN	31
3.1.1	Floculante.	31
3.1.2	Jugo encalado:.....	34
3.1.3	Jugo clarificado:.....	35
3.2	ANÁLISIS MUESTRAS.....	35
3.2.1	Determinación de color y turbiedad.....	35
3.2.2	Determinación de los sólidos soluble (Grados brix).	36
3.2.3	Determinación de la sacarosa aparente (Pol)	36
3.2.4	Determinación del pH.....	37
4.	RESULTADOS Y ANÁLISIS DE RESULTADOS.....	37
4.1	EJECUCIÓN DE ENSAYOS A ESCALA LABORATORIO	37
4.1.1	Porcentaje de remoción de Turbiedad:	40
4.1.2	Porcentaje de remoción de Color	48
4.1.3	Perdidas de sacarosa (Pol: Sacarosa aparente).....	54
4.1.4	Solidos Solubles	55
4.1.5	pH en jugo clarificado.	56
4.2	PRUEBAS EN PLANTA	56
5.	CONCLUSIONES	62
6.	RECOMENDACIONES	63
7.	BIBLIOGRAFÍA	64

8.	ANEXOS	68
-----------	---------------------	-----------

LISTA DE TABLAS

	Pág.
Tabla 1. Valores teóricos para el jugo clarificado.....	29
Tabla 2. Variable ensayos laboratorio.....	30
Tabla 3. Volumen de floculante.....	34
Tabla 4. Variables controladas para jugo encalado por ensayo.....	35
Tabla 5. Nomenclatura para floculante.....	38
Tabla 6. Datos iniciales Jugo encalado.....	39
Tabla 7. Resultado preparación conservando parámetros del proceso.....	58
Tabla 8. Resultado preparación tanque CIP.....	59
Tabla 9. Resultados por prueba.....	60

LISTA DE FIGURAS

	Pág.
Figura 1. Diagrama de bloques proceso de producción de azúcar blanco directo especial .	18
Figura 2. Clarificador Rapidorr.....	24
Figura 3. Diagrama del proceso de clarificación de jugo.....	26
Figura 4. Modificación del arreglo de válvulas.....	57
Figura 5. Carta de control de pH diario.....	58

LISTA DE GRÁFICAS

Pág.

Gráfica 1. Efectos principales para el porcentaje de remoción de turbiedad.....	35
Gráfica 2. Interacciones para el porcentaje de remoción de turbiedad.....	36
Gráfica 3. Resultados Flopam An 934 VHM PWG-Turbiedad.....	37
Gráfica 4. Resultados Canefloc R-200-Turbiedad.....	38
Gráfica 5. Resultados PQPSG25HHM-Turbiedad.....	38
Gráfica 6. Residuos para validación de supuestos porcentaje de remoción turbiedad.....	42
Gráfica 7. Efectos principales para el porcentaje de remoción de color.....	43
Gráfica 8. Interacciones para el porcentaje de remoción de color.....	44
Gráfica 9. Contorno Color Vs pH y Dosificación.....	44
Gráfica 10. Residuos para validación de supuestos porcentaje de remoción color.....	48
Gráfica 11. Pol en lodo por floculante.....	49
Gráfica 12. °Brix en lodo por floculante.....	50

1. INTRODUCCIÓN

La industria azucarera colombiana en su mayor proporción está ubicada en el valle geográfico del río Cauca, región que ofrece condiciones agroclimáticas adecuadas para la siembra y cosecha de la caña de azúcar. Desde el norte del Cauca hasta Risaralda se pueden encontrar 13 ingenios azucareros que anualmente muelen aproximadamente 22,7 millones de toneladas de caña para obtener una producción estimada de 2,3 millones de tmcv (toneladas métricas en su equivalente a volumen de azúcar crudo) (Asocaña, 2012).

El proceso de producción de azúcar inicia con la molienda de la caña y la extracción del jugo, la cual contiene entre 11 y 16% de sacarosa en peso. El jugo así obtenido se somete posteriormente a una serie de etapas de clarificación, que incluyen una sulfitación con el fin de modificar compuestos colorantes, el ajuste de pH mediante la adición de cal y un posterior calentamiento con el propósito de permitir la precipitación de sustancias inorgánicas presentes en él en forma de fosfatos básicos de calcio (Chen, 2000; Observatorio Agrocadenas, 2006). Esta etapa de clarificación, en donde la mayor parte de las impurezas del jugo son precipitadas, es esencial en el proceso, afectando el rendimiento y calidad del producto final.

Riopaila Castilla S.A, presenta problemas asociados con los altos niveles de materia extraña con los que ingresa la caña a la molienda, especialmente en periodos lluviosos. Esta circunstancia se refleja en las etapas posteriores del proceso de clarificación y, particularmente, en la baja remoción de turbiedad y color del jugo encalado que ingresa al clarificador, teniendo en cuenta que los altos niveles de lodos en el equipo dificultan la operación. Lo anterior se evidencia claramente en la cantidad de sacarosa perdida en la cachaza que generalmente supera el máximo porcentaje de 1.2% aceptable para la empresa, con consecuencias directas en las pérdidas económicas mensuales las cuales se estiman aproximadamente en \$40.000.000. Una de las propuestas conducentes a la solución de este problema incluye la evaluación del tipo de floculante y su dosificación, así como el estudio de la variación en el pH del jugo encalado a tratar, verificando así la incidencia de los rangos de operación de las variables en el funcionamiento apropiado del equipo

2. MARCO TEÓRICO

2.1 DESCRIPCIÓN PROCESO DE PRODUCCIÓN DE AZÚCAR BLANCO DIRECTO ESPECIAL

En la figura 1 se observa el diagrama de bloques del proceso descrito a continuación:

2.1.1 Preparación y extracción. La fábrica inicia su trabajo con el proceso de muestreo de la caña que viene del campo, con el propósito de medir la cantidad de sacarosa y materia extraña de la cosecha y con esto hacer los estimativos del azúcar que se puede obtener. Luego en el patio de caña esta se limpia, pica y desfibra buscando propiciar altos niveles de extracción de sacarosa.

2.1.2 Molienda. Esta sección está compuesta por seis molinos, cada uno de ellos por cuatro mazas. Las mazas son cilindros de gran tamaño que se encargan de comprimir la caña para extraer el jugo. El residuo llamado bagazo va pasando de un molino a otro para extraer la mayor cantidad de jugo posible. Al material que sale de cada molino se le adiciona jugo del molino inmediatamente siguiente, para lograr diluir y así extraer la mayor cantidad de sacarosa de la caña. Antes que el bagazo pase por el último molino, se le agrega agua con el propósito de mejorar la extracción de jugo y sacarosa. El jugo obtenido se hace pasar por sistemas de filtración provistos de mallas encargadas de separar la mayor cantidad de bagacillo, enviándolo a la etapa siguiente del proceso, mientras el bagacillo retorna a los molinos.

2.1.3 Generación de vapor y electricidad. El bagazo con bajo contenido de humedad que sale del último molino (alrededor del 50%), se envía a las calderas para ser utilizado como combustible en la generación de vapor. Parte del vapor vivo generado se utiliza en los turbogeneradores, los cuales producen la energía eléctrica requerida en la fábrica, siendo el excedente comercializado a través de una conexión al sistema de transmisión nacional (STN). El vapor vivo restante se emplea para el funcionamiento de las turbinas de los molinos, donde después de realizar su trabajo se expande y sale del proceso como vapor de escape, para emplearse en los pre-evaporadores de jugo claro.

2.1.4 Pesaje y sulfitación. A esta etapa ingresan entre 200-300 ton/h de jugo diluido con un pH de 5.2-5.5 y una temperatura de 30°C, las cuales pasan inmediatamente a los calentadores regenerativos donde la temperatura se eleva hasta 85°C, para ser luego pesados en una báscula electrónica con una capacidad aproximada de 8.5 ton, en la cual se registran y almacenan los pesos de tal forma que cada hora es posible saber la cantidad de jugo que entró al proceso y así evaluar su rendimiento. Si los fosfatos presentes en este paso son inferiores a 270 ppm, se requiere aplicar ácido fosfórico (H_3PO_4) antes del pesaje.

Después se realiza el proceso de sulfitación con el fin de evitar la producción de compuestos coloreados durante los procesos siguientes. Para llevarlo a cabo se quema azufre en 2 estufas, produciendo así dióxido de azufre (SO_2) que se pone en contacto con el jugo crudo en contracorriente mediante un sistema de 2 torres que funcionan en paralelo.

2.1.5 Encalado, calentamiento y clarificación. El jugo sulfitado se encala por medio de la adición de una lechada de cal, que sirve para ajustar el pH y evitar inversión de sacarosa y como coagulante para facilitar la sedimentación de la materia extraña en la etapa de clarificación. El jugo pasa posteriormente a los calentadores en los cuales se eleva la temperatura hasta aproximadamente 105°C. Se le adiciona floculante al jugo y posteriormente pasa a los clarificadores. (Se explica con más detalle en la sección 2.3.2).

2.1.6 Evaporación. El jugo clarificado se bombea a un sistema de evaporación de 5 efectos para eliminarle parte del agua que contiene. Por medio de vapor y el vacío, los evaporadores concentran el jugo desde 15 a 68° Brix, dando como resultado la meladura.

2.1.7 Sulfitación y clarificación de meladura. La meladura pasa un proceso de sulfitación, en el que se adicionan 75 kg de azufre cada 8 horas en un horno rotatorio a vacío, mientras los gases de dióxido de azufre entran por la parte inferior de una torre provista de 9 mallas, la meladura cae en forma de lluvia por la parte superior de la torre, así estos se ponen en contacto en contracorriente con el objetivo de remover color y posteriormente enviar la meladura sulfitada a

clarificación. Para llevar a cabo la clarificación se le adiciona a la meladura ácido fosfórico, cal, pequeñas burbujas de aire y floculante para coagular y remover las impurezas, en este tipo de clarificación los lodos e impurezas son retirados por flotación.

2.1.8 Cristalización y centrifugación. Proceso en el cual se forman los cristales de sacarosa mediante el uso de semilla obtenida en las centrifugas. En los tachos se obtienen masas con diferentes proporciones de cristales y miel, componentes que luego son separados en las centrifugas. De las centrifugas A se obtiene el azúcar, masa A y miel A; de las centrifugas B se obtiene semilla B, masa B y miel B y las centrifugas C se obtiene semilla c, masa c y miel final, producto que también es comercializado.

2.1.9 Secado. Por medio de aire caliente (aproximadamente 43°C) se retira la mayor cantidad de humedad posible en el azúcar, la cual debe oscilar entre 0,01-0,05 %.

2.1.10 Empaque y almacenamiento. El azúcar seco y frío se lleva a las tolvas, donde se empaca en las diferentes presentaciones con que se surten los mercados nacional e internacional. Después pasa a las bodegas de producto terminado donde se almacena y/o se carga en vehículos de carga, para su distribución. (Riopaila Castilla, 2013).

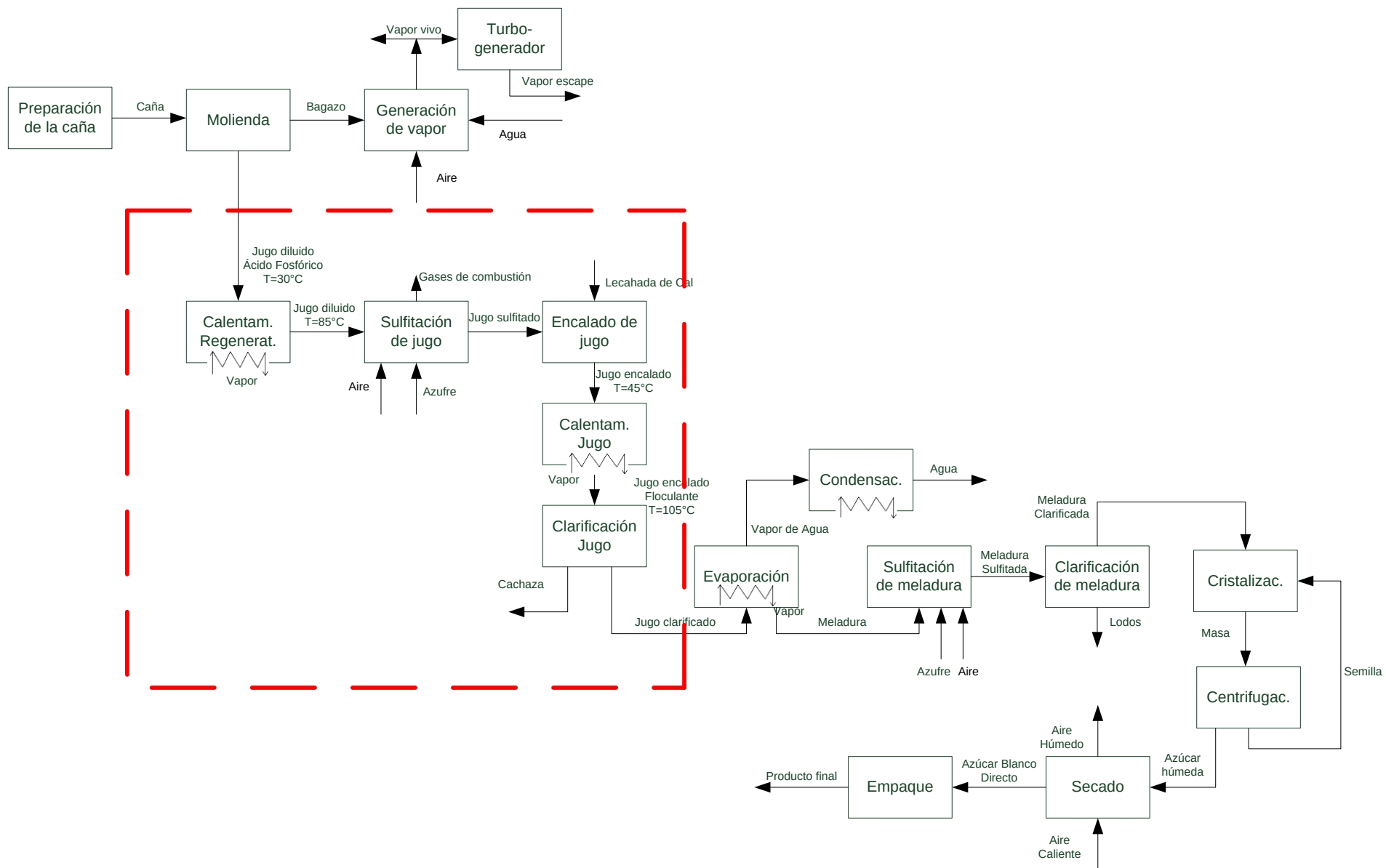


Figura 1. Diagrama de bloques proceso de producción de azúcar blanco directo especial

2.2 ANTECEDENTES DEL PROCESO DE CLARIFICACIÓN

La clarificación con cal y calor, conocida como proceso de defecación simple, es el método más antiguo para purificar el jugo y el más efectivo. Las técnicas de dosificación, control de pH y temperatura de la etapa, entre otros, varían de un ingenio a otro. De igual forma se pueden encontrar clarificadores abiertos, continuos y cerrados.

Desde hace algún tiempo, y debido principalmente al carácter incontrolable de algunas de las condiciones de entrada del jugo, se han venido adelantado en los ingenios diversos estudios enfocados en el mejoramiento de la etapa de clarificación. Con ellos se intenta resolver los problemas de porcentaje de pérdidas de sacarosa y las subsecuentes consecuencias económicas.

Trabajos previos realizados en esquemas de clarificación similares al estudiado, como el de Riopaila Castilla, planta Riopaila (Ocampo, 2012) sobre la determinación de las condiciones apropiadas de preparación de un floculante y artículos como el realizado por la facultad de agronomía de la universidad central de Venezuela en otro central azucarero (Matute, 2012) en el que se busca determinar la mejor concentración de floculante, sirven como base para establecer los parámetros operacionales adecuados (tiempo de maduración de la solución, temperatura del jugo y del floculante, importancia del tipo de agua utilizada, entre otros) para realizar las pruebas en el laboratorio y adicionalmente para la comprensión de las variables y operaciones involucradas en la operación de clarificación.

- **Uso de floculantes en el clarificador:**

El uso de floculantes aniónicos en la industria azucarera comenzó a finales de la década de los 50's. La ventaja de éstos es que se aplican en dosis mínimas al tener elevada afinidad con las superficies sólidas, lo que produce que se eliminen casi todos los sólidos presentes en el jugo. Los componentes principales de este grupo de polímeros son las poliacrilamidas (PAM) que se han convertido en la unidad base sobre la que se fundamenta toda la química de los floculantes

sintéticos aniónicos, estos constituyen el 95% de los floculantes existentes a nivel mundial, siendo su principal uso la depuración de aguas (tratamientos físico-químicos).

Para la síntesis de los floculantes aniónicos se emplean monómeros de la acrilamida que forman una cadena larga de gran peso molecular al repetir su estructura (polimerización). Sin embargo, para que obtengan cargas negativas, varios radicales amida son sustituidos parcialmente por radicales aniónicos, generalmente por enlaces $-\text{COOH}$ ó $-\text{COONa}$ de forma repetitiva hasta constituir el polímero deseado (Ocampo, 2012). Las unidades de ácido acrílico, que se presentan generalmente como sal sódica, ofrecen los puntos activos para fijar las partículas de impurezas. La norma técnica colombiana (NTC, 1994) determina actualmente, de manera clara, los requisitos que deben cumplir y los métodos de análisis a los que deben someterse este tipo de floculantes en industrias alimenticias, con énfasis en la azucarera.

Dado que en Riopaila Castilla se utilizan floculantes sólidos, éstos deben ser aplicados al proceso de clarificación en forma de disolución y preparados bajo unas condiciones controladas para obtener los rendimientos admisibles, esperados por la empresa y el proveedor. Las concentraciones adecuadas de floculantes pueden determinarse mediante una serie de técnicas, incluyendo los estudios de velocidad y volumen de sedimentación así como claridad del líquido (Dronnet, 1998). Usualmente en el proceso de clarificación se emplean soluciones de floculantes preparadas con concentraciones que oscilan desde 0.1% hasta 4% (p/v) mientras su dosificación (cantidad de una sustancia que se debe aplicar a un proceso para garantizar una satisfacción mayoritaria o total sobre los resultados que se esperan obtener con su adición) al jugo encalado varía entre 5-12 ppm de acuerdo a la necesidad de suciedad a retirar (González, 2006; Gil, 2008).

2.3 DESCRIPCIÓN DEL PROCESO CLARIFICACIÓN

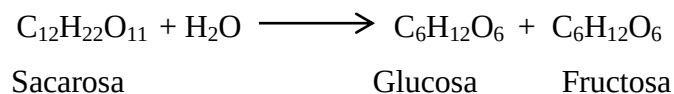
2.3.1 Objetivos de la clarificación de jugo: Los principales objetivos de la clarificación de jugo son:

- Formar flóculos que atrapen toda la materia suspendida de manera que pueda sedimentarse a una velocidad satisfactoria, verificada a través de una prueba rápida en la que la mitad del volumen de materia extraña debe precipitarse en menos de 20 segundos.
- Proporcionar las condiciones de temperatura, pH y concentración de iones (Principalmente el Ca^{2+}) que maximicen la precipitación de impurezas sólidas del jugo.
- Producir jugo clarificado de buena calidad, con mínima turbiedad (9 a 11 NTU de acuerdo a los requerimientos de la empresa).
- Producir lodo sedimentado que sea apto para su posterior procesamiento, lo cual generalmente se realiza por filtración.
- Obtener jugo clarificado con un pH de aproximadamente 7, que minimice la inversión en la operación de evaporación. (Ocampo, 2012)

2.3.2 Operación. La etapa de clarificación descrita en la figura 3 inicia con un calentamiento para el que se poseen dos calentadores regenerativos de los cuales se usa uno y el otro es auxiliar, aquí el jugo diluido con un pH de 5.2-5.5 pasa de una temperatura de 30°C a 85°C, para posteriormente bombearse hacia dos torres de sulfitación que funcionan en paralelo, aquí por medio de dióxido de azufre (SO_2) se modifica parte de la materia colorante.

El dióxido de azufre es producto de la combustión de 400 kg de azufre cada 8 horas en dos estufas dispuestas en paralelo. La temperatura del azufre en combustión debe estar entre 320-349 °C y a la salida de la estufa entre 260-299 °C, esta última temperatura no debe exceder los 299 °C ya que se corre el riesgo de producir la sublimación del azufre. Los gases de azufre que entran en contacto con el jugo deben estar entre 100-205 °C.

Posteriormente, el jugo sulfitado pasa al proceso de encalado. Aquí, por medio de la adición de una lechada de cal en forma de hidróxido de calcio $\text{Ca}(\text{OH})_2$, se tienen dos objetivos, coagular las impurezas, siendo el fosfato de calcio el principal agente de precipitación, y alcalinizar el jugo, elevando su pH hasta un rango de 7.2-7.4, evitando así la inversión de sacarosa y de esta manera, la reacción de hidrólisis de la sacarosa en sus monómeros glucosa y fructosa:



El jugo encalado pasa a un proceso de calentamiento, para el cual se dispone de seis calentadores de los cuales cuatro operan normalmente mientras dos son auxiliares. Los calentadores primarios trabajan con vapor del segundo efecto de los evaporadores, aquí la temperatura se eleva entre 60-90°C, seguidamente se lleva el jugo a una temperatura entre 100-105°C por medio de los calentadores secundarios que operan con vapor del primer efecto de los evaporadores (Evaporadores Kestner). El jugo caliente pasa a un tanque de vaporización instantánea en donde es desaireado por descompresión súbita, con lo cual se logra una temperatura del jugo en el clarificador siempre constante (la cual no debe exceder 105°C) y la remoción de los gases disueltos en el jugo. Adicionalmente en este proceso es posible retirar el aire atrapado en partículas de bagazo o bagacillo, permitiendo la sedimentación de estas partículas y evitando su arrastre en el jugo clarificado. Inmediatamente después de la vaporización se combina el jugo encalado con el floculante preparado, para posteriormente pasar a los clarificadores. (Rein, 2012)

La preparación del floculante se lleva a cabo en un tanque de 10 m³ que cuenta con agitación mecánica constante (La turbulencia favorece las colisiones entre las partículas desestabilizadas que produce de esta forma uniones perdurables), al cual se agregan 6 kg de polímero en polvo por medio de un reductor o dispensador vibratorio. La solución pasa a un tanque dosificador de 12 m³ con el fin de dar el tiempo de maduración necesario al floculante, que para el caso de Riopaila Castilla S.A, está fijado en 1.5-2 horas dependiendo de la demanda del proceso.

La clarificación de jugo es una operación unitaria que proporciona las condiciones de temperatura, pH y concentración iónica adecuadas para maximizar la precipitación de impurezas solubles, insolubles o coloidales. Para llevarla a cabo se dispone de tres clarificadores (2 rápidos y 1 de bandejas) de los cuales dos trabajan normalmente y el otro es auxiliar.

Un clarificador continuo es un tanque al que se hace llegar de manera regular y permanente el jugo a tratar, siendo lo suficientemente grande para que la velocidad del jugo dentro del equipo esté dentro de un régimen laminar, de forma tal que no afecte la separación del jugo claro con respecto a los lodos. Es importante previo a la entrada al clarificador, calentar el jugo por encima del punto de ebullición y luego permitir un enfriamiento por descompresión rápida en un tanque de vaporización instantánea, de manera que se remueva el aire del jugo y asegurar que el jugo llegue con temperatura constante a este.

El jugo claro obtenido se retira por la parte superior del clarificador de manera regular, mientras que la cachaza lo hace por la parte inferior. Con este equipo se tienen todas las grandes ventajas del trabajo continuo: (1) eliminación de pérdidas de tiempo y capacidad que se originan en el llenado y el vaciado de los tanques; y (2) reducción de la mano de obra necesaria para la vigilancia y la ejecución de las operaciones de llenado, vaciado, separación de cachaza, puesta en circuito o puesta fuera de circuito de cada decantador, etc.

- **Clarificador de bandejas múltiples:**

El clarificador tiene un eje central que gira muy lentamente (12 rpm) y que lleva láminas rapadoras que barren lentamente el fondo de los compartimientos. El floculante se prepara en un tanque de maduración y posteriormente pasa a un tanque de dosificación, que por medio de una tubería transporta el floculante hasta otra tubería en la cual se combina con el jugo previamente encalado y calentado. El jugo por clarificar (jugo encalado caliente y floculante) llega tangencialmente a la parte superior de un compartimiento llamado de “floculación”. En éste lugar sobrenada un poco de espuma que se elimina por medio de un raspador especial que la empuja hacia un pequeño canal lateral de evacuación. Los compartimientos se comunican entre sí. En cada uno, la cachaza que se deposita, se empuja lentamente hacia el centro en donde cae por un orificio anular al fondo del aparato descendiendo a lo largo y por fuera del tubo central.

El jugo claro decantado sale de cada compartimiento por varios tubos conectados con la circunferencia situada en la parte superior de éste. Las cachazas por ser muy espesas, generalmente se sacan por medio de una bomba de diafragma que las hace subir a una caja para después ser filtradas. El clarificador es cerrado, con un visor sobre el compartimiento de floculación. Debe aislarse completamente por medio de placas gruesas de calcita aglomerada.

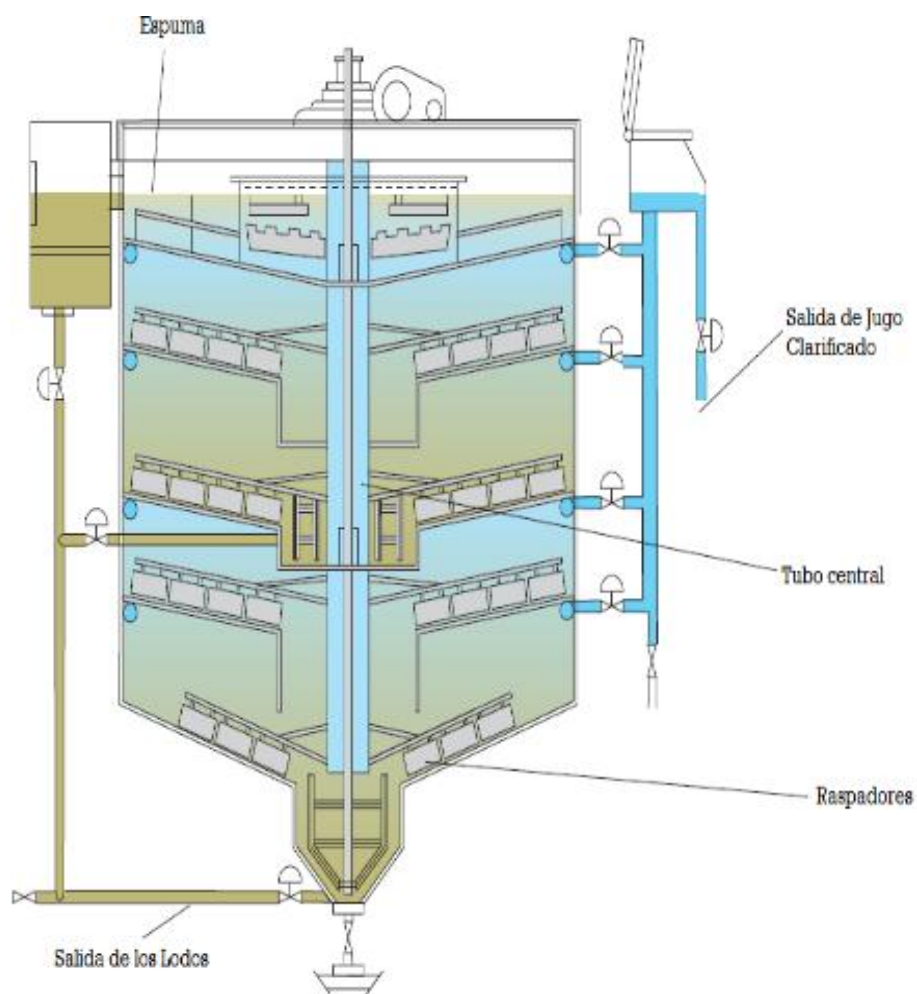


Figura 2. Clarificador Rapidorr

- **Clarificador rápido sin bandejas:**

Se reconoce actualmente como el más avanzado sistema de clarificación de jugo en las industrias azucareras. El jugo proveniente del Tanque Flash entra a una cámara de alimentación y se reparte en las dos direcciones en el canal anular de alimentación. El jugo clarificado se extrae por medio de dos canales anulares provistos de vertederos localizados por dentro y por fuera del sistema interno de alimentación. (Hugot,1964).

Una vez realizada la clarificación y el jugo alcanza el nivel de desborde, este va hacia las mallas DSM (mesh 100) en las cuales se filtra y retiene el bagacillo. Estas mallas generalmente se disponen en secciones de 0.6 a 1.6 m de ancho, con un arco encerrando un ángulo de 45°. Cuando las mallas tienen un nivel de material retenido considerable, se lavan, y lo que se retira se conduce a las cajas de jugo filtrado no tratado para recircularse al tanque de jugo encalado. Por otro lado, el jugo clarificado proveniente de las cajas de desborde de los clarificadores en línea y filtrado a través de las mallas DSM se envía al tanque de jugo claro para su posterior evaporación.

Los lodos depositados en la parte inferior de cada compartimiento del clarificador son extraídos por medio de bombas de diafragma, por gravedad o por bombas centrífugas, y se envían al tanque mezclador de lodos en donde se combinan con bagacillo (transportado por medio de un gusano sinfín). Esta mezcla es impulsada por bombeo hasta llegar al tanque distribuidor de cachaza, para posteriormente pasar a los seis filtros rotatorios al vacío. El jugo que sale de los filtros se envía a las tres cajas de jugo filtrado no tratado para luego recircularse al tanque de jugo encalado con el objetivo de disminuir las pérdidas de sacarosa. (Riopaila Castilla, 2014).

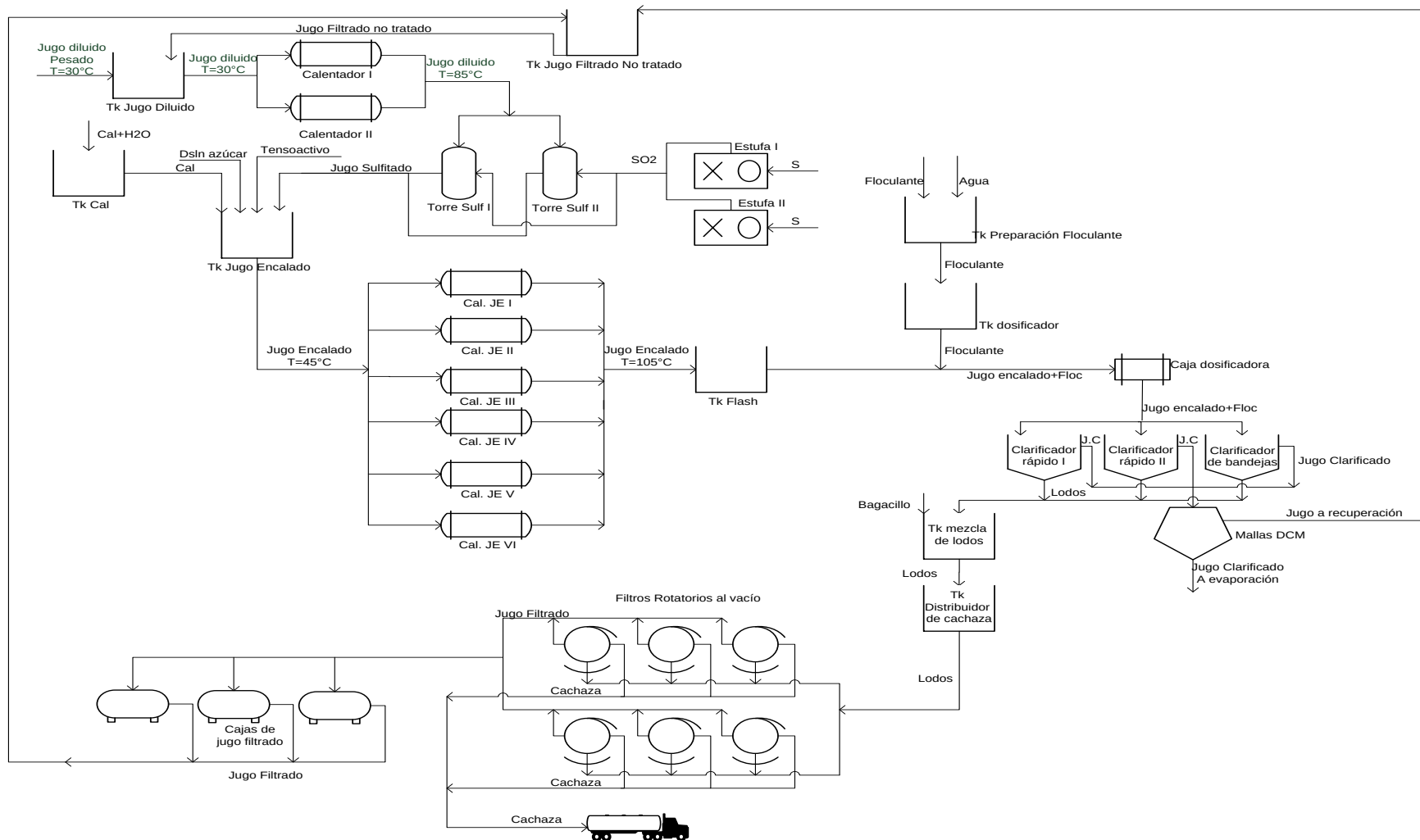
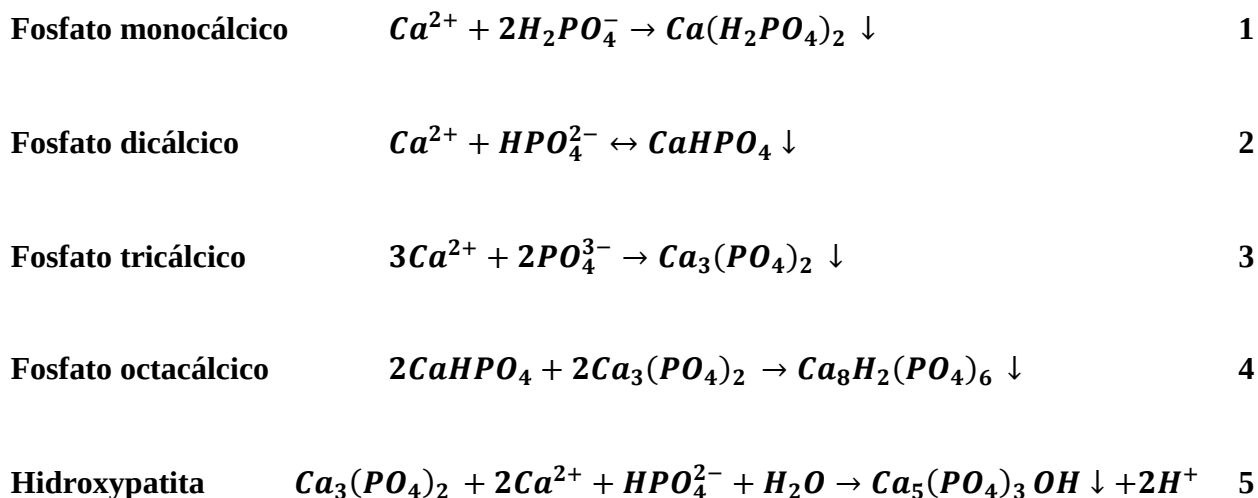


Figura 3. Diagrama del proceso de clarificación de jugo

2.4 REACCIONES DE LA CLARIFICACIÓN DE JUGO

El jugo diluido además de fosfatos inorgánicos contiene sustancias orgánicas, iónicas y moleculares que reaccionan con la cal. La velocidad de reacción entre los fosfatos y la cal es muy lenta. A temperaturas cercanas a la ebullición, sin embargo, la solubilidad de las sustancias formadas con la adición de cal disminuye, incrementándose por ende la velocidad de reacción.

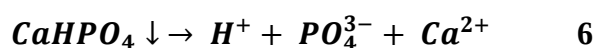
Los fosfatos monocalcico $\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2$ y dicalcico CaHPO_4 inicialmente formados, son insolubles en el jugo, pero inestables, por lo que ocurren reacciones reversibles que a su vez producen otras conducentes a la formación de compuestos más estables:



Las reacciones son secuenciales lo que explica que los productos de unas sean los reactivos de las siguientes. Si bien la hidroxyapatita es el compuesto más estable, estudios experimentales han demostrado que el fosfato tricalcico es el que se forma en mayor proporción.

La velocidad de formación del fosfato tricálcico se incrementa cuando la velocidad de formación del fosfato dicálcico disminuye, esto, al aproximarse el fin de la reacción, dissociándose en sus iones.

Por la presencia de los hidrogeniones se incrementa la acidez del jugo hasta que el compuesto se disuelve completamente.



De acuerdo con las reacciones puede decirse que la causa de la disminución del pH de jugo clarificado es el aumento en la concentración de los iones hidronio durante la redisolución del fosfato dicálcico y la formación de la hidroxypatita. Lo anterior sugiere que un jugo con alto contenido de fosfatos produce una demanda alta de cal. (Greenwood, 2007; Doherty, 2009)

2.5 FUERZAS QUE INTERVIENEN EN LA CLARIFICACIÓN

Para lograr la precipitación y aglomeración de las impurezas presentes en el jugo, es necesario que la repulsión electrostática entre las partículas cargadas sea casi nula, es decir que el **potencial Z** (potencial electrostático que existe entre la separación de las capas que rodean a la partícula) sea cercana a cero y se de una desestabilización las fuerzas de **vander Waals** (fuerzas de atracción por la interacción mutua entre electrones y núcleo de la molécula). Esto puede lograrse:

- Por medio de la variación del pH, adicionando cal de forma que el ión Ca^{2+} neutralice la carga electronegativa. Las proteínas con punto isoelectrico por encima del correspondiente al del jugo, así como las pectinas pueden desestabilizarse por este método.
- Reduciendo el grado de hidratación del jugo, calentando hasta ebullición, permitiendo así la aglomeración de partículas solubles en el jugo como las albúminas.

- Adicionando floculante de alto peso molecular que permita la precipitación rápida de las partículas aglomeradas.

Cuando se desestabilizan las fuerzas de atracción y se logra que el potencial Z sea casi nulo, son las **fuerzas brownianas** (permiten el movimiento oscilatorio de los coloides) las que entran a imperar, ocasionando colisiones de partículas y moléculas del medio en suspensión provocando su aglomeración. (Honig, 1974).

Adicionalmente para evaluar los resultados del jugo clarificado es necesario tener en cuenta:

Tabla 1. Valores teóricos para el jugo clarificado

VARIABLE	VALORES TEÓRICOS PARA EL JUGO CLARIFICADO
pH	6-7 (ICUMSA, 2007 ^a)
Sólidos Solubles (°Brix)	12-14 (ICUMSA, 1994)
Sacarosa Aparente (%Pol)	-
Color UI	<14000 - %Remoción 35%**
Turbidez UT	<7000 - %Remoción 97% **

*Pol (Sacarosa Aparente) El término Pol, se considera una entidad real para todos los efectos de cálculo (Dirección general de normas, 1991)

** Rangos promedio normales de operación en Riopaila Castilla S.A, planta Castilla

3. METODOLOGÍA

El estudio experimental para el cumplimiento de los objetivos requirió de la realización de una serie de 27 tratamientos en el laboratorio con su respectiva réplica, basado en un diseño factorial 3³, con tres valores asignados para cada una de las variables involucradas a saber: tipo de floculante, modificación de la dosificación del polímero y pH del jugo encalado, variables críticas en la clarificación, con incidencia directa en la obtención de jugos clarificados dentro de

los parámetros establecidos por la empresa. El análisis estadístico mostrado en la sección 6, está basado en este diseño factorial. Los ensayos se realizaron de la siguiente manera:

Tabla 2. Variable ensayos laboratorio

TIPO DE FLOCULANTE	DOSIFICACIÓN (ppm)	pH JUGO ENCALADO
Flopam An 934 VHM PWG	7	7
	9	7.3
	11	7.5
Canefloc R- 200	7	7
	9	7.3
	11	7.5
PQPSG25HHM	7	7
	9	7.3
	11	7.5

Con el propósito de cuantificar inicialmente la velocidad y volumen de sedimentación, se evaluó para cada prueba los valores de las variables respuesta: color, turbiedad, pH, brix y pol, utilizando para ello un espectrofotómetro, un turbidímetro, un ph-metro y un refractómetro-polarímetro, respectivamente (los métodos de medición se detallan en la sección 5.2).

Es importante mencionar que variables fundamentales como los fosfatos del jugo diluido son controladas de forma preventiva en la parte inicial del proceso, analizando su contenido cada 3 horas en el laboratorio de la empresa, de manera que en el caso de ser inferiores al parámetro establecido por la empresa de 270 ppm se adiciona ácido fosfórico (teóricamente se considera un rango de 300-600 ppm), su importancia radica en que reaccionan en primera medida con los iones calcio del proceso de encalado y a su vez el fosfato de calcio formado es el precipitado que se obtiene en mayor proporción, sin embargo no es una variable sobre la cual se midan los resultados de la operación. Así mismo compuestos como el hierro, adquirido por el jugo diluido en la molienda de la caña (proveniente de los molinos), que produce un color oscuro dos o tres

veces más intenso en medios alcalinos como consecuencia de las interacciones de sus sales con los polifenoles (como la lacasa, ya que las sales ferrosas se oxidan a férricas por acción enzimática y son estas las que producen el color durante la combinación), no es controlado de ninguna forma en ninguna parte del proceso, razón por la cual no se tuvo en cuenta en este estudio.

A continuación se detallan los aspectos que se tuvieron en cuenta para establecer cada una de las condiciones de operación de los ensayos en el laboratorio.

3.1 CONDICIONES DE OPERACIÓN

3.1.1 Floculante. Los floculantes utilizados para realizar este estudio se escogieron teniendo en cuenta los proveedores de la empresa. No se pudieron establecer cifras puntuales que permitieran determinar si su utilización es la causa del alto o bajo rendimiento del producto, ya que características como la densidad de carga y peso molecular se presentan de manera cualitativa en las fichas técnicas (densidad de carga media, peso molecular alto), razón por la cual los resultados obtenidos no pueden atribuirse solamente a los polímeros, ni a los rangos utilizados.

- **Concentración:** Para realizar las pruebas, se prepararon un grupo de soluciones concentradas al 10%, una por cada referencia de floculante, a partir de ellas se hicieron diluciones al 0.06%, para coincidir con la concentración usada en planta. Se utilizaron jarras de 1 ℓ, con agua de proceso a una temperatura aproximada de 30°C, siendo este esquema el que mejor representa la situación real de la operación. Se evaluaron las fichas técnicas de los productos y se fijaron las condiciones de trabajo teniendo en cuenta las propiedades de cada polímero. (Documento ficha técnica, Flopam An 934 VHM PWG, Canefloc R-200, PQPSG25HHM).

Agitación: La energía que se comunique al líquido con los agitadores, influencia grandemente el proceso. Las velocidades usadas en planta suelen ser del orden de 80-100 rpm durante 30 segundos para mezclas rápidas y del orden de 20-40 rpm durante 15-30 minutos para la mezclas

lentas (Arboleda, 1981). Debido a la general alta viscosidad de los polímeros, se necesita una agitación mecánica con una intensidad que facilite la dispersión sin degradar los flóculos. Una potencia comparable con la usada en planta consumida por un agitador, P, puede expresarse en función de las siguientes variables:

$$P=f(D, g, \mu, \rho, N)$$

Siendo:

D: diámetro del agitador

g: aceleración de la gravedad

μ : viscosidad del fluido

ρ : densidad del fluido, y

N: velocidad de rotación del agitador

Haciendo uso del análisis dimensional dichas variables pueden agruparse en distintos grupos adimensionales de la siguiente forma:

$$N_p = \frac{P}{D^5 N^3 \rho} = K' * \left(\frac{D^2 N \rho}{\mu} \right)^b * \left(\frac{N^2 D}{g} \right)^c \quad 1$$

Esta ecuación puede expresarse como:

$$P_o = K' Re^b Fr^c \quad 2$$

En dónde:

P_o : Número de Potencia

Re: Número Reynolds

Fr: Número Froude

En esta relación, el número de potencia es análogo a un factor de fricción, el módulo de Reynolds puede interpretarse como la relación entre las fuerzas viscosas y el módulo de Froude como una relación entre las fuerzas de inercia y gravitacional (Coulson, 1998). Adicionalmente, de acuerdo con el criterio de similitud dinámica (Universidad de Quilmes 2011,) se realizó el cálculo de la agitación del equipo de jarras para la solución flocculante, de manera que se simularan las condiciones del flocculador industrial:

$$\left(\frac{P}{V}\right) \propto \frac{N^3}{D^2} \quad 3$$

$$\left(\frac{P}{V}\right)_{escala1} = \left(\frac{P}{V}\right)_{escala2} \quad 4$$

$$rpm_{lab} = \frac{rpm_{planta}}{\left(\frac{D_{lab}}{D_{planta}}\right)^{\frac{2}{3}}} \quad 5$$

$$rpm_{lab} = 210 \text{ rpm}$$

- El equipo de jarras utilizado maneja un máximo de potencia de agitación de 200 rpm, por lo cual los ensayos se realizaron con este valor. Cabe mencionar que este ensayo intenta reproducir las condiciones de trabajo de los flocculadores industriales. Sin embargo, dado el pequeño volumen que los vasos de precipitado tienen en comparación con los flocculadores, la prueba de jarras constituye una reproducción del proceso que implica errores relacionados con la escala de turbulencia que se produce en el sistema a escala laboratorio y para la situación real, el tipo de agitador que para el caso del flocculador integra un agitador de hélice y palas planas, mientras el

equipo de jarras sólo posee agitación por medio de palas planas, distancia entre el agitador y las paredes del tanque de manera que la porción de volumen agitado sea reproducible, entre otros. No obstante, ésta es la que mejor simula la química de la clarificación y la operación llevada a cabo, con un arreglo de vasos de precipitado y paletas que permite someter los polímeros a condiciones hidráulicas similares que permiten tener resultados comparables y válidos. (Restrepo, 2009)

- **Dosificación:** La dosificación de floculante en Riopaila Castilla S.A, es decir la cantidad que debe aplicarse para garantizar un jugo claro con buenas características de color y turbiedad, apto para las operaciones siguientes en el proceso, está fijada entre 9-12 ppm. Por esta razón los ensayos se hicieron con 7, 9 y 11 ppm, teniendo en cuenta que se incluyó un número menor, para verificar si utilizando dosificaciones inferiores a las normales de operación se obtenían jugos clarificados de acuerdo al rango establecido. Teniendo en cuenta que el floculante tiene una concentración de 0.06% y que se dosificará en una muestra de jugo de 1ℓ se tiene lo siguiente:

Tabla 3. Volumen de floculante

Dosificación (ppm)	Volumen de floculante (ml)
7	11.6612
9	15
11	18.3318

3.1.2 Jugo encalado: La temperatura de jugo encalado con la cual se realizaron las pruebas fue de 100°C (Valores normales de operación), calentado por medio de una resistencia artesanal que llevaba el jugo hasta la temperatura de ebullición. A continuación se muestran las variables controladas y medidas del jugo encalado.

Tabla 4. Variables controladas para jugo encalado por ensayo

Hora	6:00 a.m
Volumen	1 ℓ
pH	7-7.3-7.5
Temperatura jugo	95-100°C

Posteriormente 1ℓ del jugo encalado caliente fue trasvasado a una probeta (en varias ocasiones) simulando la vaporización súbita, con el fin de remover el aire disuelto en el jugo y asegurar que la temperatura de trabajo sea constante, asemejandose así la operación normal en el clarificador.

3.1.3 Jugo clarificado: Para llevar a cabo la clarificación del jugo encalado, se adicionó el volumen correspondiente de floculante de acuerdo con la tabla No 3 a 1ℓ de jugo encalado caliente y vaporizado súbitamente, luego se monitorearon la cantidad y velocidad de flóculos sedimentado durante 5 minutos. Una vez conseguida la separación se retiró el jugo clarificado por medio de jeringas para realizar su posterior análisis. **(ANEXO 2)**

3.2 ANÁLISIS MUESTRAS

Para realizar los análisis se siguieron los métodos establecidos por la empresa, descritos a continuación:

3.2.1 Determinación de color y turbiedad.

EQUIPO: Espectrofotómetro 1205 VIS- Marca UNICO

- Realizar una dilución de la muestra de jugo en agua. (Jugo encalado: 5/100; Jugo Clarificado: 50/100, esto teniendo en cuenta el rango de trabajo del equipo, la lectura real la arroja el programa SAP).
- Medir los grado brix de las muestras diluidas.
- Ajustar el pH de las muestras en 7, adicionando Ácido clorhídrico HCL o hidróxido de sodio NaOH según sea el caso, (Realizar agitación con magneto para homogeneizar la muestra).

- Filtrar a vacío (**ANEXO 3**), conservando una parte de la muestra no filtrada.
- Ajustar el cero del equipo con agua destilada.
- Realizar la lectura de la absorbancia de la muestra filtrada y no filtrada, empleando una la longitud de onda de 420 nm de acuerdo a la NTC 5969 de 2012.
- Suministrar los datos al encargado del laboratorio que por medio de ecuaciones preestablecidas en el programa sap arroja el color y la turbiedad, de acuerdo a lo siguiente:

- **Color depende de:** °Brix; Abs Jugo Filtrado, pH ajustado
- **Turbiedad depende de:** °Brix; Abs Jugo no filtrado, pH ajustado

3.2.2 Determinación de los sólidos soluble (Grados brix).

EQUIPO: Polarímetro + refractómetro marca Schmidt+Haensch NIR W2

(El procedimiento es válido para muestras diluidas y sin diluir de manera que se tengan los datos reales de la muestra)

- Ajustar con agua destilada el blanco del equipo y presionar F4
- Adicionar la muestra
- Presionar F4 y efectuar la lectura

3.2.3 Determinación de la sacarosa aparente (Pol)

EQUIPO: Polarímetro + refractómetro marca Schmidt+Haensch NIR W2

- 200 ml de muestra (jugo encalado y jugo clarificado)
- Adicionar 2 g de ayuda filtrante, agitar constantemente
- Agregar 10 ml de la muestra al filtro y desecharlos
- Filtrar el resto de la muestra por aproximadamente 3 minutos
- Ajustar el blanco del polarímetro con agua destilada y presionar F4
- Agregar la muestra al equipo, presionar f4 y efectuar la lectura

3.2.4 Determinación del pH

EQUIPO: pH-Metro Mettler Toledo – SEVEN EASY

- Enfriar la muestra hasta temperatura ambiente (25°C)
- Sumergir el electrodo y proceder con la lectura

4. RESULTADOS Y ANÁLISIS DE RESULTADOS

4.1 EJECUCIÓN DE ENSAYOS A ESCALA LABORATORIO

Para analizar los resultados de los ensayos llevados a cabo en el laboratorio de acuerdo con la metodología mencionada se utilizó el programa minitab 17 y Microsoft Excel 2010.

Se realizó un análisis estadístico detallado para evaluar la incidencia de las variables controladas, pH de jugo encalado y tipo y dosificación de floculante, sobre las variables respuesta porcentaje de remoción de color y turbiedad, teniendo en cuenta que estas son las más determinantes a la hora de establecer la eficiencia de la clarificación. Por otro lado para las variables respuesta pol, °Brix y pH de jugo clarificado, se hizo un análisis individual detallado en los numerales 6.1.3, 6.1.4 y 6.1.5.

Teniendo en cuenta que la eficiencia de la operación se evalúa principalmente por el porcentaje de remoción de turbiedad y color obtenido, como se mencionó anteriormente, se tomaron estos dos valores como las principales variables respuesta para determinar las condiciones de trabajo en planta; para ello se hizo un análisis a través del planteamiento de un diseño completamente al azar con 3 factores (3^3), donde se evaluó el efecto de cada uno de los **factores de diseño**: floculante, dosificación y pH de jugo encalado, sobre cada una de las variables mencionadas. Cada factor a su vez tuvo **3 niveles**: (1) **floculante**: Flopam An 934 VHM PWG, Canefloc R200, PQPSG25HHM; (2) **dosificación**: 7, 9 y 11 ppm; (3) **pH jugo encalado**: 7, 7.3 y 7.5 y se realizaron 2 réplicas del experimento. Para efectos del análisis estadístico se debe tener en cuenta que se utilizó la siguiente nomenclatura:

Tabla 5. Nomenclatura para floculante

Floculante	Número
Flopam An 934 VHM PWG	1
Canefloc R 200	2
PQPSG25HHM	3

Se plantean las **Hipótesis de interés en el modelo:**

- **Hipótesis de investigación:** Establecer si los factores: floculante, dosificación y pH de jugo encalado, tienen efecto en el porcentaje de remoción de turbiedad o color de jugo encalado.
- **Hipótesis de interacción:**

$H_0 : (\tau\gamma)_{ij} = 0 \forall ij$ El efecto de los factores se da de forma independiente.

$H_1 : \text{al menos una } (\tau\gamma)_{ij} \neq 0$ Existen interacciones entre los factores.

- **Hipótesis de efectos principales:**

$H_0 = \tau_1 = \tau_2 = \tau_3 = 0 \text{ vs } H_1: \tau_i \neq 0 \text{ para algún } i$

* H_0 : El efecto de los niveles de los factores es el mismo en el porcentaje de remoción de turbiedad o color.

* H_1 : Algún nivel de los factores tiene efectos diferentes en el rendimiento de proceso.

Para esto es necesario realizar un ANOVA o análisis de varianza, por medio del cual se validan las hipótesis mencionadas. En el caso de que alguno de los factores y sus niveles afecte la variable respuesta es necesario realizar una prueba de tukey, por medio de la cual se establece el nivel del factor que produce la diferencia significativa en el resultado de la variable repuesta.

Posteriormente se realizó una evaluación de los resultados individuales por floculante de acuerdo a su dosificación, de manera que se observara el comportamiento de los datos para cada referencia y se estableciera bajo qué condiciones se hallaban los mejores valores de porcentaje de remoción de color y turbiedad.

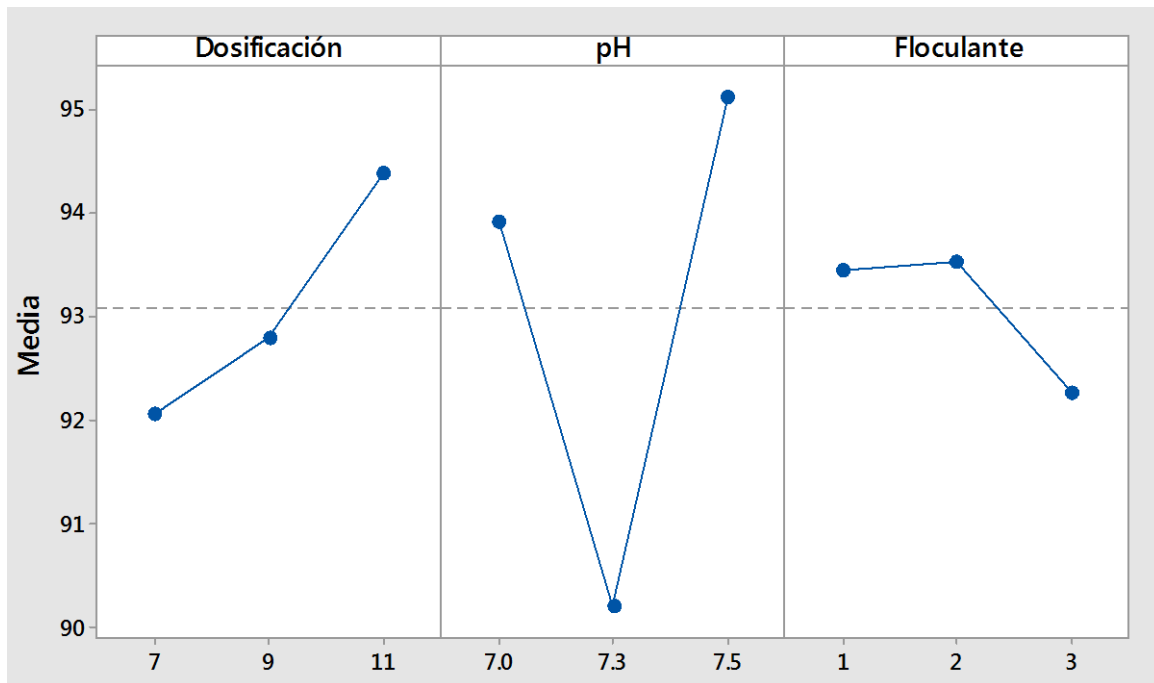
Se tomaron 3 muestras de jugo encalado, con diferentes características, esto debido a la alta variabilidad de la caña que entra constantemente en el proceso, teniendo en cuenta el tipo de corte (mecanizado o manual), cantidad de materia extraña que ingresa, edad de la caña, tiempo de residencia en el campo, etc. Con cada jugo se hicieron dos pruebas (replicas) de manera que los datos fueran significativos y se tuvieran conclusiones acertadas; en minitab se tomaron bloques, de esta forma se minimiza el error teniendo en cuenta que se van a comparar resultados con diferentes condiciones.

Tabla 6. Datos iniciales Jugo encalado

Tipo de jugo	pH	Color (UI)	Turbiedad(UI)
Jugo encalado I	7.5	15298	97652
Jugo encalado II	7.3	12373	46117
Jugo encalado III	7.0	18663	167416

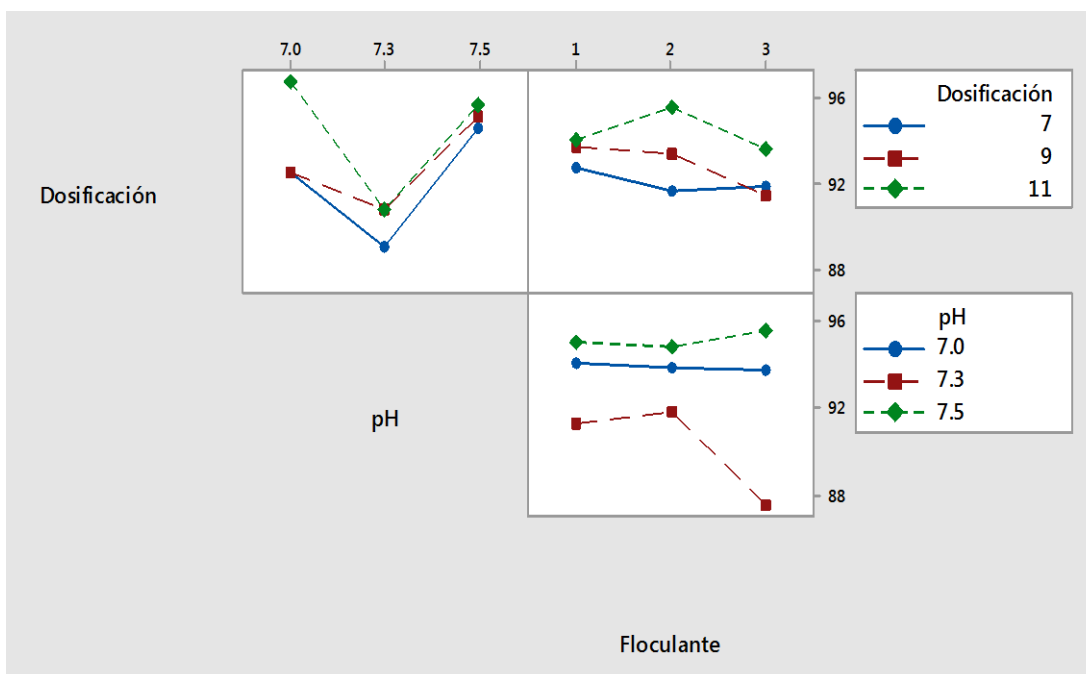
Los análisis presentados a continuación se realizaron teniendo en cuenta los datos del **ANEXO 1**.

4.1.1 Porcentaje de remoción de Turbiedad: La validación de las hipótesis se hace mediante el análisis de un conjunto de gráficas, de la siguiente manera:



Gráfica 1. Efectos principales para el porcentaje de remoción de turbiedad

De acuerdo a la gráfica 1 se puede observar que el pH con el cual se obtienen los mayores valores de remoción está comprendido en un rango entre 7.4 y 7.5. Se observa además, que con dosificaciones elevadas se podrían mejorar los resultados. Sin embargo de acuerdo a lo analizado en la gráfica 2 en la que se considera la interacción entre estas dos variables, se comprueba que mientras se tenga un estricto control de pH, la dosificación y tipo de floculante no son una variable crítica, teniendo en cuenta que estos incrementan la velocidad de sedimentación, pero otros factores, como el coagulante podrían ser los que definen el éxito de la operación. Los resultados son válidos para el rango de trabajo, pero no se puede predecir una tendencia específica dada la alta variabilidad en las características de los jugos diluidos.



Gráfica 2. Interacciones para el porcentaje de remoción de turbiedad

Por otro lado pueden presentarse tres tipos de interacciones:

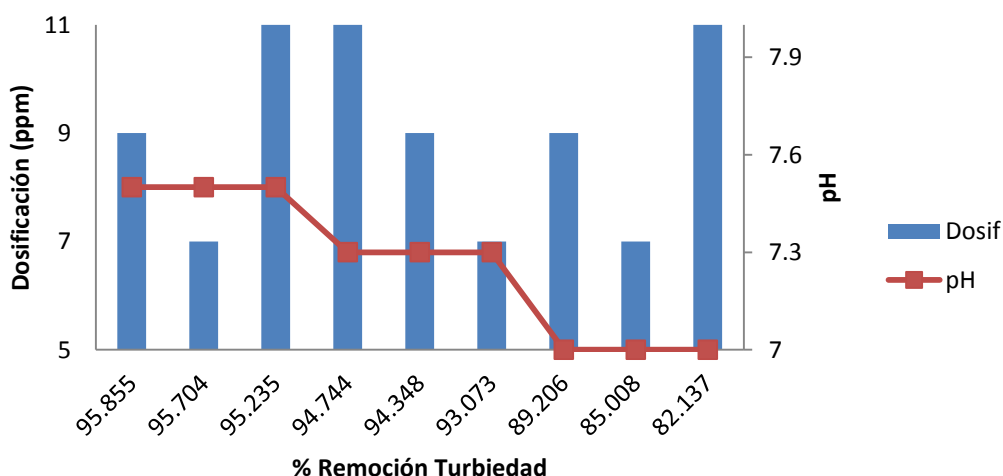
- **Dosificación-pH:** De acuerdo con la gráfica, por el cruce de líneas se puede decir que se presentó interacción entre estos dos factores, lo cual implica que puede existir un valor determinado al cruzarlos en el cual se obtengan buenos resultados en los valores de jugo clarificado.
- **pH-Floculante:** No hay interacción entre los factores ya que no se cruzan las líneas.
- **Floculante-Dosificación:** Existe interacción entre estos factores ya que las líneas se cruzan en dos puntos; De acuerdo a esto para cada floculante hay un valor determinado de dosificación con el cual se puede incrementar la velocidad de sedimentación de los coágulos previamente formados, en los que jugarían un papel fundamental las características como el peso molecular y la densidad de carga del floculante, así mismo su afinidad con el tipo de jugo que ingrese al proceso.

- **Análisis resultados por floculante**

El floculante de la marca PQP es el de menor rendimiento en el rango de estudio, mientras el floпам muestra resultados superiores al evaluar las variables respuesta, esto podría atribuirse a que generalmente la velocidad de sedimentación mejora con el peso molecular, ya que esto implica la formación de flóculos más largos. Sin embargo no se puede afirmar que los comportamientos obtenidos se deban solo al polímero, ya que se debe tener en cuenta la variabilidad en las características de los jugos y que los fosfatos, hierro y otro tipo de variables implicados en una buena coagulación, no fueron controlados.

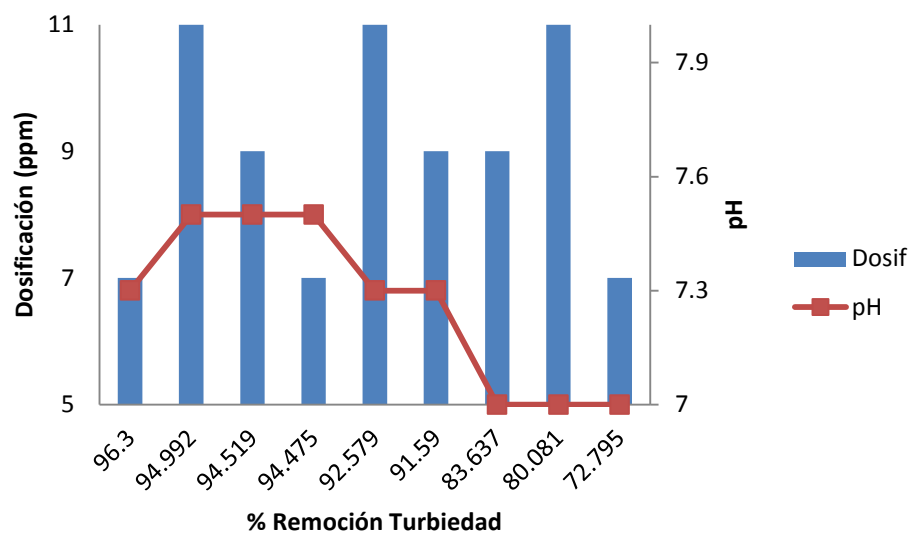
Los siguientes gráficos permiten visualizar la síntesis de los resultados individuales para los 3 polímeros, considerando los rangos de trabajo de las 3 variables controladas. Los mejores porcentajes de remoción de turbiedad se presentan a valores de pH alto (7.5) y en general con dosificaciones reducidas (7-9). Esto se podría atribuir a que la formación y volumen de coágulos se ve favorecida a pH alcalino por la presencia de los iones Ca^{2+} que a su vez reaccionan con los fosfatos del jugo diluido, de esta forma, el floculante actúa incrementando su velocidad de sedimentación y compactando los coágulos formados.

- **Floпам An 934 VHM PWG:**



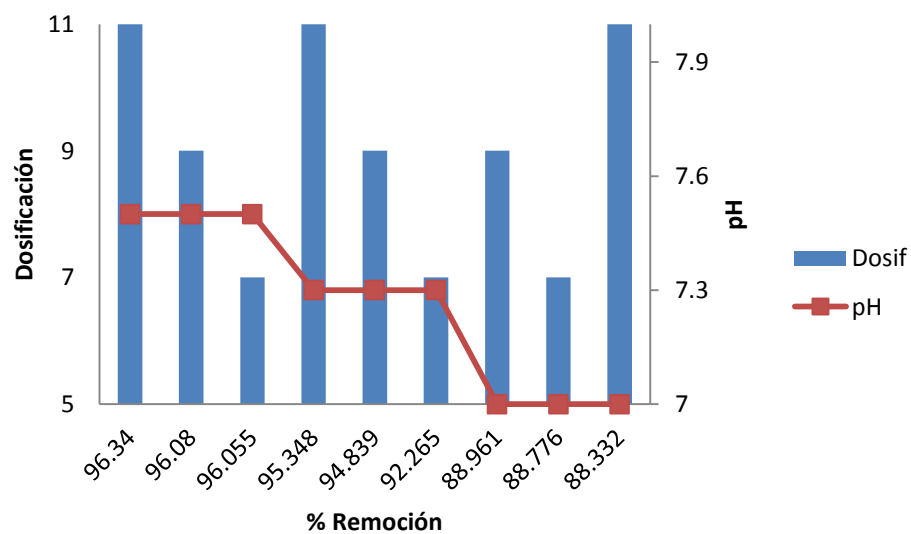
Gráfica 3. Resultados Floпам An 934 VHM PWG: Turbiedad
 * % Remoción de turbiedad: 95.855 * Dosificación: 9ppm *pH 7.5

- **Canefloc R-200:**



Gráfica 4. Resultados Canefloc R-200-Turbiedad
 * % Remoción de turbiedad: 96.30 * Dosificación: 7ppm *pH 7.3

- **PQPSG25HHM**



Gráfica 5. Resultados PQPSG25HHM-Turbiedad
 * % Remoción de turbiedad: 96.34 * Dosificación: 11ppm *pH 7.5

- **Anova y Pruebas de Tukey**

Se realizó una prueba de tukey para los factores que de acuerdo al ANOVA afectan la variable respuesta, de manera que se identifique cual es el factor crítico en el proceso y por tanto el que exige especial control.

En general se presenta un alto valor en el error (SC) del modelo, que podría atribuirse a que hay variables con mayor incidencia en los resultados que las controladas en el estudio, sin embargo estos son válidos para efectos de los rangos propuestos y analizados.

- **Dosificación**

Método

Hipótesis nula	Todas las medias son iguales
Hipótesis alterna	Por lo menos una media es diferente
Nivel de significancia	$\alpha = 0.05$

Se presupuso igualdad de varianzas para el análisis.

Información del factor

Factor	Niveles	Valores
Dosificación	3	7, 9, 11

Análisis de Varianza

Fuente	GL	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor p
Dosificación	2	50.29	25.14	0.94	0.396
Error	51	1358.71	26.64		
Total	53	1409.00			

Para la variable dosificación, el valor-p es mayor que el nivel de significancia ($valor - p = 0.396 > \alpha = 0.05$), se acepta la hipótesis nula, esto indica que todos los niveles de dosificación tienen el mismo efecto sobre la variable respuesta, es decir el porcentaje de remoción de turbiedad. Lo cual podría darse, debido a que las ppm de polímero agregadas influirían en la rápida sedimentación de los coágulos que se formaron gracias a propiedades que no fueron controladas en este estudio.

- **pH**

ANOVA unidireccional: Turbiedad vs. pH

Método

Hipótesis nula Todas las medias son iguales
 Hipótesis alterna Por lo menos una media es diferente
 Nivel de significancia $\alpha = 0.05$

Se presupuso igualdad de varianzas para el análisis.

Información del factor

Factor	Niveles	Valores
pH	3	7.0, 7.3, 7.5

Análisis de Varianza

Fuente	GL	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor p
pH	2	237.6	118.80	5.17	0.009
Error	51	1171.4	22.97		
Total	53	1409.0			

Para el pH, el valor-p es menor que el nivel de significancia ($valor - p = 0.009 < \alpha = 0.05$), se rechaza la hipótesis nula, esto indica que al menos uno de los valores de pH produce un efecto diferente en el porcentaje de remoción de turbiedad.

Comparaciones en parejas de Tukey

Agrupar información utilizando el método de Tukey y una confianza de 95%

pH	N	Media	Agrupación
7.5	18	95.132	A
7.0	18	93.921	A B
7.3	18	90.20	B

Las medias que no comparten una letra son significativamente diferentes.

De acuerdo a lo anterior existe diferencia significativa en los resultados obtenidos cuando el pH de trabajo se encontraba puntualmente en 7 y 7.5. Lo cual comprueba que a valores de pH alto existe un incremento en la formación de coágulos y la velocidad de sedimentación por acción del floculante, lo que a su vez produce jugos clarificados con mayores porcentajes de remoción de turbiedad y color.

- **Floculante**

ANOVA unidireccional: Turbiedad vs. Floculante

Método

Hipótesis nula Todas las medias son iguales
 Hipótesis alterna Por lo menos una media es diferente
 Nivel de significancia $\alpha = 0.05$

Se presupuso igualdad de varianzas para el análisis.

Información del factor

Factor	Niveles	Valores
Floculante	3	1, 2, 3

Análisis de Varianza

Fuente	GL	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor p
Floculante	2	17.91	8.953	0.33	0.722
Error	51	1391.09	27.276		
Total	53	1409.00			

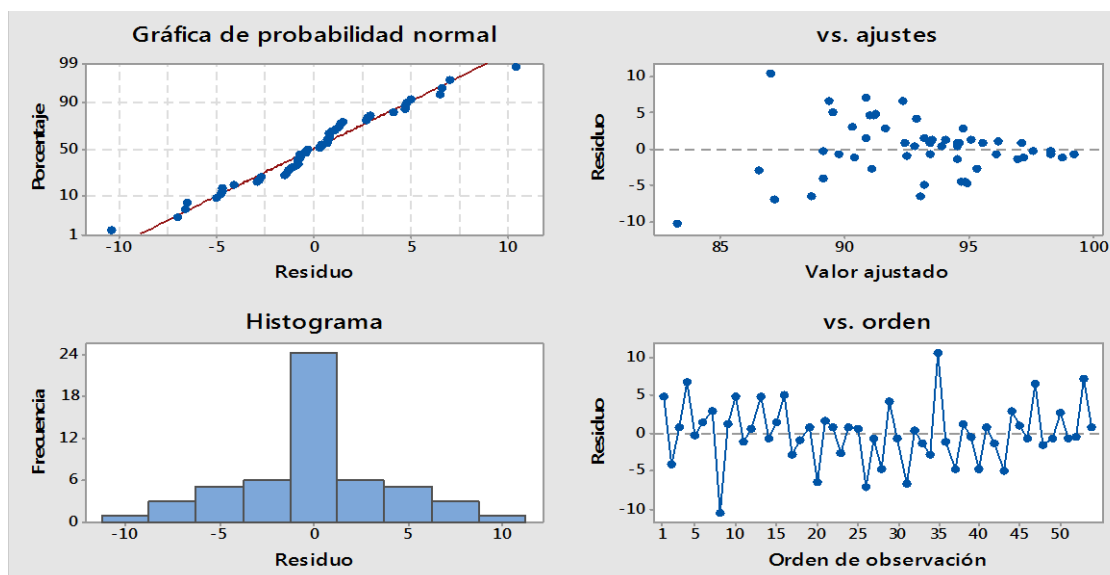
Para la variable floculante, el valor-p es mayor que el nivel de significancia ($valor - p = 0.722 > \alpha = 0.05$), se acepta la hipótesis nula, esto indica que todos los floculantes tienen el mismo efecto sobre la variable respuesta, es decir el porcentaje de remoción de turbiedad. De esta forma es válido afirmar que aunque el floculante es importante en el proceso de clarificación, no es la variable que determina su buen rendimiento.

6.1.1.1 Validación de supuestos

El procedimiento empleado solo es válido si se cumplen los siguientes supuestos sobre el modelo:

1. Los errores asociados al modelo de análisis empleado tienen media cero.
2. La varianza de los errores asociados al modelo de análisis es constante.
3. Los errores asociados al modelo de análisis son aleatorios e independientes.

4. Los errores asociados al modelo de análisis tienen una distribución normal (distribución en forma de campana).



Gráfica 6. Residuos para validación de supuestos porcentaje de remoción turbiedad

Supuesto 1: Se realiza un gráfico de los residuales (errores) vs. los valores ajustados (respuesta estimada). Como los residuales fluctúan alrededor de cero, se concluye que los errores tienen media cero.

Supuesto 2: Se valida con un Test de Bartlett o un Test de Levene planteando una prueba de hipótesis como la siguiente:

$$H_o = \text{Varianza constante vs } H_a = \text{Varianza con tendencia}$$

Pruebas		
Método	Estadística de prueba	Valor p
Comparaciones múltiples	—	0.230
Levene	4.57	0.070

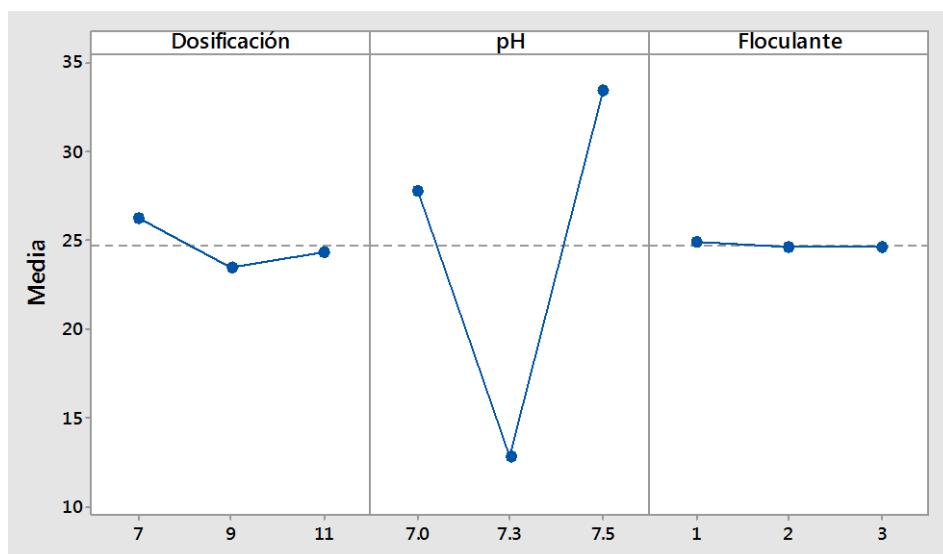
Como el valor-p para la Comparaciones multiples- Levene es mayor que el nivel de significancia ($\alpha = 0.05$), se acepta la hipótesis nula planteada, es decir, que la varianza de los errores es constante.

Supuesto 3: En la gráfica 6 (Fig.1), se observa que los errores asociados al modelo de análisis son aleatorios e independientes. Se cumple la hipótesis.

Supuesto 4: Se cumple el supuesto puesto que se presenta una distribución normal ya que el histograma muestra la forma de campana.

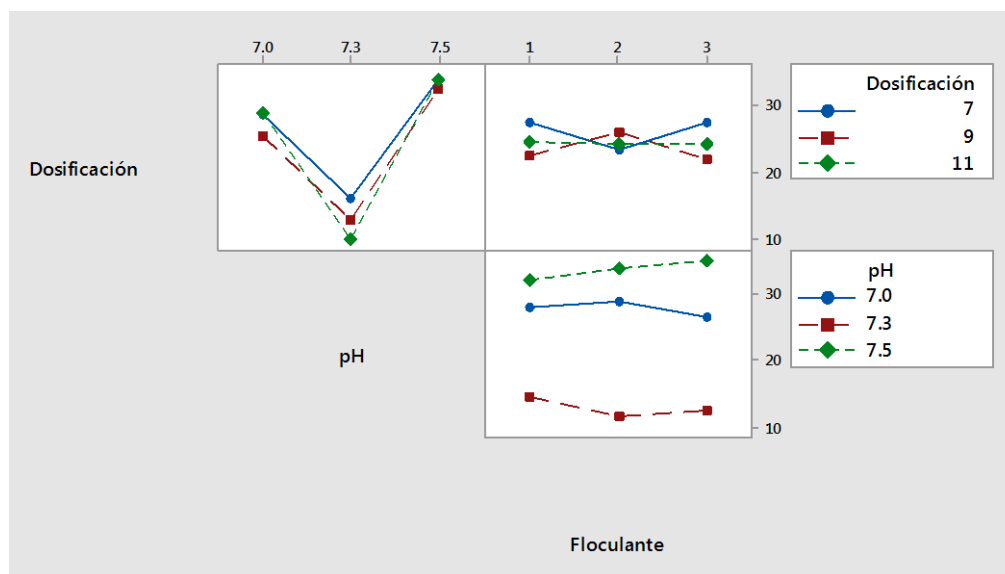
4.1.2 Porcentaje de remoción de Color: Es importante mencionar que los datos de porcentaje de remoción de turbiedad se encuentran directamente relacionados con los de color, es decir que se podría considerar que el porcentaje de remoción de turbiedad de materia extraña es proporcional a la remoción de color en el jugo, por lo cual los análisis son análogos. A continuación se puede observar como los resultados obtenidos siguen el mismo comportamiento de acuerdo a los rangos evaluados:

De acuerdo a la gráfica 7 se puede observar que el pH con el cual se obtienen los mayores valores de remoción de color está comprendido en un rango entre 7.4 y 7.5, adicionalmente con bajos valores de dosificación se obtienen mejores resultados. La gráfica muestra que el tipo de floculante dosificado no tiene mayor incidencia en los resultados de color.

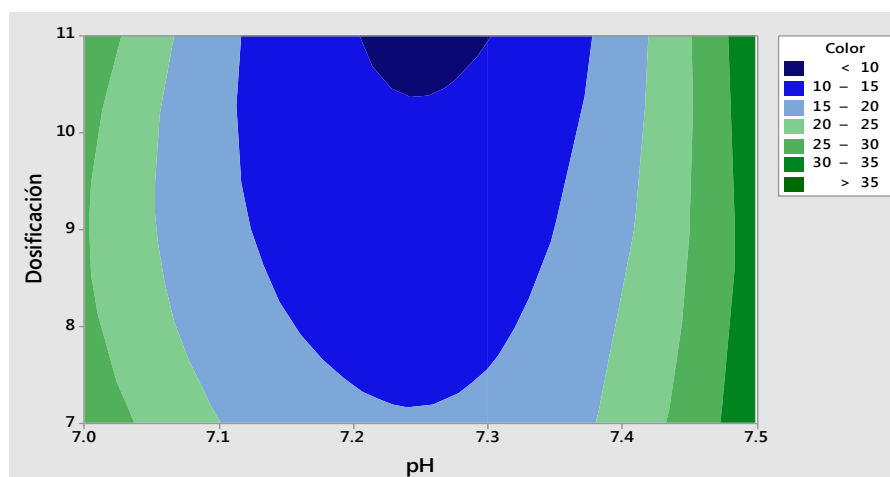


Gráfica 7. Efectos principales para el porcentaje de remoción de color

Se evalúa la interacción de los factores:



- **Dosificación-pH:** Por el cruce de líneas mostrado en la gráfica 8 se puede decir que hay interacción entre estos dos factores. En la siguiente gráfica de contorno se puede observar que con un pH de 7.45 y una dosificación de 7 ppm se alcanzan los mejores valores de porcentaje de remoción de color



- **pH-Floculante:** No hay interacción entre los factores ya que no se cruzan las líneas.
- **Floculante-Dosificación:** Existe gran interacción entre estos factores ya que las líneas se cruzan en varios puntos.
- **Anova y Pruebas de Tukey**
- **Dosificación**

ANOVA unidireccional: Color vs. Dosificación

Método

Hipótesis nula Todas las medias son iguales
 Hipótesis alterna Por lo menos una media es diferente
 Nivel de significancia $\alpha = 0.05$

Se presupuso igualdad de varianzas para el análisis.

Información del factor

Factor	Niveles	Valores
Dosificación	3	7, 9, 11

Análisis de Varianza

Fuente	GL	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor p
Dosificación	2	68.10	34.05	0.38	0.689
Error	51	4620.21	90.59		
Total	53	4688.31			

Para la variable dosificación, el valor-p es mayor que el nivel de significancia ($\text{valor} - p = 0.689 > \alpha = 0.05$), se acepta la hipótesis nula, esto indica que todos los niveles de dosificación tienen el mismo efecto sobre la variable respuesta, es decir el porcentaje de remoción de color.

- pH

ANOVA unidireccional: Color vs. pH

Método

Hipótesis nula Todas las medias son iguales
 Hipótesis alterna Por lo menos una media es diferente
 Nivel de significancia $\alpha = 0.05$

Se presupuso igualdad de varianzas para el análisis.

Información del factor

Factor	Niveles	Valores
pH	3	7.0, 7.3, 7.5

Análisis de Varianza

Fuente	GL	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor p
pH	2	4075.9	2037.94	169.71	0.000
Error	51	612.4	12.01		
Total	53	4688.3			

Para el pH, el valor-p es menor que el nivel de significancia (*valor – p* = 0.000 $\leq \alpha = 0.05$), se rechaza la hipótesis nula, esto indica que al menos uno de los valores de pH produce un efecto diferente en el porcentaje de remoción de color.

Comparaciones en parejas de Tukey

Agrupar información utilizando el método de Tukey y una confianza de 95%

pH	N	Media	Agrupación
7.5	18	33.462	A
7.0	18	27.729	B
7.3	18	12.847	C

De acuerdo a lo anterior existe diferencia significativa en los resultados obtenidos con los 3 valores de pH, como se espera de acuerdo a lo explicado en la sección anterior.

- **Floculante**

ANOVA unidireccional: Color vs. Floculante

Método

Hipótesis nula Todas las medias son iguales
 Hipótesis alterna Por lo menos una media es diferente
 Nivel de significancia $\alpha = 0.05$

Se presupuso igualdad de varianzas para el análisis.

Información del factor

Factor	Niveles	Valores
Floculante	3	1, 2, 3

Análisis de Varianza

Fuente	GL	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor p
Floculante	2	0.88	0.4383	0.00	0.995
Error	51	4687.43	91.9104		
Total	53	4688.31			

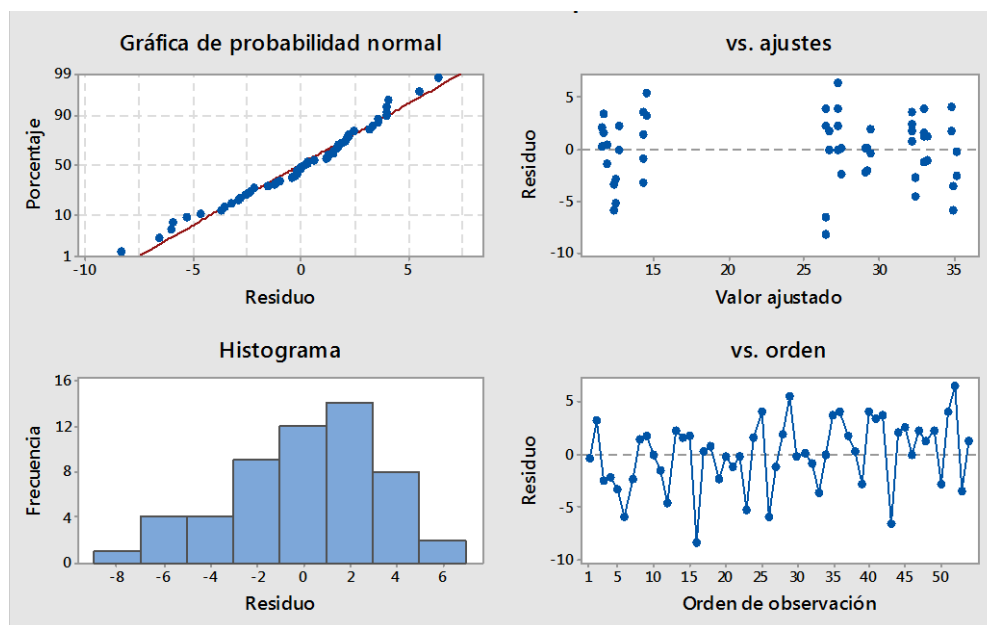
Para la variable floculante, el valor-p es mayor que el nivel de significancia ($valor - p = 0.995 > \alpha = 0.05$), se acepta la hipótesis nula, esto indica que todos los floculantes tienen el mismo efecto sobre la variable respuesta, es decir el porcentaje de remoción de color.

- **Validación de supuestos**

El procedimiento empleado solo es válido si se cumplen los siguientes supuestos sobre el modelo:

1. Los errores asociados al modelo de análisis empleado tienen media cero.
2. La varianza de los errores asociados al modelo de análisis es constante.
3. Los errores asociados al modelo de análisis son aleatorios e independientes.

4. Los errores asociados al modelo de análisis tienen una distribución normal (distribución en forma de campana).



Gráfica 10. Residuos para validación de supuestos porcentaje de remoción color

Supuesto 1: Se realiza un gráfico de los residuales (errores) vs. los valores ajustados (respuesta estimada). Como los residuales fluctúan alrededor de cero, se concluye que los errores tienen media cero.

Supuesto 2: Se valida con un Test de Bartlett o un Test de Levene planteando una prueba de hipótesis como la siguiente:

$$H_o = \text{Varianza constante vs } H_a = \text{Varianza con tendencia}$$

Pruebas

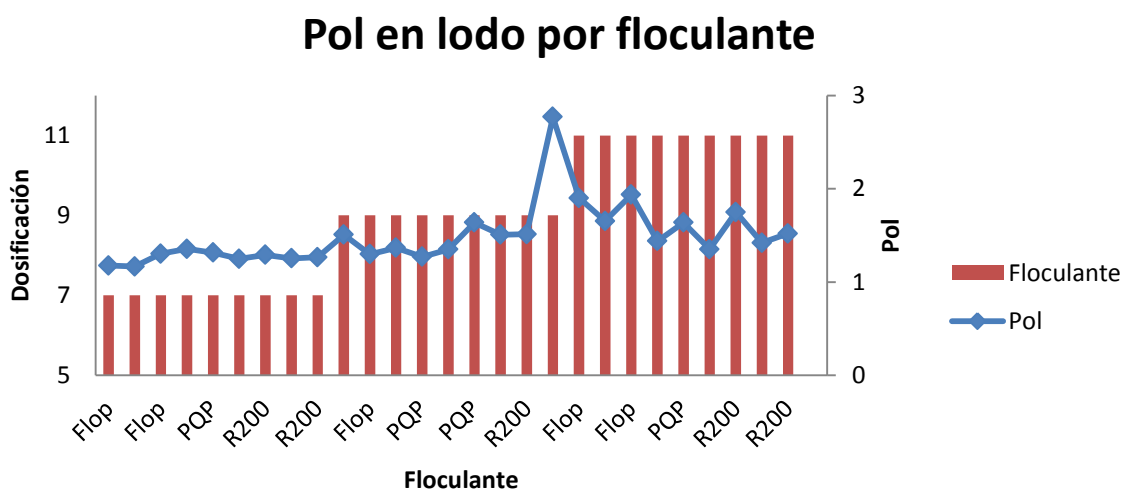
Método	Estadística de prueba	Valor p
Comparaciones múltiples	—	0.640
Levene	1.21	0.316

Como el valor-p para la Comparaciones multiples- Levene es mayor que el nivel de significancia ($\alpha = 0.05$), se acepta la hipótesis nula planteada, es decir, que la varianza de los errores es constante.

Supuesto 3: En la gráfica 10 (Fig.1), se observa que los errores asociados al modelo de análisis son aleatorios e independientes. Se cumple la hipótesis.

Supuesto 4: Se cumple el supuesto puesto que se presenta una distribución normal ya que el histograma muestra la forma de campana.

4.1.3 Pérdidas de sacarosa (Pol: Sacarosa aparente)



Gráfica 11. Pol en lodo por floculante

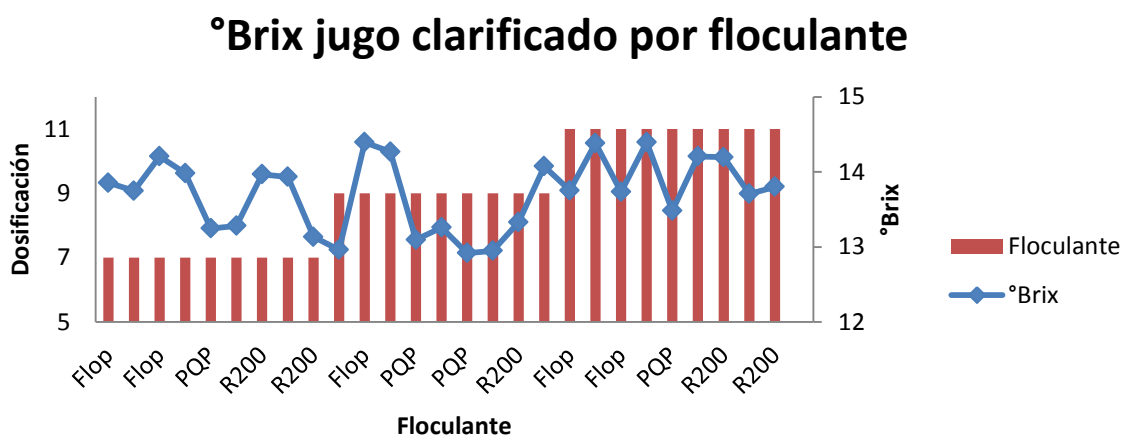
La pol es una medida que indica la cantidad de sacarosa presente en una muestra, en el laboratorio se le hizo análisis de pol al jugo encalado y clarificado y de esta manera se encontró la pol del lodo, de la siguiente manera:

$$pol \text{ jugo encalado} = pol \text{ jugo clarificado} + pol \text{ lodo} \quad \text{Ecuación 5}$$

$$pol \text{ lodo} = pol \text{ jugo encalado} - pol \text{ jugo clarificado} \quad \text{Ecuación 6}$$

De acuerdo a la gráfica 11 se puede ver como los lodos cumplen con el parámetro de pol máxima establecidos por Riopaila Castilla S.A, aún sin pasar por el proceso de filtración. El floculante con el cual hubo menor pérdida de sacarosa, aún en bajas dosificaciones fue el flopam an 934 VHM PWG (1.18), la máxima pérdida de sacarosa se dio con el canefloc R-200 dosificado a 9 ppm (2.77). No se pueden atribuir estos resultados solamente a las propiedades de los floculantes ya que una descripción cualitativa de estos no es suficiente para ello, sin embargo se podría asumir que el flopam an 934 VHM PWG tiene un peso molecular con un valor puntual superior al de las otras dos referencias evaluadas, lo cual incrementó la compactación de los flóculos. Adicionalmente el comportamiento positivo es válido solo para el rango de estudio, ya que fuera de este podría fluctuar.

4.1.4 Solidos Solubles



Gráfica 12. °Brix en lodo por floculante

Grados brix es el término designado para describir la cantidad de sólidos disueltos contenidos en una solución azucarada, libre de impurezas insolubles. De acuerdo a la norma ICUMSA los jugos clarificados deben tener de 12-14° Brix, rango que se cumple para el 90% de los datos obtenidos en el laboratorio.

4.1.5 pH en jugo clarificado. El pH del jugo claro debe ser 7.0 por lo que el del jugo encalado no debe ser superior a 8 ya que esto produce un exceso de sales cálcicas, las cuales ocasionan descomposición de azúcares reductores y aumento del color; igualmente un valor de pH bajo (desde 6.7) produce inversión de sacarosa (Herrera, 2011). Los resultados obtenidos muestran jugos clarificados con un pH promedio de 7.035, lo cual indica que se cumplen con el parámetro ICUMSA.

En estudios realizados en Riopaila Castilla S.A, planta Riopaila, se encontró que de acuerdo a sus condiciones de operación (diferentes a las de planta Castilla en cuanto a equipos y eficiencia de los mismos, características de la caña, configuración del proceso, entre otras), la dosificación en la cual se incrementa la velocidad de sedimentación de los lodos, es 8 ppm de floculante lipesa 1521 (producto con el cual se operaba a la fecha del estudio 2012, ya que actualmente el floculante usado es floпам An 934 VHM PWG) y pH de jugo encalado de 7.4-7.5, con el objetivo de obtener jugos clarificados con pH cercano a 7. Los resultados encontrados tras esta experiencia a pesar de no ser bajo los mismos parámetros se encuentran correlacionados y muestran como una vía productiva adoptar y ajustar las condiciones encontradas a la operación normal. Al obtener jugos clarificados con buenas características, minimizando el consumo de floculante se aumenta la eficiencia de la operación. (Ebeling, 2005).

Investigaciones en otros centrales azucareros de acuerdo a sus condiciones y parámetros de operación muestran como un buen pH de trabajo podría ser 7.2, generalmente preparan la solución floculante más concentrada 0.1-0.2% y agregan una dosificación inferior de floculante que oscila en 3 ppm. (Matute, 2012).

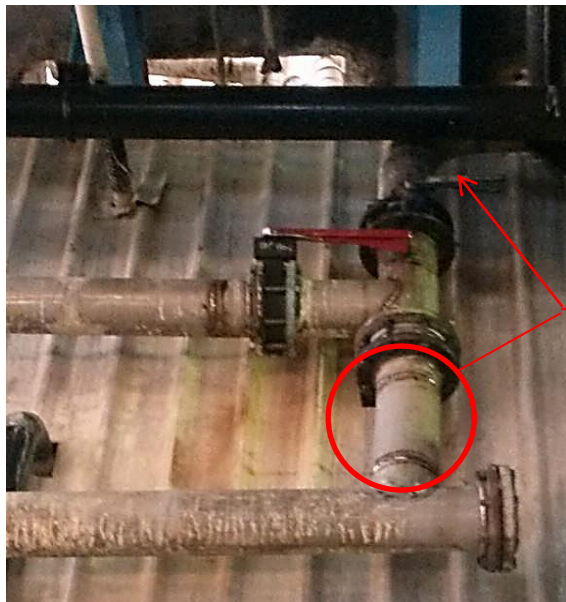
4.2 PRUEBAS EN PLANTA

De acuerdo a los resultados obtenidos en el laboratorio se verificó que los floculantes no son una variable crítica en el estudio, sin embargo los mejores resultados en los rangos de operación empleados, se obtuvieron con el Floпам An 934 VHM PWG y Canefloc R-200. Por cuestiones

de disponibilidad de producto la prueba en planta se realizó con el Flopam An 934 VHM PWG floculante con el que normalmente se opera en planta.

Inicialmente se llevó a cabo un análisis de las variables respuesta para el proceso de clarificación, teniendo en cuenta las condiciones normales de operación con el fin de tener un parámetro inicial de comparación. Posteriormente se realizaron dos pruebas, la primera consistía en modificar la dosificación de floculante y pH de jugo encalado usados normalmente en operación, conservando los otros parámetros del proceso. En la segunda prueba, adicional a los cambios anteriores, se preparó el floculante en el tanque CIP, ubicado en el cuarto piso de la fábrica, con el fin de darle mayor tiempo de maduración al producto, teniendo en cuenta que baja hasta el tanque dosificador de floculante que se encuentra en el primer piso (Para el tanque CIP también se hizo un estudio inicial teniendo en cuenta las condiciones normales de operación).

Para llevar a cabo el seguimiento pertinente fue necesario realizar modificaciones en las corrientes que llegaban al tanque de jugo encalado, ya que se observó que el pH era una variable que difícilmente se mantenía en un rango constante, por lo cual se llevaron a cabo los siguientes cambios:



La corriente que va del tanque de recuperación hacia el tanque de jugo encalado se desvió hacia el tanque de jugo filtrado no tratado, para ello como se observa en la imagen se añadió un tramo de tubería donde antes estaba ubicada una válvula sin ninguna utilidad, esta fue trasladada hacia la parte superior. La válvula roja fue instalada para permitir el paso hacia el tanque de jugo filtrado no tratado, gracias a la válvula reubicada (de color negro), por el otro tramo de tubería se impide el paso hacia el tanque de jugo encalado.

Figura 4. Modificación del arreglo de válvulas

Una vez se realizaron los cambios y tras observar una mejora en el comportamiento del pH, se procedió con la realización de las pruebas descritas.



Figura 5. Carta de control de pH diario

De acuerdo a lo anterior se obtuvieron los siguientes resultados:

Tabla 7. Resultado preparación conservando parámetros del proceso

Prueba 1.1		Prueba 1.2	
pH	7.2	pH	7.4
Dosificación	12	Dosificación	7
Jugo		Jugo	
Encalado		Encalado	
Color	22972	Color	19707
Brix	15.6	Brix	14.16
Turbiedad	182912	Turbiedad	172958
Jugo	2%	Jugo	1.90%
Clarificado		Clarificado	
Color	13292	Color	12895
Brix	14.94	Brix	14.56
Turbiedad	6822	Turbiedad	7483
Cachaza		Cachaza	
Pol	2.00%	Pol	1.90%

%RemCol	42%	%RemCol	35%
%RemTur	96%	%RemTur	96%

Al disminuir la dosificación de floculante y aumentar el pH se observa que el % de remoción de turbiedad se mantiene constante, dato importante teniendo en cuenta el volumen de producto ahorrado (4ppm*Tonjugo), por el lado del color disminuyó 18% la remoción; sin embargo se redujo 5% la pérdida de sacarosa en cachaza, lo cual confirma que el factor más importante a controlar en el proceso de clarificación es el pH y no la dosificación de producto. Se debe tener en cuenta que el color no removido puede corregirse en las etapas posteriores del proceso, como la sulfitación de meladura y que la variable respuesta más importante en esta etapa es el porcentaje de remoción de turbiedad.

Tabla 8. Resultado preparación tanque CIP

Prueba 2.1 Cip	Valor	Prueba 2.2 Cip	Valor
pH	7.2	pH	7.4
Dosificación	12	Dosificación	7-8
Jugo Encalado		Jugo Encalado	
Color	29104	Color	23795
Brix	14.52	Brix	15.72
Turbiedad	238150	Turbiedad	222902.3
Jugo Clarificado		Jugo Clarificado	
Color	12696	Color	14987
Brix	14.26	Brix	13.16
Turbiedad	4232	Turbiedad	6131
Cachaza		Cachaza	
Pol	2%	Pol	1.80%
%RemCol	56%	%RemCol	37%
%RemTur	98%	%RemTur	97%

Para esta prueba se tiene una disminución de 1% en la remoción de turbiedad, valor poco significativo teniendo en cuenta el ahorro de producto dosificado, en el % de remoción de color hubo una disminución de 34%. Para el caso de la sacarosa en cachaza se redujo en 10% la perdida.

Para todas las pruebas se hizo la prueba rápida de floculación obteniéndose lo siguiente:

Tabla 9. Resultados por prueba

Prueba	Variable	Valor
1.1	Tiempo (s) en llegar al 50%	12
	Calidad del jugo	Cristalino
	Cachaza	Compacta
1.2	Tiempo (s) en llegar al 50%	11
	Calidad del jugo	Cristalino
	Cachaza	Compacta
2.1	Tiempo (s) en llegar al 50%	18
	Calidad del jugo	Cristalino
	Cachaza	Compacta
2.1	Tiempo (s) en llegar al 50%	24
	Calidad del jugo	Cristalino
	Cachaza	Compacta

De acuerdo a esta información con las condiciones de la prueba 1.1 se logra sedimentar mayor cantidad de lodos en menos tiempo, sumado a esto el jugo clarificado muestra buenas condiciones cualitativas.

Las pruebas en planta se llevaron a cabo en el mes de abril, en el cual se presentaron constantes lluvias y paros de producción por falta de caña, situaciones que hacían difícil la operación, el promedio mensual de sacarosa en cachaza fue de 1.8, debido sobre todo al alto contenido de materia extraña entrante al proceso y las dificultades que esto trae en la clarificación del jugo y

teniendo en cuenta las características de los lodos que salen del equipo. Por esta razón los valores de pol en cachaza presentados en las pruebas no cumplen con el parámetro de 1.2 establecido por Riopaila Castilla S.A.

5. CONCLUSIONES

Los floculantes utilizados para realizar este estudio se escogieron teniendo en cuenta los proveedores de la empresa y debido a que no se pudieron establecer números puntuales de densidad de carga y peso molecular (pues no había disponibilidad de estos datos en las fichas técnicas), no es posible determinar si su utilización es la causa del alto o bajo rendimiento del proceso, razón por la cual los resultados obtenidos no se atribuyen solamente a los polímeros, ni a los rangos utilizados. Lo anterior conduce a que predecir una tendencia de comportamiento resulte complicado, ya que adicionalmente se debe tener en cuenta la variabilidad de las propiedades del jugo diluido, por ejemplo los fosfatos que oscilan en un amplio rango entre 300-600 ppm y así mismo la inexistencia de control sobre el ingreso de hierro, que a su vez son indispensables para una buena coagulación.

El análisis de las pruebas de laboratorio realizadas a lo largo del proyecto mostró que el pH del jugo encalado es la variable crítica del proceso, con un valor de 7.4 se obtuvieron jugos clarificados con las características esperadas, en general con jugos alcalinos se podría incrementar la formación de flóculos y a su vez, gracias al floculante la velocidad de sedimentación, especialmente dosificando 7ppm del floculante Flopam An 934 PWG VHM, para el caso estudiado, siendo este el polímero el mayor rendimiento comparado con los otros dos. Las pruebas de tukey demostraron que la dosificación no tiene mayor influencia sobre las variables más importantes a analizar, es decir el porcentaje de remoción de turbiedad y color de las muestras analizadas. Los resultados de las variables respuesta pol, °Brix y pH de jugo clarificado para todas las pruebas se mantuvieron dentro de los parámetros aceptados por la empresa.

Una serie de ensayos en planta fueron realizados manteniendo las condiciones encontradas en el laboratorio con el floculante Flopam An 934 PWG VHM con el propósito de validar los resultados a nivel laboratorio. Los ensayos se hicieron tanto manteniendo las condiciones normales de proceso, como con ciertas modificaciones en algunos de los parámetros. La variable % de remoción de turbiedad en ambas circunstancias presentó una respuesta positiva, lo cual confirma que un buen control de pH y una disminución en la dosificación de floculante son

modificaciones apropiadas si se desea encontrar resultados favorables y adicionalmente ahorrar insumos (4ppm*Tonjugo). La disminución del porcentaje de remoción de color observada en ambos casos puede ser corregida en las etapas posteriores del proceso si se tiene en cuenta que los valores obtenidos se encuentran en los rangos normales de operación.

La disminución aproximada de 5% en pérdidas de sacarosa en cachaza uno de los factores más importantes a controlar con este estudio, comparado con los resultados normales para meses como abril en el cual dado el clima la operación se hace más complicada, ha sido otro de los resultados favorables del mismo, además se debe tener en cuenta que para las pruebas en laboratorio se mantuvo el parámetro fijado por la empresa.

6. RECOMENDACIONES

- Modificar y controlar las variables dosificación de floculante y pH de jugo encalado, de acuerdo a las condiciones probadas y validadas mediante este estudio.
- Probar diferentes rangos de operación, considerando un jugo encalado con mayor adición de cal y por tanto mayor pH, controlando variables como los fosfatos y evaluando su incidencia en la operación.
- Realizar un nuevo seguimiento en el tanque CIP, ya que para dosificaciones de floculante de aproximadamente 10 ppm es posible que al tener mayor tiempo de maduración (dado el tramo de tubería que debe recorrerse antes de llegar al tanque dosificador) se obtengan mejores resultados finales.

7. BIBLIOGRAFÍA

1. Arboleda, J. (1981). Teoría, diseño y control de los procesos de clarificación del agua. 1th. Edición. Editorial Cepis. Lima, Perú, pp 158-162.
2. Asocaña (2012). El sector azucarero colombiano en la actualidad. Tomado de: <http://www.asocana.org/publico/info.aspx?Cid=215>. Consultada el 15 de mayo de 2014.
3. Chen, J. (2000). Manual del azúcar de caña: para fabricantes de azúcar de caña y químicos especializados. Editorial Limusa. Ciudad de México, México. p. 1200.
4. Coulson, J.M. & Richarson, J.F. (1988) Ingeniería Química, Vol. 2, 3º ed., EdReverté.
5. Dirección general de normas. Industria azucarera. Determinación de pol (sacarosa aparente) en muestras de bagazo de caña de azúcar (1991). Tomado de: <http://www.colpos.mx/bancodenormas/nmexicanas/NMX-F-281-1991.PDF>. Consultada el 21 de octubre de 2014.
6. Dronnet V.M.; M.A.V. Axelos; C.M.G.C Renard; J.F. Thibault. (1998). Improvement of the binding capacity of divalent metal cations by sugar-beet pulp.2.Binding of divalent metal cations by modified sugar-beet pulp. Carbohydr. Polym. Pp. 35: 239-247.
7. Doherty W; Rackemann D. (2009). Some aspects of calcium phosphate chemistry in sugarcane clarification. Revista: International Sugar Journal, 111(1327).pp. 448-455.
8. Documento: Ficha Técnica del Polímero Flopam An 934 VHM PWG. Elaborado por Exro S.A.S
9. Documento: Ficha Técnica del Polímero Canefloc R-200. Elaborado por Hidrotec Ltda.

- 10.** Documento: Ficha Técnica del Polímero PQPSG25HHM. Elaborado por Productos químicos Panamericanos.
- 11.** Ebeling. J; Rishel. K; Sibrell. P (2005) Screening and evaluation of polymers as flocculation aids for the treatment of aquacultural effluents. Revista:Elsevier, Aquacultural Engineering 33 Pp236-238
- 12.** Gil, N. (2008). Consideraciones acerca del desempeño operacional de las estaciones de clarificación y filtración. Carta Trimestral 3 y 4. Cenicaña, pp. 15-19.
- 13.** González, Y.; J. Falcón; E. García. (2006). Empleo de floculantes en la determinación del % de Pol en jugo de caña de azúcar. Tecn. Quím. pp. 26:21-25.
- 14.** Greenwood J; Rainey T; Doherty W. (2007). Light scattering study on the size and structure of calcium phosphate/hydroxyapatite flocs formed in sugar solutions. Revista Colloid and Interface Science 306(1):pp. 66-71
- 15.** Herrera, A. (2011) Tesis pregrado. Estudio comparativo de métodos para la determinación de Sacarosa y azúcares reductores en miel virgen de caña utilizados en el ingenio Pichichí S.A, Palmira, Colombia. p 25
- 16.** Honig P. (1974) Principios de Tecnología Azucarera. Tomo I: Propiedades de los Azucares y No-azucares La Purificación de los Jugos. Editorial Continental, México, México
- 17.** Hugot, E. (1964) “Manual para ingenieros azucareros”, 1th. Edición. Editorial Continental. México, México, p 803.
- 18.** ICUMSA. International Commission for Uniform Methods of Sugar Analysis. (1994). Libro

19. de Métodos. Determinación de Pol, °Brix y fibra en caña. Método GS5/7-1. Bartens. Berlin, Alemania. p.6.
20. ICUMSA. International Commission for Uniform Methods of Sugar Analysis. (2007a). Libro de Métodos. Determinación de pH con un método directo en azúcar crudo, melaza y jarabes. Método GS1/2/3/4/7/8/9-23. Bartens. Berlin, Alemania. p.3.
21. Matute, L; Bedoya C; Feo J. (2012) Determinación de la concentración óptima de floculante a usar en la clarificación de jugos de caña en un central azucarero. Rev. Fac. Agron. Mateo, Venezuela. pp 115-122.
22. Norma Técnica Colombiana NTC 2369, 19 de Octubre de 1994 “Industrias alimentarias. Floculantes Derivados de la Acrilamida Utilizados en la Clarificación del Agua Potable y en la Elaboración del Azúcar de Caña”
23. Observatorio Agrocadenas. (2006). Agroindustria y competitividad: estructura y dinámica en Colombia 1991-2004. Min. Agricultura Desarrollo Rural, IICA. Bogotá, Colombia. p.519.
24. Ocampo, L. (2012) Tesis pregrado. Determinación de las condiciones apropiadas de preparación de un floculante como componente fundamental en el proceso de clarificación de jugo en Riopaila castilla s.a, planta riopaila. Zarzal, Colombia p. XV, 29,71.
25. Rein, P. (2012). Ingeniería de la caña de azúcar. . Bartens. Berlín, Alemania. Pp 249-250. 263
26. Restrepo, H. (2009) Tesis pregrado. Evaluación del proceso de coagulación-floculación de una planta de tratamiento de agua potable. Medellín, Colombia p. 12

- 27.** Riopaila Castilla S.A (2014) FEL - ELABORAR AZÚCAR Y DERIVADOS: Clarificación de jugo. Disponible en Riopaila Castilla S.A, planta Castilla. Pradera, Colombia. pp 1-7
- 28.** Riopaila Castilla S.A (2013) Proceso de elaboración del azúcar Tomado de: https://www.riopaila-castilla.com/index.php?option=com_content&view=article&id=35&Itemid=40. Consultada el 3 de marzo de 2015.
- 29.** Universidad Nacional de Quilmes (2011). Escalado de Bioprocesos: <http://bioprocesos.unq.edu.ar/Biopro%20II/Clase%20escalado%281%29.pdf>. Consultada el 21 de octubre de 2014.

8. ANEXOS

ANEXO 1.

Tabla I. Resultados primer tratamiento

Dosificación	Floculante	pH Jugo	%	%	pH Jugo	°Brix	Pol
		Encalado	Remoción	Remoción	Clarificado		
			Turb	Color			
7	Flop	7	95.70	29.03	6.97	13.85	1.18
7	Flop	7.3	85.01	17.72	7.16	13.75	1.17
7	Flop	7.5	93.07	32.61	7.21	14.21	1.30
7	PQP	7	96.05	27.00	6.89	13.98	1.36
7	PQP	7.3	88.78	11.06	6.99	13.25	1.32
7	PQP	7.5	92.27	28.94	7.15	13.28	1.25
7	R200	7	94.47	26.86	6.90	13.97	1.29
7	R200	7.3	72.80	15.57	7.07	13.93	1.25
7	R200	7.5	96.30	36.64	7.14	13.13	1.27
9	Flop	7	95.86	26.61	6.95	12.96	1.51
9	Flop	7.3	89.21	10.38	6.97	14.39	1.30
9	Flop	7.5	94.35	27.84	7.02	14.27	1.37
9	PQP	7	96.08	28.67	6.84	13.10	1.27
9	PQP	7.3	88.96	13.17	6.88	13.26	1.35
9	PQP	7.5	94.84	34.02	7.02	12.92	1.64
9	R200	7	94.52	18.11	6.93	12.95	1.51
9	R200	7.3	83.64	11.86	7.18	13.33	1.51
9	R200	7.5	91.59	32.87	7.20	14.07	2.77
11	Flop	7	95.23	25.16	6.92	13.75	1.90
11	Flop	7.3	82.14	12.50	6.97	14.38	1.65
11	Flop	7.5	94.74	32.13	7.09	13.73	1.94
11	PQP	7	96.34	27.15	6.90	14.40	1.44

11	PQP	7.3	88.33	7.13	7.15	13.48	1.64
11	PQP	7.5	95.35	34.60	7.24	14.21	1.35
11	R200	7	94.99	31.23	6.97	14.20	1.75
11	R200	7.3	80.08	6.48	7.10	13.71	1.42
11	R200	7.5	92.58	31.77	7.20	13.80	1.52

Para la segunda replica se obtuvieron los siguientes resultados:

Tabla II. Resultados replica

Dosificación	Floculante	pH Jugo	% Encalado	% Remoción Turb	% Remoción Color	pH Jugo Clarificado	°Brix	Pol
7	Flop	7	90.01	31.33	6.83	14.02	1.12	
7	Flop	7.3	97.05	20.02	6.93	13.63	1.64	
7	Flop	7.5	95.40	34.91	7.03	12.98	1.75	
7	PQP	7	86.40	29.30	6.90	13.88	1.46	
7	PQP	7.3	93.17	13.36	6.98	13.03	1.21	
7	PQP	7.5	93.16	31.24	7.16	13.17	1.30	
7	R200	7	92.50	29.16	6.98	13.40	1.43	
7	R200	7.3	97.50	17.87	7.15	13.88	1.21	
7	R200	7.5	97.58	38.94	7.11	13.85	1.42	
9	Flop	7	90.21	28.41	6.98	13.46	1.29	
9	Flop	7.3	95.22	12.18	7.06	12.81	1.36	
9	Flop	7.5	97.19	29.64	7.15	13.05	1.39	
9	PQP	7	90.12	30.47	6.93	12.66	1.55	
9	PQP	7.3	94.25	14.97	7.08	13.84	2.09	
9	PQP	7.5	95.89	35.82	7.21	13.62	1.75	
9	R200	7	88.25	19.91	6.94	13.23	1.53	
9	R200	7.3	93.25	13.66	7.06	13.05	1.50	
9	R200	7.5	97.12	34.67	7.13	13.59	1.83	
11	Flop	7	97.57	27.56	6.91	13.88	1.24	
11	Flop	7.3	98.85	14.90	7.18	13.99	1.26	
11	Flop	7.5	95.43	34.53	7.13	13.51	1.24	
11	PQP	7	98.43	29.55	7.00	13.96	1.31	
11	PQP	7.3	97.49	9.53	7.11	13.16	1.22	
11	PQP	7.5	97.57	37.00	7.22	13.91	1.17	

11	R200	7	97.84	33.63	6.92	14.06	1.28
11	R200	7.3	97.93	8.88	7.16	14.07	1.21
11	R200	7.5	97.96	34.17	7.23	14.36	1.32

ANEXO 2. Jugo clarificado





ANEXO 3. Montaje para filtración a vacío

