

Universidad de San Carlos de Guatemala
Centro Universitario del Sur Occidente
Carrera de Ingeniería en Alimentos
Trabajo de Graduación



Determinación de la reducción del coeficiente de variación en la semilla tipo slurry para semillamiento completo en evapo-cristalizadores.

Presentado por:

T.U Joel Enrique Maltez Hoffens

Carné: 201044900

Mazatenango, Suchitepéquez, septiembre de 2019

UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA

CENTRO UNIVERSITARIO DE SUROCCIDENTE

Ing. Murphy Olimpo Paiz Recinos

Rector

Arq. Carlos Enrique Valladares Cerezo

Secretario General

MIEMBROS DEL CONSEJO UNIVERSITARIO DEL CENTRO

UNIVERSITARIO DE SUROCCIDENTE

Dr. Guillermo Vinicio Tello Cano

Director

REPRESENTANTES DE PROFESORES

MSc. José Norberto Thomas Villatoro

Secretario

Dra. Mirna Nineth Hernández Palma

Vocal

REPRESENTANTE GRADUADO DEL CUNSUROC

Lic. Ángel Estuardo López Mejía

Vocal

REPRESENTANTES ESTUDIANTILES

TPA. Angélica Magaly Domínguez Curiel

Vocal

PEM y TAE Rony Roderico Alonzo Solís

Vocal

COORDINACIÓN ACADÉMICA

MSc. Héctor Rodolfo Fernández Cardona
Coordinador Académico

MSc. Rafael Armando Fonseca Ralda
Coordinador Carrera de Licenciatura en Administración de Empresas

Lic. Edín Aníbal Ortiz Lara
Coordinador Carrera de Licenciatura en Trabajo Social

Dr. Rene Humberto López Coti
Coordinador de las Carreras de Pedagogía

MSc. Víctor Manuel Nájera Toledo
Coordinador Carrera de Ingeniería en Alimentos

MSc. Erick Alexander España Miranda
Coordinador Carrera de Ingeniería en Agronomía Tropical

MSc. Karen Rebeca Pérez Cifuentes
Coordinadora Carrera de Ingeniería en Gestión Ambiental Local

Lic. José David Barrillas Chang
Coordinador Carrera de Licenciatura en Ciencias Jurídicas y Sociales,
Abogado y Notario

Lic. José Felipe Martínez Domínguez
Coordinador de Área Social Humanista

Carreras Plan Fin de Semana

MSc. Tania Elvira Marroquín Vásquez
Coordinadora de las Carreras de Pedagogía

MSc. Paola Marisol Rabanales
Coordinadora Carrera de Periodista Profesional y
Licenciatura en Ciencias de la Comunicación

Dedicatoria

A Dios:

Por permitirme la vida y culminar mi carrera universitaria, por las bendiciones recibidas y la divina protección durante cada momento de mi vida.

A mis padres:

Luis Alfredo Maltez Castillo y Miriam Emilce Hoffens Mendoza, por darme la vida siendo la luz y el apoyo que necesito. Gracias por su amor, cuidados y consejos.

A mi novia:

Diana Veraly Castañeda Mazariegos, por su amor sincero y desinteresado, por brindarme palabras de aliento y darme el apoyo necesario durante mi etapa universitaria, los cuales fueron importantes para culminar este proceso académico.

A mis sobrinas:

Guísela Abigail y Oded Yaneth López Maltez para que luchen por sus metas y que encuentren en mi un ejemplo a seguir.

Agradecimientos

A mi familia:

Por su amor, apoyo moral y palabras de aliento los cuales me permitieron culminar esta etapa académica.

A mi asesor:

MSc. Edgar Roberto Del Cid Chacón por el apoyo brindado durante la elaboración de esta investigación.

A Ph. D. Marco Antonio Del Cid Flores:

Por su guía durante estos años de estudio y en especial por el tiempo dedicado y aportes realizados a esta investigación.

A personal docente de la carrera de Ingeniería en Alimentos:

Por los conocimientos compartidos durante el proceso pedagógico en los salones de clase.

A ingenio Palo Gordo S.A.

Por permitirme realizar la investigación dentro de sus instalaciones, uso de equipo y materias prima.

A Josué Estuardo De León Marroquín:

Por el apoyo brindado durante la fase experimental de esta investigación y la amistad demostrada en este tiempo.

A CENGICAÑA:

Por su valiosa colaboración en el análisis de las muestras durante la fase experimental de esta investigación, en especial a la ingeniera Raíza Vega.

A mis amigos:

Por los momentos compartidos durante estos años, en especial a mis amigos de equipo de trabajo: Luis Ángel Mazariegos, César Granados y Miguel Galicia Santizo.

Índice general

Contenido	Pág.
1. Introducción.....	1
2. Planteamiento del problema	2
3. Justificación.....	4
4. Objetivos.....	5
4.1 Objetivo general	5
4.2 Objetivos específicos.....	5
5. Hipótesis	6
6. Fundamentación teórica.....	7
6.1 Cristalización.....	7
6.1.1 Solubilidad y sobresaturación.....	7
6.1.2 Solubilidad del azúcar en agua	7
6.1.3 Factores que afectan la solubilidad.....	8
6.1.4 Cristalización a partir de la fase sólida.....	9
6.1.5 Cristalización a partir de la fase líquida	9
6.2 Etapas para la formación de un cristal	11
6.2.1 Fase de la cristalización.....	12
6.2.2 Nucleación	12
6.2.3 Nucleación homogénea.....	13
6.2.4 Nucleación heterogénea.....	14
6.3 Métodos de cristalización.....	14
6.3.1 Cristalización espontánea	15
6.3.2 Cristalización por “Semillamiento Completo”	16
6.3.3 Concentración óptima de los granos.....	17
6.4 Coeficiente de variación del cristal	18
6.4.1 Uniformidad y tamaño de los cristales	18
6.4.2 Crecimiento del cristal.....	19
6.5 Efecto de las no-sacarosas sobre la cristalización.....	20
6.6 Cristalografía del azúcar.....	20

6.7	Análisis y medición de cristales	23
6.8	Métodos para preparar semilla	24
6.8.1	Semilla formada a partir de medios fisicoquímicos	24
6.8.2	Semilla formada por mezcla entre azúcar pulverizada y un solvente.....	25
6.8.3	Semilla formada por rompimiento mecánico de azúcar	25
6.9	Molinos utilizados en la industria azucarera	26
6.9.1	Partes del molino vertical	28
6.9.2	Partes del molino horizontal	29
7.	Recursos	32
7.1	Humanos.....	32
7.2	Institucionales.....	32
7.3	Físicos.....	32
8.	Materiales y equipo.....	33
8.1	Materiales	33
8.2	Equipo	33
9.	Metodología	34
9.1	Muestra.....	35
9.2	Formulación de métodos	35
9.3	Procedimiento para preparar semilla.....	37
10.	Planificación y cronograma de actividades.....	40
11.	Resultados	41
12.	Discusión de resultados.....	42
13.	Conclusiones	47
14.	Recomendaciones	48
15.	Anexos	49
16.	Apéndice	55
17.	Referencias Bibliográficas	59

Índice De Figuras

Figuras	Pág.
Figura 1. Solubilidad de la sacarosa pura en agua en función de la temperatura	11
Figura 2. Fenómeno de difusión y adsorción.....	19
Figura 3. Diagrama de interrelaciones que afectan la distribución de tamaño de cristal	22
Figura 4. Tamices utilizados para el análisis de partículas por granulometría	23
Figura 5. Equipo de análisis digital de imágenes.....	24
Figura 6. Molino de bolas vertical tipo atrior	27
Figura 7. Esquema gráfico del funcionamiento del molino de bolas vertical tipo atrior.....	27
Figura 8. Molino de bolas horizontal.....	28
Figura 9. Demostración gráfica del efecto cascada y catarata	29
Figura 10. Semilla observada desde un microscopio.....	56
Figura 11. Semilla observada con un software de computadora CRYSTALS	56
Figura 12. Semilla observada desde un microscopio.....	57
Figura 13. Semilla observada con un software de computadora CRYSTALS	57

Índice de tablas

Contenido	Pág.
Tabla 1. Etapas y punto de zona de la cristalización	12
Tabla 2. Formulaciones de métodos de molienda.....	36
Tabla 3. Actividades por realizar durante la fase experimental para semilla tipo slurry	40
Tabla 4. Resultados estadísticos.....	41
Tabla 5. Gráficas de los análisis estadísticos antes y después	51
Tabla 6. Análisis Estadístico antes y después, determinación de CV formulación No. 1	52
Tabla 7. Análisis estadístico antes y después, determinación de CV Formulación No. 2	53
Tabla 8. Análisis estadístico antes y después, determinación de CV Formulación No. 3	54
Tabla 9. Registro de datos de análisis de metodologías de molienda	55
Tabla 10. Valores críticos de la distribución t Student	58

Resumen

El propósito de esta investigación era determinar cuál sería la reducción del coeficiente de variación en la semilla tipo slurry para semillamiento completo en evapo-cristalizadores, ya que en el ingenio azucarero donde se realizó la investigación se tenía un promedio de entre 62-65 % de coeficiente de variación en la preparación de la semilla slurry, valor que es muy alto para la asociación de tecnólogos de azúcar de Sudáfrica (SASTA), los cuales establecen que para que una semilla tipo slurry sea considerada de calidad debe ser $50\% \leq$ de coeficiente de variación.

La presente investigación se realizó en el Ingenio Palo Gordo S.A. Ubicado en el municipio de San Antonio Suchitepéquez Km. 142.5 carretera al pacifico, durante el año 2019, la cual consistió en establecer tres formulaciones donde se analizaron tres distintas variables, estas variables a analizar fueron: tiempo de molienda, tamaño de grano inicial y relación de masa de azúcar/volumen de alcohol, donde a cada formulación establecida se le modifico algún valor de estas variables con el objetivo de determinar si era posible reducir el coeficiente de variación y con cuál de ellas se lograba obtener el valor más bajo.

Para la preparación de las muestras de semilla slurry durante la fase experimental de esta investigación, se utilizó un molino de bolas horizontal, el cual era el tipo de molino con el que contaba el ingenio azucarero para la preparación de su semilla. Para calcular el tamaño de la muestra en el caso particular de las industrias azucareras, fue necesario utilizar la fórmula de población desconocida ya que como no se cuenta con una población física se desconoce el tamaño de la población, el cálculo dio como resultado 96 muestras, las cuáles fueron distribuidas entre las distintas formulaciones de molienda establecidas con el fin de determinar cuál de ellas resultaba ser la mejor opción para preparar y obtener una semilla slurry de calidad.

Los resultados de análisis de laboratorio los realizó CENGICAÑA, se ingresaron a un cuadro de control y registro de datos. Posterior a la culminación de ensayos de las distintas formulaciones de molienda, se procedió a realizar un análisis estadístico antes y después a cada formulación con lo que se logró determinar que en cada formulación establecida existió diferencia estadística significativa pero el valor más bajo obtenido fue de 45.28% y se obtuvo con la formulación número uno.

Abstract

The purpose of this investigation was to determine what would be the reduction of the coefficient of variation in the slurry seed for complete seeding in evapo-crystallizers, since in the sugar mill where the research was carried out an average of between 62-65% of coefficient of variation in slurry seed preparation, a value that is very high for the association of South African sugar technologists (SASTA), which establish that for a slurry seed to be considered of quality it must be $50\% \leq$ coefficient of variation

This research was conducted at Ingenio Palo Gordo S.A. Located in the municipality of San Antonio Suchitepéquez Km. 142.5 road to the Pacific, during the year 2019, which consisted of establishing three formulations where three different variables were analyzed, these variables to be analyzed were: grinding time, initial grain size and ratio of mass of sugar / volume of alcohol, where each established formulation was modified some value of these variables with the objective of determining if it was possible to reduce the coefficient of variation and with which of them the lowest value was obtained.

For the preparation of slurry seed samples during the experimental phase of this investigation, a horizontal ball mill was used, which was the type of mill that the sugar mill had for the preparation of its seed. To calculate the sample size in the particular case of the sugar industries, it was necessary to use the formula of unknown population since since there is no physical population the population size is unknown, the calculation resulted in 96 samples, which were distributed among the different milling formulations established in order to determine which of them proved to be the best option to prepare and obtain a quality slurry seed.

The results of laboratory analysis were carried out by CENGICAÑA, entered into a control chart and data record. After the completion of trials of the different milling formulations, a statistical analysis was carried out before and after each formulation, with which it was possible to determine that in each established formulation there was a significant statistical difference but the lowest value obtained was 45.28 % and was obtained with formulation number one.

1. Introducción

La cristalización de azúcar es una etapa del proceso de obtención de azúcar de caña realizada en los ingenios azucareros a través de los evapo-cristalizadores (Tachos) usados para obtener los cristales de azúcar. Los tachos se utilizan en la industria azucarera para cocción de meladura y mieles provenientes de centrifugas para obtener granos de azúcar, la cristalización separa un componente de una solución líquida transfiriéndolo a fase sólida en forma de cristales que se precipitan; se logra a partir de una solución (meladura o jarabe) la que reacciona un soluto que será un compuesto orgánico sólido (azúcar) y un solvente líquido (agua).

El proceso de preparación de semilla mediante molinos de bolas se ha utilizado desde 1957. Desde entonces se ha convertido en el método estándar de preparación general para granulado fino de azúcar en forma de pasta o slurry. La pasta producida por molienda implica triturar azúcar refinado suspendido en un líquido orgánico (alcohol) por un tiempo específico para producir cristales microscópicos de similar tamaño, con este proceso se influye en la calidad del cristal o grano de azúcar al finalizar su etapa de agotamiento en centrífugas. El tema de preparación de semilla en Guatemala es poco estudiado por los ingenios azucareros, al ser una actividad rutinaria, no suele dársele la importancia que tiene en la etapa de cristalización y se elabora siguiendo una “receta o formulación” desconociendo a detalle la razón científica de cada actividad. Provocando que cada ingenio tenga su propio método, a pesar de estar basado en el mismo principio de rompimiento mecánico de azúcar, estos difieren en los tipos de tecnología, materia prima y las variables involucradas en la preparación de semilla.

Debido a diferencias en la aplicación de las formulaciones establecidas y equipos utilizados, con este estudio se busca establecer un único procedimiento que permita obtener semilla de calidad en el ingenio donde se realizó el estudio. Entendiéndose por calidad de semilla: un tamaño de cristales entre 5 y 12 μm , un coeficiente de variación $-C.V- \leq 50\%$ y una morfología regular y homogénea.

Los parámetros de calidad para las suspensiones molidas en molinos de bolas son la densidad de cristal (número de cristales), distribución de tamaño de los cristales y forma de los cristales, cada uno de ellos se evaluó utilizando una técnica de análisis de imagen utilizando un microscopio estereoscópico con un aumento de 10X de tecnología reciente.

2. Planteamiento del problema

A nivel mundial los ingenios azucareros en lo que concierne a temas de preparación de semilla tipo slurry, con el transcurrir de los años han formulado una gran variedad de técnicas utilizadas para la obtención de dicha semilla. Estas técnicas estándar, formuladas y utilizadas por cada uno de ellos juegan un rol importante en el proceso de obtención del cristal de azúcar de caña en la etapa de cristalización de los ingenios azucareros que desde mediados del siglo XX han utilizado esta técnica de nucleación que influye en la calidad del cristal o grano de azúcar al finalizar su etapa de agotamiento en las centrífugas.

Guatemala es uno de los países con mayor producción de azúcar de caña en el mundo, ocupando la novena posición con 33,758,389.0 Toneladas durante el año 2017 según datos oficiales de la FAOSTAT quién es la encargada de proporcionar datos libres sobre alimentación y agricultura de más de 245 países y 35 regiones, desde 1961 hasta el año más reciente. Motivo por el cual es importante considerar la calidad de preparación de la semilla tipo slurry dentro del proceso global de la obtención de azúcar de caña en los ingenios azucareros.

La semilla tipo slurry es una mezcla de azúcar suspendida en un líquido orgánico (alcohol) por un periodo de tiempo establecido de forma empírica, para producir cristales microscópicos a través del rompimiento mecánico producido por un molino de bolas horizontal. En la actualidad la preparación de semilla tipo slurry es un tema de poco interés por los ingenios azucareros, ya que es considerada una actividad rutinaria de proceso de cristalización, sin conocer a detalle cual es la razón científica de su preparación, las variables involucradas y su impacto dentro del proceso. Debido a la necesidad de una mejor calidad de semilla, los ingenios difieren de su formulación, tipos de tecnologías, materia prima y tiempos de operación para la obtención de la semilla tipo slurry.

En Guatemala y en la industria azucarera donde se realizó la investigación, no hay un propósito fundamentado en un estudio técnico realizado que proporcione el conocimiento y las herramientas para elaborar una semilla de calidad para cristalización por medio de un procedimiento estandarizado, el diseño adecuado de un molino de bolas horizontal y además, donde se enfatice la importancia que una semilla bien preparada tiene para el proceso de cristalización.

Según investigaciones de la Asociación de Tecnólogos de Azúcar de Sudáfrica (SASTA), la semilla tipo slurry para ser considerada de calidad debe ser $\leq 50\%$ de coeficiente de variación – C.V-. Sin embargo, en la actualidad el coeficiente de variación de la industria azucarera es de 62% pero no se tiene un control establecido de las variables que intervienen en el proceso de molienda como el tamaño de granulometría inicial de azúcar, los tiempos de molienda y su relación masa/volumen (densidad) para obtener la semilla slurry.

Por lo descrito en los párrafos anteriores se plantea la interrogante: ¿Será posible la reducción a $\leq 50\%$ del porcentaje de coeficiente de variación en la semilla tipo slurry para semillamiento completo en evapo-cristalizadores en una industria azucarera?

3. Justificación

El proceso de preparación de semilla mediante molinos de bolas, es el punto de partida para obtener un grano de calidad y tamaño uniforme, usualmente tiene que cumplir con determinada especificación de calidad de los consumidores. Los cristales de azúcar previos a estar listos para el consumo humano u otras utilidades que tienen en el mercado, se forman por medio de procesos controlados en las fábricas azucareras, siendo específicamente en la fase de nucleación y crecimiento de los cristales, el cual es un proceso complejo en el que intervienen los evapo-cristalizadores y las centrifugas. Debido a que los cristales de tamaño más grande tienen menos área superficial por unidad de masa y son más fáciles de procesar durante la centrifugación debido a que la cantidad de película de miel sobre la superficie es menor. Sin embargo, con cristales más pequeños (no finos) tienen una mayor área superficial, lo cual mejora la tasa de cristalización. Estos conceptos son muy importantes para los cocimientos de las masas y sus respectivas purezas, esto porque el tamaño de apertura de las mallas de las centrifugas se selecciona de acuerdo con el tamaño de cristal a ser separado, además la uniformidad del grano facilita la separación de la miel de la masa.

Cuando no se cuenta con una semilla con un coeficiente de variación bajo durante el proceso, existe la formación de granos finos en las masas cocidas con tendencia a llenar espacios presentes entre los cristales más grandes, produciendo una capa de cristales en las máquinas centrifugas que no se puede filtrar o purgar con facilidad. Además de este inconveniente, también los granos pequeños formados pueden pasar a través de las aperturas de la malla, resultando en un menor agotamiento de las mieles y teniendo pérdidas en la eficiencia operacional de obtención de azúcar debido a que se pierde gran cantidad de sacarosa que no se recupera en la miel final.

Los objetivos que se buscan al obtener una semilla de calidad son tener uniformidad en el cristal de azúcar y cumplir con los requisitos de calidad de los clientes, además se pretende aumentar el agotamiento del contenido de sacarosa en la miel final tanto como sea posible. De esta manera no solo se logran menores requerimientos de capacidad en los equipos, si no también conduce a una menor recirculación de las mieles y por tanto menor degradación de sacarosa por la temperatura de los cocimientos, generalmente una nucleación eficiente minimiza el consumo de vapor en los evapo-cristalizadores cuando todos estos factores convergen durante el proceso.

4. Objetivos

4.1 Objetivo general

- Determinar el porcentaje de reducción del coeficiente de variación en la semilla tipo slurry para semillamiento completo en evapo-cristalizadores.

4.2 Objetivos específicos

- Seleccionar la granulometría inicial ideal de azúcar para preparar la semilla slurry, utilizando tamices de distinto tamaño de abertura (mesh).
- Establecer el tiempo de molienda preciso para obtener un coeficiente de variación $\leq 50\%$ en la semilla tipo slurry.
- Relacionar la masa de azúcar y volumen de alcohol para obtener la densidad óptima que permita el rompimiento mecánico de cristales para preparar la semilla tipo slurry.

5. Hipótesis

Es posible reducir a $\leq 50\%$ el coeficiente de variación de la semilla tipo slurry para semillamiento completo en los evapo-cristalizadores estableciendo y controlando parámetros de las variables de operación de granulometría inicial, tiempo de molienda y la relación de masa de azúcar y volumen de alcohol.

6. Fundamentación teórica

6.1 Cristalización

6.1.1 Solubilidad y sobresaturación

La solubilidad¹ es una terminología química que establece la capacidad de un soluto de diluirse en un líquido, la sacarosa tiene una alta solubilidad en agua sin embargo al aumentar la cantidad de sacarosa² disuelta en un mismo volumen de líquido, llegará un momento o punto que al agregar más soluto, este ya no se logrará disolver, entonces es en ese punto cuando se dice que la solución está saturada y en equilibrio térmico, produciendo un equilibrio entre la fase sólida (cristales de sacarosa) y la fase líquida (solución).

Según Ramos (2009), “la solubilidad de la sacarosa se define como cantidad de sacarosa que se encuentra en una determinada cantidad (100 ml) de agua a una dada temperatura, pero la relación aumenta con esta última.” (pág. 116)

Mientras que por su parte Rein (2012) sostiene que una solución saturada de sacarosa, “se encuentra en equilibrio termodinámico con la fase sólida de la sacarosa y contiene alrededor de dos partes de sacarosa por cada parte de agua a temperatura ambiente y casi cinco partes de sacarosa por cada parte de agua a 100°C.” (pág. 409)

6.1.2 Solubilidad del azúcar en agua

Es la cantidad máxima de un soluto que se puede disolver en una cierta cantidad de disolvente a una determinada temperatura. La solubilidad es la cantidad de soluto necesaria para formar una disolución saturada en una cantidad dada de disolvente.

Rein (2012), afirma que “Para cristalizar la sacarosa se requiere elevar su concentración por encima de aquella correspondiente a una solución saturada y llevarla en forma regulada y con presión a la concentración requerida para lograr la concentración deseada.” Por lo tanto es importante establecer la concentración³ de sacarosa en solución saturada bajo las condiciones de operación del ingenio azucarero. (pág. 409)

¹ Capacidad de una sustancia o un cuerpo para disolverse al mezclarse con un líquido.

² Azúcar que se encuentra en el jugo de muchas plantas y se extrae especialmente de la caña y la remolacha.

³ Proporción o relación que hay entre la cantidad de soluto y la cantidad de disolución o disolvente.

6.1.3 Factores que afectan la solubilidad

La solubilidad es una propiedad de las sustancias que puede verse afectada por distintos factores. Entre ellos se pueden mencionar cuatro factores los cuales son:

- a) Naturaleza e interacciones del soluto y solvente
- b) Las fuerzas de atracción relativas entre las moléculas⁴ de disolvente y el soluto interfieren significativamente en el proceso de disolución. Varios estudios evidencian que la solubilidad de diversos solutos en agua (polar) aumenta conforme aumenta su polaridad⁵ o bien porque las fuerzas de atracción entre el soluto y el disolvente se incrementan. Por lo tanto, el autor Brown (2004) en su libro expone que “Las sustancias polares se disuelven en líquidos polares y viceversa, sustancias no polares se solubilizan en sustancias no polares.”

- c) Temperatura

Es el grado o nivel térmico de un cuerpo o de la atmósfera, motivo por el cual el incremento de una temperatura de una solución aumenta la solubilidad del soluto sólido en ella debido a que favorece el movimiento de las moléculas en la solución y con ello su difusión⁶. Favoreciendo a que exista alta energía en las moléculas del sólido, lo que facilita el desprendimiento de la red cristalina.

- d) Superficie de contacto

La solubilidad se ve influenciada por el área superficial expuesta entre el soluto y el disolvente, ya que mientras exista mayor superficie de contacto se incrementa la probabilidad de interacciones soluto-solvente.

- e) Agitación

La variable de agitación ayuda a que la difusión del soluto en el seno del solvente sea más rápida, así mismo permite que las moléculas del disolvente alcancen la superficie del sólido con mayor facilidad.

⁴ Grupo eléctricamente neutro y suficientemente estable de al menos dos átomos en una configuración definida.

⁵ Propiedad de las moléculas que representa la separación de las cargas eléctricas en la misma molécula.

⁶ Proceso físico irreversible, las partículas materiales se introducen en un medio en el que inicialmente estaba ausente, aumentando la entropía.

6.1.4 Cristalización a partir de la fase sólida

La recristalización del azúcar amorfo⁷ y el proceso de acondicionamiento del azúcar blanco a un contenido de agua residual para el almacenamiento adecuado, tienen lugar en una zona de transición entre la cristalización en la fase sólida y en la fase líquida. Van Der Poel (1998) da un ejemplo, el apelmazamiento del azúcar cristalino se debe a cristales individuales y a las partículas de sacarosa que contiene, que depende de las condiciones externas, tales como la temperatura y la humedad del aire.

6.1.5 Cristalización a partir de la fase líquida

La cristalización a partir de soluciones, especialmente de soluciones acuosas⁸ es de gran importancia en la fabricación de productos cristalinos a granel.

Para la cristalización se debe superar la solubilidad de saturación. La sobresaturación⁹ y cristalización son procesos contrarios, por un lado, una sobresaturación existente constituye la fuerza impulsora requerida para la cristalización; por otra parte esta fuerza impulsora disminuye cada vez más a medida que la sustancia a cristalizarse se elimina de la fase de disolución como consecuencia del proceso de cristalización.

En este caso particular como afirma Ramos (2009), “una solución saturada a cierta temperatura, podrá contener por enfriamiento de la misma o por evaporación parcial del agua, una mayor proporción de sacarosa disuelta que la correspondiente a su saturación” cuando sucede esto la solución puede llamarse “sobresaturada” (pág. 121).

La solubilidad de las soluciones puras de sacarosa se presenta en la Figura 1. El estado de saturación está representado por la curva $Y_p = 1$. Es claro que la temperatura tiene un fuerte efecto sobre la solubilidad. La figura también muestra las curvas correspondientes a $Y_p = 1.2$ y 1.3 . La región donde el coeficiente de sobresaturación está entre 1.0-1.2 se conoce como región metaestable¹⁰. En esta región los cristales de azúcar crecen sin que se produzca nucleación¹¹ de nuevos granos de azúcar, esta es la región donde la cristalización debe ser efectuada.

⁷ Objeto que no tiene forma definida.

⁸ Preparación líquida que contiene una o más sustancias químicas solubles disueltas en agua.

⁹ Solución que ha pasado el límite de soluto que el solvente puede admitir, formándose un precipitado.

¹⁰ Propiedad que exhibe un sistema con varios estados de equilibrio, cuando permanece en un estado de equilibrio débilmente estable durante un considerable período de tiempo.

La región comprendida entre 1.2 – 1.3 se conoce como región intermedia, donde los cristales pueden continuar creciendo, pero con formación de nuevos núcleos cuando hay presencia de cristales de azúcar. La región que se encuentra por encima de la curva de coeficiente de sobresaturación 1.3 se conoce como región lábil; en esta región se produce nucleación espontánea.

Efecto de los polisacáridos en el proceso de azucarero

Durante los primeros años del proceso azucarero, muchos de los problemas fueron atribuidos a la presencia de almidones. Ahora se reconoce que los almidones y otras clases de polisacáridos tienen efectos negativos en la fabricación relacionados con las viscosidades, valores de polarización, filtrabilidad, cristalización (crecimiento, forma y desarrollo del cristal) y melasigénesis (reducción en la recuperación de azúcar en fábrica).

Según Aguilar (2012) explica que durante el crecimiento del cristal “la forma de los cristales de sacarosa puede estar influenciada por la presencia de las impurezas. Los polisacáridos son una de las impurezas que se unen a la superficie del cristal, causando que una cara crezca más lentamente”. (pág. 36)

Las Dextranas en soluciones azucaradas, inducen a una elongación de un de los ejes de los cristales, produciendo los denominados cristales o granos agujas. Esta clase de cristales afecta la centrifugación (cristales más frágiles) y la densidad siendo menos densos, lo cual conduce a problemas de empaque del azúcar comercial.

¹¹ Formación de multímetros, que son intermediarios en los procesos de polimerización. Se cree que este tipo de proceso es el mejor modelo para el proceso de la cristalización.

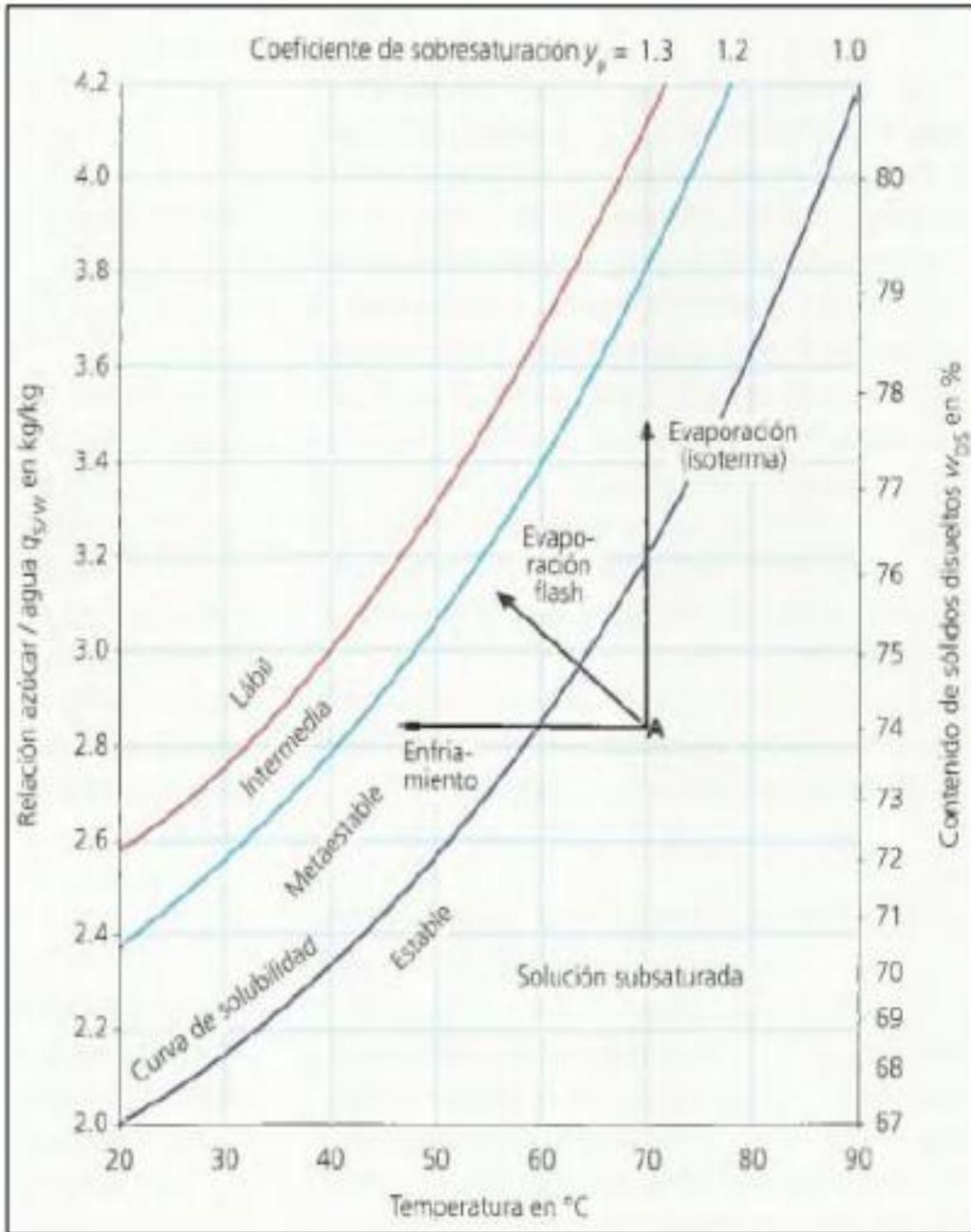


Figura 1. Solubilidad de la sacarosa pura en agua en función de la temperatura. (Rein, 2012, pág. 410)

6.2 Etapas para la formación de un cristal

Para la formación y obtención de un cristal de azúcar final se presentan dos fases bien definidas, por las cuales deben atravesar las moléculas de sacarosa, estas son: nucleación y crecimiento del cristal.

6.2.1 Fase de la cristalización

El proceso de cristalización consiste, después de haber alcanzado el estado de sobresaturación adecuado (equilibrio con la zona metaestable) en dos etapas distintas: Nucleación y Crecimiento de los núcleos o cristales.

Tabla 1. Etapas y punto de zona de la cristalización.

Paso	Fenómeno	Zona y medida
a)	Nucleación	$1.25 < S.S. < 1.40$
b)	Crecimiento Núcleo	$1.08 < S.S. < 1.20$

Fuente: Elaboración propia (2019).

6.2.2 Nucleación

El crecimiento de los cristales es un proceso complejo y se recomienda al lector consultar (Van Der Poel, 1998, págs. 653-670).

Para propósitos prácticos se puede considerar como un proceso cinético de reacción¹², donde la fuerza impulsora es el grado de sobresaturación. Las moléculas de sacarosa tienen que esparcirse o difundirse hasta el cristal y luego ser incorporadas en la estructura reticular del cristal. Por lo tanto, la proporción del cristal depende de estos dos procesos.

Mientras tanto Ramos (2009), define nucleación¹³ como “solución sobresaturada exenta de cristales no siempre el exceso de sacarosa disuelta se deposita o separa de la solución, pero si se agrega a la solución una porción de cristales del soluto, el exceso comienza a depositarse, es decir, a cristalizar.” (pág. 155)

Los núcleos generadores de los cristales de sacarosa pueden:

- Ser generados espontáneamente cuando se ha excedido el punto de equilibrio por una sobresaturación demasiado elevada (zona lábil).
- Ser formados por un sub-enfriamiento súbito.

¹² Estudia las velocidades de las reacciones químicas y los mecanismos a través de los cuales éstas se producen. La velocidad de reacción es la velocidad con la que desciende la concentración de un reactivo o aumenta la de un producto en el curso de una reacción.

¹³ Fase sólida en la fase líquida, donde se genera una superficie sólido-líquido que tiene energía de superficie.

- Estar constituidos por partículas contaminantes diversas en las mieles de alimentación al tacho, por ejemplo, cristales diminutos.
- Ser sustancias añadidas como semillas, en la suspensión alcohólica, las cuales se conoce su tamaño promedio, coeficiente de variación y se ha determinado su cantidad, Son controladas y estimulan el cambio hacia la condición estable del sistema: semillamiento completo.

La tendencia corriente en la práctica de obtención de azúcar por evapo-cristalizadores es el empleo de la siembra de cristales por semillamiento completo.

El mecanismo preciso de la nucleación es todavía incierto. Una hipótesis que sostiene Ramos (2009), es que “a través del movimiento molecular normal en la solución surge casi simultáneamente una concentración molecular o arreglo”. Se sugiere que los agregados se producen a través de colisiones simultáneas de unos pocos racimos o grupos hasta alcanzar un conjunto de tamaño estable. (pág. 156)

La secuencia más aceptable es la adición de moléculas de a una. Continuamente se están formando y desapareciendo arreglos de distinto tamaño mediante el equilibrio asociación – disociación.

6.2.3 Nucleación homogénea

En el aspecto teórico lo más significativo es la demostración de que la teoría de está nucleación es perfectamente aplicable a los jarabes de azúcar¹⁴. El mecanismo de la nucleación es todavía incierto ya que el movimiento constante de moléculas solventes y los movimientos convectivos del sistema total producen fuerzas de rotura o separación.

Con diseños modernos, por ejemplo en los tachos¹⁵ con agitadores empleando técnicas de control automático, rara vez se produce el mecanismo de nucleación homogénea de la sacarosa. Probablemente el único ambiente en el que podría ocurrir es dejar que el grano aparezca mediante evaporación a altas sobresaturaciones. Este mecanismo trae aparejado una gran varianza en la población de cristales y en la distribución de tamaños, lo que ha conducido a adoptar ambientes más controlables para iniciar la nucleación. En general esta técnica ya no se aplica.

¹⁴ Líquido con consistencia viscosa con altas concentraciones de azúcar.

¹⁵ Equipo industrial de gran tamaño donde se termina de cocer la meladura y se le da el punto al azúcar.

6.2.4 Nucleación heterogénea

Este tipo de nucleación ocurre en superficies lisas o cavidades sobre partículas extrañas y sobre defectos del cristal (dislocaciones o imperfecciones). En la práctica este es el mecanismo encontrado en los tachos de cocimiento según (Ramos R., 2009, pág. 158).

- Se produce debido a la energía de superficie.
- De los cristales de semilla deliberadamente añadidos en el momento deseado de nucleación.
- Debido a la no-uniformidad en la circulación de masas cocidas o variaciones de temperatura.
- En las superficies ásperas del equipo en uso.
- Del grano centrifugado en los jarabes de alimentación al tacho.
- De partículas extrañas en el jarabe de alimentación al tacho debido a una pobre filtración.
- Inducida a través de perturbaciones mecánicas, tales como la agitación o a partir de irradiaciones acústicas.

Se ha inferido que la cristalización de los jarabes como se hace ordinariamente es sin duda heterogénea y que la verdadera nucleación homogénea ocurre solamente en condiciones rigurosamente estériles¹⁶.

Aunque la cristalización de jarabes aislados y protegidos es con frecuencia efectiva, siempre existe la posibilidad de que quede una única partícula en suspensión y actué como un centro activo de crecimiento.

6.3 Métodos de cristalización

En forma sencilla y general, existen dos mecanismos para obtener azúcar o métodos de cristalización:

- a. Cristalografía espontánea
- b. Semillamiento completo

La cristalización se inicia adicionando semillas muy finas en forma de suspensión o slurry, los cuales proporcionan sitios de nucleación para comenzar la cristalización. A partir de entonces,

¹⁶ Incapaz de reproducirse.

la concentración de licor madre se controla de manera que la cristalización ocurra sin disolver algún otro cristal y sin la formación de nuevos cristales (falso grano).

La cristalización en las fábricas según Rein (2012), “se produce bajo vacío e involucra procesos simultáneos de transferencia de masa y evaporación. El vacío es necesario para mantener la temperatura a un nivel suficientemente bajo que minimice la formación de color y la inversión de la sacarosa.” (pág. 417)

Mientras que (Tone Baloh, 1995) Expuso en su libro la definición de cristalización como:

“La formación de masas cocidas a partir de soluciones sacarosa-agua, se efectúa en los evapo-cristalizadores principalmente en forma discontinua. La solución normalmente no saturada se evapora en el aparato hasta más allá de la línea de saturación y posteriormente se inicia el proceso de cristalización por medio de la adición de cristales semillas y durante el proceso se va agregando más solución al aparato”. (Pág. 159)

Esta misma idea sostiene en su postulado de cristalización Ramos (2009), detallando que el operador del tacho es el encargado del crecimiento por lo siguiente: “La sobresaturación avanza hasta el punto que se presenten granos espontáneamente y por observación se considerará que el número de cristales formados es el adecuado, contrarrestando el nacimiento de nuevos granos alimentando el tacho con una gran cantidad de meladura.” (pág. 159). La suficiente meladura para que la sobresaturación baje a valores entre 1.00 y 1.40, que permiten que el grano se desarrolle, pero no se reproduzca.

6.3.1 Cristalización espontánea

Este tipo de cristalización es el más antiguo que existe en las industrias azucareras y que ya está fuera de uso. Consiste en saturar la solución en los evapo-cristalizadores de cocimiento hasta llegar a la zona lábil donde se produce la nucleación espontánea. Este tipo de nucleación puede ir acompañada de choques mecánicos, vibraciones, agitaciones, etc. O por la variación de temperatura en la concentración de la caída de la temperatura que rompe el equilibrio existente en la zona de sobresaturación.

Algunos autores explican porque dejó de utilizarse el método “Cualquier variación de la concentración o impacto mecánico tiende a acelerar la nucleación espontánea. El punto débil de

este método consiste en la dificultad de controlar el número de granos formados” (de Albuquerque, 2011, pág. 247).

Otro autor explica “La concentración de un material azucarado sobresaturado formará cristales, pero siempre los primeros tendrán más crecimiento que los inmediatamente posteriores, por lo cual se producirá un azúcar de muy baja calidad.” (Ramos R., 2009, pág. 160)

Dando así a entender que la especificación del azúcar sería muy difícil de obtener porque no existe un control de crecimiento de granos.

6.3.2 Cristalización por “Semillamiento Completo”

Es el mejor método para obtener un buen grano de azúcar, consiste en adicionar el tamaño adecuado de grano para igualar el número de granos al final del cocimiento.

Así lo afirma (CENGICANÑA (Centro Guatemalteco de Investigación y Capacitación de la caña de azúcar)., 2014), definiendo como semilla Slurry “suspensión formada por la molienda y dispersión de granos de azúcar en alcohol iso-propílico, utilizando equipos específicos para preparar la semilla, que garantiza un 95% de la población de cristales de 10 μm de tamaño máximo.” (Pág. 345). Mientras que otro autor define este proceso de la siguiente manera:

“No se forman granos al final del cocimiento porque nunca se permitirá una sobresaturación y que se exceda la zona metaestable. Se utiliza una determinada cantidad de azúcar en un medio líquido en el cual sea insoluble, generalmente alcohol etílico anhídrido o aceite de castor y se emplea un molino de bolas durante un tiempo determinado, para disminuir su tamaño hasta valores tan pequeños, cuyas partículas tienen un valor aproximado promedio de 8.5 – 10 μm .” (Ramos R., 2009, pág. 160)

Los cristales de azúcar por el método de semillamiento completo se adicionan en una solución de sacarosa con una pureza conocida y en su zona de sobresaturación metaestable para garantizar que dichos cristales sembrados, no se disuelven pero que tampoco aparezcan otros espontáneamente por una exagerada sobresaturación.

Los líquidos más usados para realizar la suspensión son alcoholes anhídridos, como lo son el alcohol etílico y el isopropílico. Al ser insoluble en ellos, todo el cristal fino que se pesa permanece en estado sólido, como los alcoholes usados tienen un punto de ebullición bajo, al

evaporarse súbitamente cuando se inyectan en el tacho, producen una serie de explosiones que facilitan la diseminación de las partículas de polvo en el líquido denso y viscoso.

Ramos (2009), sostiene en su teoría que: “Una solución azucarada de una pureza controlada y conocida alrededor de 72 – 77% se concentra hasta la zona de sobresaturación metaestable que es cuando el material que está en ebullición en el tacho alcanza un grado de sobresaturación de 1.15 a 1.30” (pág. 161) en este punto es donde se adiciona la cantidad de cristales que previamente se ha calculado en la suspensión alcohólica, de un tamaño controlado y conocido (aproximadamente 8.5 – 10 micras) los cuales no se disolverán ni aumentarán en número por aparición espontánea, solo se desarrollarán hasta obtener un tamaño deseado de los cristales en el final de cocimiento.

Esta operación debe realizarse con sumo cuidado, evitando que se produzcan variaciones del vacío, entradas de aire o que la miel que dora al grano supere una sobresaturación de 1.40. Esto tiene por objeto garantizar un rápido crecimiento del grano formado y evitar la reproducción, es decir, la formación de nuevos núcleos (falso grano).

Debido a que cada partícula de suspensión alcohólica (polvillo) origina un grano de azúcar, el volumen de la carga que se cristaliza no influye en el número de cristales originados, pero si influye en cuanto tiempo hay que esperar para la suspensión introducida crezca hasta el tamaño final establecido

Las principales leyes que rigen el semillamiento completo según Ramos (2009), (pág. 162) son:

- Controlar el tamaño y número de cristales.
- Adicionarlos en la zona metaestable.

6.3.3 Concentración óptima de los granos

6.3.3.1 Área máxima de cristales

Dos factores que contribuyen para alcanzar este objetivo según (de Albuquerque, 2011, pág. 253) son:

- a) Concentración máxima de cristales por unidad de masa cocida final.

La superficie de cristales es directamente proporcional a su concentración o al volumen real, cualquiera que sea el tamaño del grano. Por tanto, para obtener el área máxima de cristales la concentración de estos, deberá ser mayor la permisibilidad por la movilidad de los cristales.

b) Tamaño final de cristal de la masa de bajo grado (pureza)

El tamaño de los cristales tiene influencia considerable en la formación de grano, la superficie de adsorción por unidad de masa cocida cualquiera que sea su tamaño.

6.4 Coeficiente de variación del cristal

Independiente a que, si los cristales se adicionaron al mismo tiempo y que todos tengan la misma oportunidad de crecer al adsorber la sacarosa simultáneamente, “Es prácticamente imposible que los cristales al final del cocimiento tengan el mismo tamaño debido a problemas con la circulación, la viscosidad del material, las diferencias de temperatura y la presión en las diferentes secciones del tacho”. (Ramos R., 2009, pág. 162). Todo esto obviamente influenciado con el hecho de que los núcleos producidos en la suspensión alcohólica por la acción aleatoria del golpe de balines de diferentes diámetros entre sí, ya empiezan amorfos y con variación dada.

Uno de los objetivos principales del proceso de fabricación de azúcar es el agotamiento, según de Albuquerque (2011), este depende del tipo de azúcar comercial a producir, razón por la cual: “Los procedimientos de cristalización de las masas cocidas de baja pureza no deben ser llevados a cabo de modos distintos, pues es necesario tener suficiente área superficial de cristal para absorber la máxima cantidad de sacarosa contenida en la solución”. (pág. 253). Es mejor tener un grano menor y un –C.V- bajo que tener un grano grande con –C.V- alto. Cuando el –C.V- es elevado hay mayoría de granos finos perjudicando el trabajo de centrifugado y la calidad granulométrica del azúcar, los granos finos pasan por la apertura de las mallas y van a parar a la miel final.

6.4.1 Uniformidad y tamaño de los cristales

Esta especificación es necesaria para un agotamiento de la masa cocida con una superficie cristalina máxima, de Albuquerque (2011), afirma que: “Los cristales de diferentes tamaños y capas reducidas, tornan lento el flujo de miel, perjudicando la eficiencia de las centrifugas” (pág. 254). Este factor comprobado por diversos estudios resalta que los diversos tamaños de cristales ofrecen mayor resistencia a la eficiencia de separación en las centrifugas.

Control de los tachos cristalizadores, puede alcanzar mejores uniformidades de los cristales y a consecuencia mejor trabajo de centrifugado. En cuanto a la elección de semilla a ser utilizada en la masa cocida de baja pureza es recomendable considerar los factores anteriores para corregir la aplicación operativa local del tacho.

El crecimiento de cristales bajo condiciones de alta tasa de cristalización tiende a ser más uniforme la distribución y tamaño, aunque sean menos perfectos en forma. Cuando la tasa de cristalización aumenta con la temperatura una distribución de cristales más uniforme puede ser de masas cocidas elaboradas en un ambiente de temperaturas más altas.

Es difícil mantener las condiciones de cristalización uniforme en superficie de cristalización de cristales grandes que, en pequeños, incluso aumenta con el tamaño de cristal. Por esta razón, cuando se crecen en las mismas condiciones, los cristales pequeños tienen menos color.

6.4.2 Crecimiento del cristal

Es la segunda etapa de la formación del cristal, para que esto suceda se llevan a cabo dos fenómenos, el primero de ellos es la difusión de las moléculas de sacarosa a lo largo de la interface solución-cristal y luego se da la adsorción de las moléculas en la superficie del cristal. La figura dos representa gráficamente el proceso de crecimiento de cristal, para la cual una capa limite a través de la cual las moléculas se difunden y una capa de adsorción sobre la superficie del cristal.

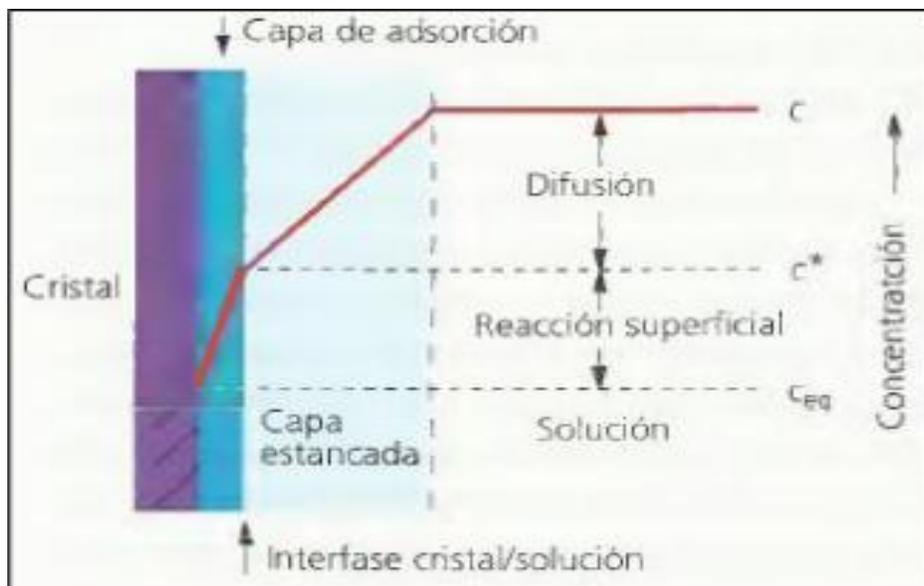


Figura 2. Fenómeno de difusión y adsorción (Rein, 2012, pág. 411)

6.5 Efecto de las no-sacarosas sobre la cristalización

Las impurezas inhiben la reacción de superficie y a temperaturas más bajas la adsorción de materia coloreada y sustancias de pesos moleculares más elevados es dominante en contraste con la adsorción de sales. Todo esto provoca decaimiento en las velocidades de crecimiento cuando se tiene en cuenta sus efectos sobre la solubilidad de la sacarosa. Es decir, a una sobresaturación constante, el efecto que produce un incremento en la concentración de impureza es reducir la velocidad de crecimiento. (Ramos R., 2009) en su definición las cataloga como: “Numerosas azúcares, como la gentianosa, kestosa, noekestosa al igual que la rafinosa y la estaquiosa afectan en mayor medida a la velocidad de crecimiento del cristal y su forma, que otras impurezas a similares relaciones impureza/agua” (Pág. 181).

Los componentes en solución diferentes a la sacarosa, o no-sacarosas, tienen cuatro efectos significativos sobre la cristalización según el autor (Rein, 2012, pág. 412).

1. Modifican la solubilidad de la sacarosa. El coeficiente de solubilidad generalmente es menor a uno cuando el valor de la relación no-sacarosas/agua es pequeño, pero cuando esta relación es más elevada el valor excede a uno, indicando un aumento en la solubilidad de la sacarosa.
2. Reducen la proporción o tasa de cristalización al reducir la velocidad del proceso de difusión debido al incremento de la viscosidad o por interacción con ciertas caras de la superficie del cristal, inhibiendo así la incorporación de la estructura cristalina.
3. Afectan la forma o morfología del cristal. Esto está asociado al punto anterior, pues algunas impurezas bloquean los sitios de cristalización de ciertas superficies, reduciendo el crecimiento de estas caras y por lo tanto cambiándola forma del cristal. Se conoce de algunos oligosacáridos (Dextrana) que son causa de cristales alargados.
4. Incrementan el espesor de la región metaestable. Se amplía el rango seguro de condiciones de concentración y temperatura para el crecimiento de cristales.

6.6 Cristalografía del azúcar

La cristalografía es la ciencia que se dedica a la caracterización de estructuras cristalinas, lo cual incluye su forma, crecimiento, tamaño, distribución del tamaño de los cristales, coeficiente de variación –C.V- y demás propiedades físicas.

El tamaño de azúcar producido es importante porque usualmente tiene que cumplir con determinada especificación de calidad del consumidor. El azúcar para consumo directo tiene tamaño promedio de 2 mm, aunque depende de los requerimientos del mercado.

Los cristales de tamaño más grandes tienen menos área superficial por unidad de masa y son más fáciles de procesar durante la centrifugación debido a que la cantidad de película de miel sobre la superficie es menor. Sin embargo, con cristales más pequeños se tendrá una mayor área superficial, lo cual mejora la tasa de cristalización. Esto particularmente es importante para los cocimientos de baja pureza, donde el tamaño de los cristales se mantiene pequeños típicamente alrededor de 0.2 mm para masas cocidas C y así se puede seleccionar el tamaño de la malla de la centrifuga acorde al tamaño de cristal a ser separado.

Lo expuesto concuerda con la definición del autor (Rein, 2012) quien afirma:

La separación en las centrifugas se facilita a medida que la distribución de tamaño de cristal es más uniforme. Los granos finos en masas cocidas tienden a llenar espacios presentes entre cristales más grandes. Produciendo una capa de cristales en las centrifugas que no se puede filtrar o purgar fácilmente. Adicionalmente los cristales pequeños pueden pasar a través de las aperturas de la malla, resultando en un menor agotamiento de las mieles. (Pág. 415)

La distribución del tamaño promedio de cristales generalmente se caracteriza utilizando el coeficiente de variación C.V que se define como: $C.V = 100 \cdot S/d_m$

Donde d_m es el tamaño promedio de cristal y S es la desviación estándar de la distribución. A medida que los cristales crecen, el tamaño promedio se incrementa y se espera que el C.V se reduzca. En la práctica el efecto de la dispersión de tamaño es evidente, resultando en cristales que crecen a diferentes velocidades por distintos factores dentro del evapo-cristalizador.

Algunos factores que ayudarían a mantener la distribución de tamaño del cristal serían, iniciar la cristalización con un tamaño de grano uniforme, así como el control del proceso para evitar la formación de conglomerados. Otros factores que también pueden afectar la distribución se muestran en la Figura 3.

Pérdidas de sacarosa en la elaboración de azúcar Aguilar (2012), expone que “Las pérdidas de sacarosa en la miel final son de las mayores pérdidas determinadas en las fábricas azucareras. Por tanto, merecen especial atención un número de parámetros y procedimientos que contribuyan a controlar y reducir estas pérdidas durante el proceso de agotamiento de la miel final” (pág. 97 y 98) aplicando las mejoras necesarias en toda la etapa de la cristalización desde la elaboración de la semilla tipo slurry hasta los parámetros de trabajo de los equipos industriales que intervienen en la formación de los granos de azúcar.

Con estas atenciones y aplicando las mejoras pertinentes se pretende reducir los valores que se tienen establecidos en el ingenio como las llamadas pérdidas determinadas y pérdidas indeterminadas establecidas mediante procedimientos físico-químicos e instrumentales validados por las empresas azucareras con protocolos propios e internacionales (ICUMSA), los cuales tienen como base que la sacarosa presente en los materiales muestreados no sufre cambios y que la instrumentación utilizada garantiza una buena precisión analítica.

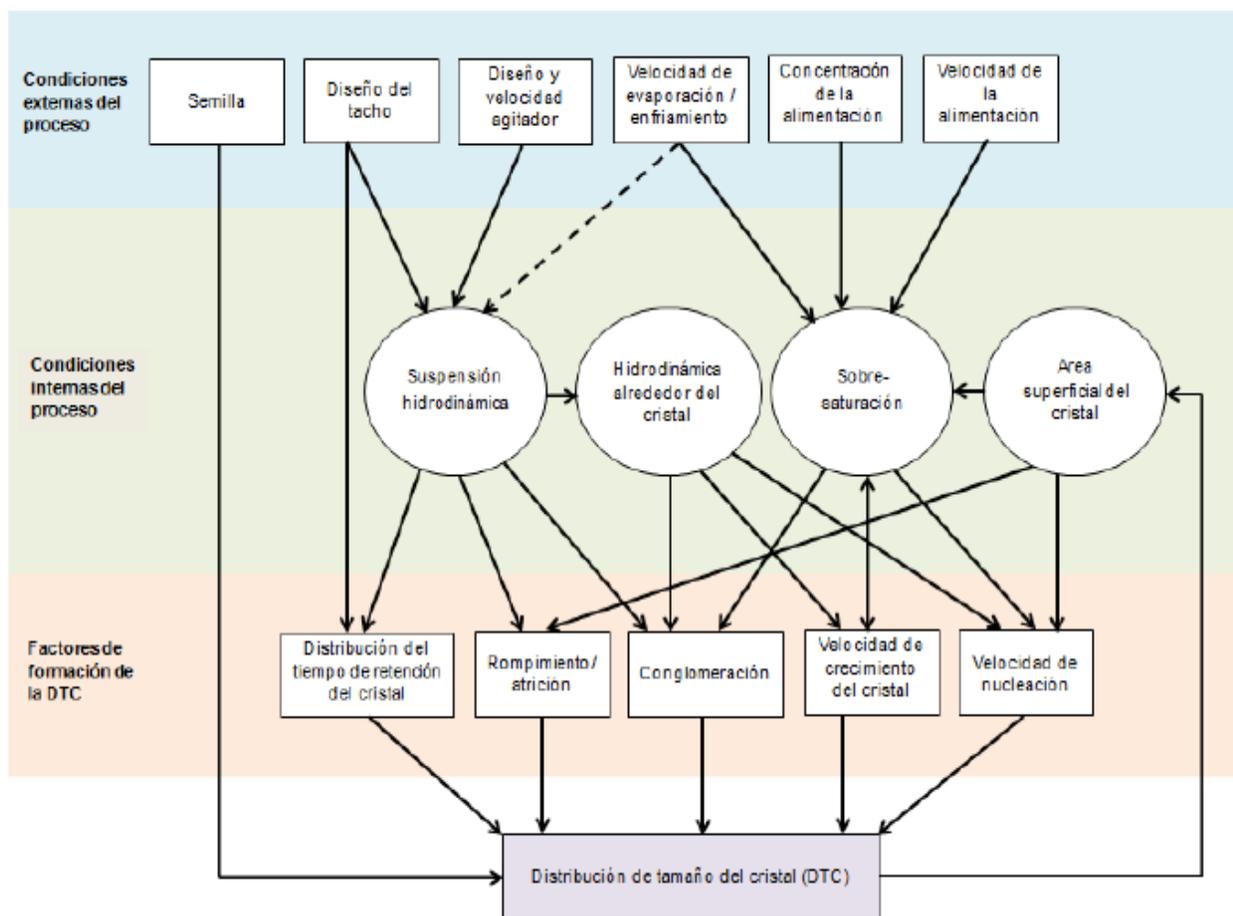


Figura 3. Diagrama de interrelaciones que afectan la distribución de tamaño de cristal (Van Der Poel, 1998)

6.7 Análisis y medición de cristales

Existen varios métodos de utilizados en la industria azucarera para la caracterización de partículas, siendo alguno de estos (Vega & Rosales, 2017, págs. 9-11)

a) Granulometría

Técnica manual o mecánica por medio de la cual se pueden separar partículas constitutivas del agregado según tamaños, de tal manera que se logren conocer las cantidades en peso de cada tamaño que aporta el peso total. El azúcar producido se puede secar y tamizar en una torre de tamices durante un tiempo estándar.



Figura 4. Tamices utilizados para el análisis de partículas por granulometría. (Vega & Rosales, 2017, pág. 10)

b) Análisis digital de imágenes

Esta técnica no requiere necesariamente que el azúcar sea separado y secado antes de empezar las mediciones. Por lo tanto, es adecuado para las masas de baja pureza. Las imágenes pueden ser procesadas manualmente (contando y midiendo cristales individuales) o automáticamente utilizando un software especialmente desarrollado. Los valores medios obtenidos corresponden a múltiples valores medios. Es posible reportar el tamaño medio o el diámetro equivalente. El primero es más apropiado para determinar el potencial de que un cristal pueda pasar a través de la malla de una centrifuga continua mientras que el segundo puede ser más apropiado para estudios de cristalización.



Figura 5. Equipo de análisis digital de imágenes (Vega & Rosales, 2017, pág. 11)

c) Técnica de rayos láser

Evalúa las distribuciones del tamaño de las partículas midiendo la variación angular de la intensidad de la luz dispersa cuando hay un haz láser pasa a través de una muestra de partículas. Las partículas grandes dispersan la luz en pequeños ángulos con respecto rayo láser y las pequeñas en grandes ángulos. Consisten en equipos de medición más sofisticados y costosos, puede utilizarse para muestras secas o húmedas en suspensión con adecuada consistencia para la medición.

6.8 Métodos para preparar semilla

En la actualidad en la industria azucarera se utiliza semillamiento completo para llevar a cabo la cristalización en los tachos de masa tercera, sin embargo, existen varias técnicas de preparación de semilla de las cuales unas son más aceptadas que otras.

Es importante que el método permita obtener una semilla de calidad en tamaño, uniformidad y forma para que en consecuencia se disminuyan las pérdidas de sacarosa en la miel final. Los métodos se dividen en tres categorías de acuerdo a sus características.

6.8.1 Semilla formada a partir de medios fisicoquímicos

Esta semilla es formada por medio de enfriamiento rápido de una solución sobresaturada a una temperatura mayor en un solvente en el que el azúcar es insoluble y se encuentra a mayor temperatura. Cuando una solución sobresaturada se encuentra a cierta temperatura se enfría, la solución sobre saturada de la temperatura menor para mantener su equilibrio debe rechazar para

mantener sus condiciones de equilibrio cierta cantidad de soluto presente a través del proceso de formación cristales.

El cristal 600 es un ejemplo de semilla formada por este método, el cual fue utilizado en Guatemala por algunos ingenios, hasta hace algunos años.

6.8.2 Semilla formada por mezcla entre azúcar pulverizada y un solvente

Esta semilla se forma utilizando azúcar mezclado de un tamaño de partícula promedio dado con alcohol isopropílico o etílico.

Este tipo de azúcar pulverizado (powdered, fondant o icing sugar) es obtenido mediante molienda y tamizado en refinerías autónomas, la misma tiene especificaciones bien definidas, aunque no asegura que tenga un solo tamaño cristal, si bien el fabricante de un rango, dependerá del tiempo y condiciones de almacenamiento (por posible aglomeración de partículas) de la uniformidad del azúcar con que se trabajó la producción y del estado y mantenimiento de los equipos usados. Los productores de este tipo de azúcar solo garantizan rangos de tamaños de partículas.

6.8.3 Semilla formada por rompimiento mecánico de azúcar

El rompimiento mecánico de azúcar consiste en someter una mezcla de azúcar comercial y alcohol a una molienda húmeda hasta obtener una semilla con tamaños de cristales reducidos que actúen como núcleos para la cristalización.

La molienda es una operación unitaria en la cual se disminuye el tamaño de las partículas sólidas hasta un valor determinado por un efecto de impacto o por abrasión, ya sea en medio seco o húmedo. La molienda se efectúa en distintos tipos de molinos que contienen una carga de cuerpos sueltos de molienda (balines), a los cuales se les aplica energía cinética por medio del giro del molino, agitación o vibración, para su libre movimiento y así producir la conminución de los cristales de azúcar.

En la industria azucarera la disminución de tamaño va desde un valor inicial de 500 μm hasta cristales entre 5 y 10 μm . Se utiliza molienda en húmedo, la cual consiste en introducir una suspensión de azúcar al molino con la cantidad de alcohol adecuada y ponerlo a funcionar por el tiempo necesario para alcanzar el objetivo.

Existen dos escenarios que pueden ocurrir en esta operación, el primero de ellos es la sub-molienda, en la cual se obtienen cristales de tamaño elevado para la industria, es decir a 10 μm . Esto afecta el proceso de cristalización ya que el área superficial puesta a disposición no permite que incremente la proporción en la adsorción de moléculas hacia la red cristalina de la partícula en crecimiento.

Por otro lado, la sobre-molienda reduce excesivamente el tamaño del grano a tamaños inferiores a 5 μm , resultando en núcleos tan pequeños que al introducirse al tacho desaparecerían por disolución. Además indica que se está utilizando más energía de la necesaria para la creación de los cristales.

Es importante seguir una estructura estándar para asegurar un producto consistente con respecto al contenido de sólidos, número de cristales por unidad de volumen y tamaño medio del cristal. La forma en que la suspensión se prepara y almacena afecta la proporción de conglomerados indeseables que entran en el tacho con la suspensión y al final aparecen en un producto cristalizado, otro factor a tomar en cuenta para evitar la conglomeración es como y donde se introduce la suspensión en el tacho.

6.9 Molinos utilizados en la industria azucarera

Durante el transcurso de los años en la industria azucarera de Guatemala se han utilizado diferentes métodos para la preparación de semilla utilizando distintos tipos de azúcar con un solvente determinado y más recientemente la semilla preparada por rompimiento mecánico de azúcar en molino.

El único método que se utiliza en la actualidad es el último mencionado. Sin embargo, existen dos tipos de molino distintos por medio del cual se obtiene la semilla.

1. Molino de bolas vertical tipo atrior
2. Molino de bolas horizontal

a) Molino de bolas vertical tipo atrior

Es un molino provisto de un impulsor o eje que hace girar varios brazos radiales largos que ejerce acción sobre los balines por agitación de este, lo cual provoca la molienda del material.



Figura 6. Molino de bolas vertical tipo atrior (Vega & Rosales, 2017, pág. 17)

Funcionamiento:

El motor proporciona el movimiento para hacer girar impulsor, que al rotar a alta velocidad transmite energía cinética a las bolas de acero y estas colisionan con el material (semilla) presente en el contenedor induciendo a la molienda por impacto.

Debido a que es una molienda por impacto, los granos de azúcar son quebrantados de manera desordenada y brusca, produciendo partículas desde el orden de $2\ \mu\text{m}$ pero sin una morfología regular y un coeficiente de variación mayor al producido por el molino de bolas horizontal.

Su funcionamiento está restringido a molienda en húmedo y por su diseño y posición vertical se da lugar a la sedimentación de cierta cantidad de material en el fondo del equipo.

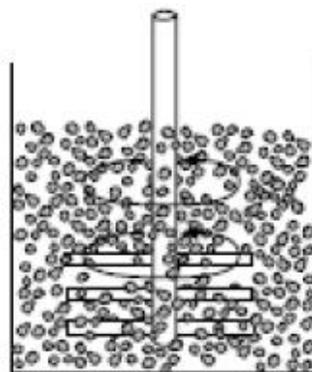


Figura 7. Esquema gráfico del funcionamiento del molino de bolas vertical tipo atrior (Vega & Rosales, 2017, pág. 17)

6.9.1 Partes del molino vertical

Estructuralmente este molino no varía mucho con respecto al molino de bolas horizontal, adicionalmente cuenta con un agitador o impulsor con paletas y una mesa de base.

Agitador: también conocido como impulsor, consta de ocho paletas soldadas a un eje central, de las cuales seis de estas tienen la misma forma, las dos paletas restantes son de forma diferente para lograr el acercamiento máximo al fondo del tazón para evitar la acumulación del material y atascado de las bolas.

Mesa de base: sirve para soporte del molino y facilita la descarga de la semilla cuando se termina el tiempo de molienda.

b) Molino de bolas horizontal

Se clasifica como un molino de volteo, está constituido por una carcasa de forma cilíndrica en posición horizontal unida a un eje que lo hace girar y cuyo interior se carga con un medio de molienda (bolas) que reduce el tamaño del material hasta un valor deseado.



Figura 8. Molino de bolas horizontal (Vega & Rosales, 2017, pág. 18)

Funcionamiento:

La adición principal en el interior del molino de bolas horizontal es por abrasión que se produce, ya que al girar el cilindro, la carga que está en su interior se desplaza hacia arriba y hacia abajo sobre las paredes de la estructura del molino produciendo fricción (efecto cascada) entre partículas y de estas con elementos molturadores; este fenómeno se da por velocidad de rotación lenta (blanco).

También se produce el efecto de impacto de los cuerpos cuando son lanzados de partes superiores de las paredes de la estructura del molino hasta el pie de carga, ejerciendo el efecto conocido como catarata y el cual se da por velocidad de giro más rápido que el anterior (blanco).

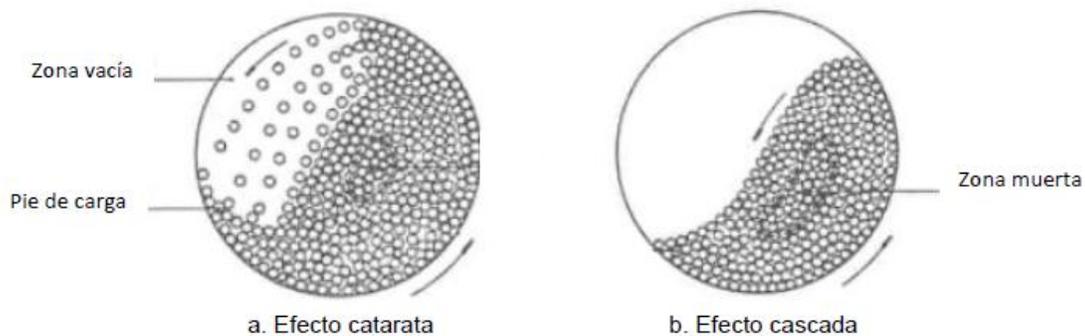


Figura 9. Demostración gráfica del efecto cascada y catarata (Vega & Rosales, 2017, pág. 19)

6.9.2 Partes del molino horizontal

La estructura que conforma las partes del molino de bolas horizontal es de carácter relevante conocerla para mayor comprensión de su funcionamiento.

Cuerpo o coraza: parte exterior de forma cilíndrica, construida con material resistente a los impactos resultantes de la acción de molienda. Dentro de él se introduce el material a moler y el medio molturador.

Cabezas laterales: también conocidas como cabezas del molino, son superficies circulares con ligeras curvaturas que soportan grandes esfuerzos. El eje de rotación va unido a ellas para hacer girar el molino.

Eje de rotación: eje horizontal que está unido a las cabezas laterales y proporciona el giro al molino de bolas.

Boquilla de carga y descarga: la boquilla de carga es la abertura por donde se introduce el azúcar y el alcohol, mientras que la boquilla de descarga es el orificio por donde sale la semilla ya molida. Ambas están provistas de una válvula para su apertura y cierre.

Motor: transforman energía eléctrica en energía mecánica necesaria para accionar el funcionamiento giratorio del molino.

6.10 Variables importantes en la elaboración de la semilla slurry

En los métodos de preparación de semilla por rompimiento mecánico de azúcar el cuidado de ciertas variables es de carácter obligatorio y de suma importancia para garantizar la obtención de un producto de calidad. Así lo explican (Vega & Rosales, 2017, pág. 20)

a) Tipo de azúcar

Para preparar semilla inicialmente se utiliza azúcar comercial y un solvente orgánico como materia prima. La diferencia entre los tipos de azúcar radica entre la pureza, color y humedad.

El parámetro relevante en la preparación de semilla es la pureza del azúcar, ya que mientras menor sea, existirá mayor contenido de no-sacarosas que luego de la molienda pudieran formar falsos núcleos (no constituidos por sacarosa) lo cual daría lugar a crecimiento de cristales sobre una impureza.

b) Tamizado y tamaño de azúcar

Iniciar la preparación de la semilla con azúcar homogénea y con poca dispersión en su tamaño haciéndolo pasar a través de tamices ayuda a obtener micro cristales en la semilla con un -C.V- reducido. Así mismo, mientras menor sea el tamaño de los granos introducidos al molino, menor será el tiempo de molienda requerido para alcanzar el tamaño del objetivo.

c) Tipo de alcohol

El tipo de molienda que se usa en los ingenios azucareros en Guatemala para preparar semilla es húmedo, utilizando como medio de transporte líquido alcoholes metilados.

Para preparar los microcristales de la semilla se debe utilizar un solvente donde el azúcar sea insoluble para evitar su crecimiento, luego que se vayan formando. Entre los solventes más usados están los cristales están los alcoholes etílico e isopropílico, ambos en grado absoluto. Si se utilizan alcoholes en grado no absoluto, se disminuye la cantidad de micro cristales ya que parte del azúcar se disuelve para saturar la parte acuosa constituyente del alcohol.

d) Relación azúcar y alcohol

Esta relación se utiliza para preparar semilla y determinar cuál es la ideal para obtener una semilla de calidad. Esta permite mejorar el rendimiento de molienda, manejo y transporte adecuado de la semilla, ya que permite una dispersión de los granos de azúcar en alcohol, la dilución no debe ser tan elevada que impida o dificulte la colisión de bolas con los granos, ni tan concentrada que espese o apelmace la solución.

e) Tiempo de molienda

El tiempo de funcionamiento de los molinos para alcanzar el tamaño de micro cristal especificado debe determinarse por pruebas en fábrica. Este depende de factores y condiciones como el tamaño del grano de azúcar inicial y carga del molino.

Un molino que prepara su menor tamaño de cristales en un tiempo determinado no va a lograr disminuir el tamaño de cristales trabajando durante más tiempo porque ya llegó a su límite de eficiencia, pero si se le da un menor tiempo de molienda, los microcristales van a tener un tamaño mayor y de otra característica y homogeneidad. Por esta razón se requiere mantenimiento de las condiciones operativas de tiempo para obtener condiciones de tamaños similares de micro cristales entre distintos lotes de preparación de semilla.

f) Velocidad del molino

La velocidad de rotación del molino es un parámetro importante en la operación de molienda que se realiza. Este giro del molino sobre su eje provoca el desplazamiento de la carga, hasta que el par resistente por el peso de la carga iguala al par motor transmitido y produce el movimiento relativo de los elementos que la componen entre sí, ocasionando fricción y colisión entre los balines y el azúcar. El valor de la velocidad depende del diámetro y velocidad crítica del molino. La velocidad a la cual debe girar el molino es del 70% de la crítica.

7. Recursos

7.1 Humanos

Dueño de proceso de aseguramiento de la calidad

Alexis Omar González García

Supervisor de área de aseguramiento de la calidad.

Josué De León Marroquín

Jefa de área del programa de investigación industrial “Recuperación de sacarosa” CENGICAÑA.

Inga. Raisa Vega

Asesor principal de trabajo de graduación.

Msc. Edgar Roberto Del Cid Chacón

Técnico universitario en procesamiento de alimentos.

Joel Enrique Maltez Hoffens

7.2 Institucionales

- Ingenio Palo Gordo S.A kilómetro 142.5 Carretera al Pacífico, San Antonio Suchitepéquez.
- Centro guatemalteco de investigación y capacitación de la caña CENGICAÑA, estación experimental kilómetro 92.5 carretera al Pacífico, Finca Camantulul Santa Lucía Cotzumalguapa Guatemala.

7.3 Físicos

- Laboratorio de aseguramiento de la calidad
- Equipo de laboratorio
- Instrumentos y cristalería de laboratorio
- Computadora

8. Materiales y equipo

8.1 Materiales

- Azúcar blanco estándar
- Alcohol etílico 96%
- Agua
- Tamizadores con mesh de 600 y 800 μm
- Recipiente plástico graduado de 1 L.
- Embudo
- Bolsas plásticas de muestra Whirl-Pak

8.2 Equipo

- Microscopio estereoscópico MEIJI (Ver Anexo 15.1)
- Software Crystals 1.10
- Molino de bolas horizontal
- Balines de acero 5/16 pulgadas
- Balanza digital de precisión ± 0.01 Kg

9. Metodología

Se utilizará la metodología propuesta por la asociación de tecnólogos de azúcar de Sudáfrica (SASTA)

Antes de iniciar el procedimiento de preparación de semilla es necesario conocer las características mecánicas y de operación adecuadas bajo las cuales debe funcionar un molino, en este caso el funcionamiento del molino de la industria azucarera donde se realizó la investigación pertinente.

Las dimensiones del molino deben ser óptimas, las cuales permita la molienda de manera eficiente. En este caso el molino que se utilizó tiene las siguientes dimensiones:

- Largo efectivo de 60 cm.
- Diámetro interno de 48 cm
- Volumen de 27.2 L.
- Relación largo/diámetro de 1.25

Es importante resaltar el número efectivo de balines que se introducen dentro del molino para lograr una molienda eficiente. Las especificaciones de los balines son las siguientes:

- Cantidad de balines 15,500 unidades
- Diámetro de 5/16 de pulgada.

Con esta carga introducida al molino se llena aproximadamente el 30% del volumen total (sin considerar espacio entre ellos). Este espacio es necesario para que dé lugar a colisiones de balines-azúcar en su interior de forma adecuada y eficiente ya que se encuentra comprendida dentro del rango 30-50%, que se considera aporta el punto óptimo de molienda.

Además, es importante considerar la velocidad del molino como un factor importante, en el caso del molino a utilizar cuenta con 60 rpm (revoluciones por minuto) el cual se encuentra dentro de los parámetros establecidos por la asociación de tecnólogos azucareros de Sudáfrica (SASTA) en su manual de preparación de semilla, la cual es necesaria para accionar el molino y en conjunto con las dimensiones del mismo produce su funcionamiento por efecto cascada.

9.1 Muestra

En el caso particular de las industrias azucareras, es necesario utilizar la fórmula de población desconocida para calcular el tamaño de la muestra desconociendo el tamaño de la población.

La fórmula para población desconocida es la siguiente:

$$n = \frac{z^2 * p * q}{d^2}$$

En donde:

z = nivel de confianza

p = probabilidad de éxito o proporción esperada

q = Probabilidad de fracaso

d = precisión (error máximo admisible en términos de proporción)

Por tanto sustituyendo valores se obtiene:

$$n = \frac{1.96^2 * 0.5 * 0.5}{0.1^2} = 96 \text{ muestras}$$

Fuente: (Rodríguez, 2017) “La investigación científica un acercamiento didáctico”. Pág. 139

Las cuáles serán distribuidas entre las distintas metodologías de molienda con el fin de determinar cuál de ellas resulta ser la mejor opción para obtener una semilla slurry de calidad.

Los resultados de análisis de laboratorio los realiza CENGICAÑA, se ingresarán, a un cuadro de control y registro de datos. Posterior a la culminación de ensayos de distintas metodologías de molienda se procederá a realizar el análisis estadístico. (Ver apéndice 16.1)

9.2 Formulación de métodos

Con la finalidad de determinar las mejores condiciones de combinación de variables de operación para la preparación de semilla tipo slurry, se realizaran tres distintas formulaciones o recetas, las cuales serán sometidas a pruebas de molienda y posterior a ello analizar sus datos correspondientes.

Con la formulación No. 1 se pretende ingresar al molino de bolas la misma relación de masa de azúcar y volumen de alcohol para lograr una densidad de 1 con una granulometría inicial controlada entre 600-800 μm y un tiempo de operación de molienda de 6 horas. Con estas condiciones se espera obtener una granulometría final con un coeficiente de variación debajo de lo esperado, ya que se eliminarán los granos finos y los granos grandes que no favorecen a la eficiencia de calidad de molienda esperada y disminuir la variabilidad del tamaño de la media.

Con la formulación No. 2 se pretende aumentar el tamaño de granulometría inicial $> 800 \mu\text{m}$ y aumentar el tiempo de operación de molienda a 8 horas, manteniendo la relación de masa de azúcar y de volumen de alcohol. Con estas condiciones Vega & Rosales (2017), indican que “un molino que prepara su menor tamaño de micro cristales en un tiempo determinado, no va lograr disminuir el tamaño de los micro cristales trabajando más tiempo porque ya llegó a su límite de eficiencia” (pág. 28). Se pretende analizar si el tiempo operación de molienda es directamente proporcional a la granulometría final y si es conveniente mantener la granulometría inicial de $> 800 \mu\text{m}$ o se considera mantener una granulometría controlada entre 600-800 μm .

Con la formulación No. 3 se pretende variar la relación de masa de azúcar y volumen de alcohol, obteniendo una densidad más baja, viéndose afectada la viscosidad de la semilla. Se espera observar un cambio en la granulometría final, Vega & Rosales (2017), establecen que “Mejore el rendimiento de molienda y se favorece la dispersión de los granos de azúcar en el alcohol” (Pág. 27). Debido a que la mezcla es menos densa y las condiciones de rompimiento mecánico entre los cristales de azúcar y los balines de acero serán distintas y se mantendrá el tiempo de operación de molienda de 6 horas.

Tabla 2. Formulaciones de métodos de molienda.

Materia prima	Formulación No. 1	Formulación No. 2	Formulación No. 3
Tamaño de grano (μm)	600-800	>800	400-600
Tiempo de molienda (Hr)	6	8	6
Relación azúcar/alcohol (ℓ)	1:1	1:1	1:2

Fuente: Elaboración propia (2019).

9.3 Procedimiento para preparar semilla

Paso 1. Tamizar azúcar blanco estándar

Esto se efectúa con el fin de homogenizar el tamaño de azúcar que será introducido al molino. Debe utilizarse un tamizador con una malla de abertura superior a con mesh 20 (retiene partículas de 800 μm o más) y una malla de abertura inferior con mesh 30 (retiene partículas de 600 μm o más). La cantidad tamizada debe ser únicamente la necesaria para un lote de preparación, evitando el almacenamiento y posible formación de grumos.

Paso 2. Recolectar el azúcar tamizado

Luego de efectuada la separación de granos se recolecta el azúcar contenido en el compartimento del mesh de interés. La recolección se debe hacer con un recipiente plástico con tapadera para evitar que se humedezca la muestra de azúcar recolectada.

Paso 3. Pesar el azúcar tamizado

El azúcar se debe pesar en una bolsa exenta de cualquier tipo de suciedad o humedad que lo pueda contaminar o disolver. Se debe utilizar una balanza digital para obtener una medida de precisión de ± 0.01 Kg.

Paso 4. Verter el azúcar al molino

Se vierte al molino la cantidad de azúcar pesada con anterioridad, si es necesario se utiliza el embudo para evitar pérdidas de granos afuera del molino.

Paso 5. Medir el volumen de alcohol

La cantidad de alcohol a utilizar se debe medir en una probeta de un litro. para obtener mejor precisión y disminuir la variabilidad de una preparación a otra.

Paso 6. Verter el alcohol al molino

Debe de efectuarse tratando de remover el azúcar adherido tanto a las paredes del embudo, como en la boquilla del molino.

Paso 7. Cerrar el molino

Asegurarse de cerrar la válvula, no permitiendo alguna fuga de alcohol al momento de encender el molino.

Paso 8. Encender el molino

Debe dejarse funcionar en un lugar donde no obstruya la movilidad y paso de personal operativo, hasta que cumpla su tiempo de molienda establecido.

Paso 9. Verter la semilla en un recipiente

Al momento de vaciar el molino, se debe hacer pasar la semilla por un colador mesh 80 (180 μm) para retener cualquier grano de tamaño elevado que no haya sido molido hasta el tamaño deseado.

Paso 10. Realizar un primer lavado con alcohol al molino

Para realizar el lavado se vierten cuatro litros de alcohol al molino y se pone a funcionar durante cinco minutos.

Paso 11. Recepción del lavado

Se vierten los cuatro litros de alcohol que se utilizaron en el lavado en el mismo recipiente donde se vació la semilla, tomando en cuenta que el contenido de alcohol afecta la concentración y población de granos en la semilla, por lo tanto, deben de considerarse el volumen agregado de alcohol al momento de determinar la cantidad a inyectar a los tachos.

Paso 12. Tomar una muestra de semilla para su análisis cristalográfico

El muestreo es directamente del recipiente que contiene la semilla, antes de tomarla el operador debe agitar la suspensión hasta su completa homogenización. El recipiente donde se almacene la muestra debe mantenerse cerrado para evitar la volatilización del alcohol.

Paso 13. Realizar un segundo lavado con agua tibia al molino

Para este lavado se agregan cuatro litros de agua tibia al molino y se pone a funcionar durante cinco minutos, luego se desecha. La finalidad de este lavado es disolver cualquier resto de semilla que haya quedado adherido a las paredes internas del molino o a los balines.

Paso 14. Realizar un tercer lavado con alcohol al molino

Para el ultimo lavado se vierten 4 litros de alcohol al molino y se pone a funcionar durante cinco minutos, luego se desecha. Este lavado se realiza para atrapar partículas de agua remanentes del segundo lavado del molino. (Ver Anexo 15.2)

10. Planificación y cronograma de actividades

Tabla 3. Actividades por realizar durante la fase experimental para semilla tipo slurry.

Cronograma de actividades 2019															
Actividades	Mes	Abril				Mayo				Junio				Julio	
	Semana	1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4	1	2
Verificación, calibración y mantenimiento de equipos.															
Formulación de métodos.															
Análisis de laboratorio para las muestras de los distintos métodos.															
Evaluación y análisis estadístico de los métodos.															

Fuente: Elaboración propia (2019).

11. Resultados

Tabla 4. Resultados estadísticos.

Los resultados obtenidos durante la fase experimental de las formulaciones propuestas de semilla tipo slurry para semillamiento completo en evapo-cristalizadores se detallan en la siguiente tabla.

Formulaciones de molienda Datos	Formulación No. 1	Formulación No.2	Formulación No.3
Media aritmética	Antes: 62.59	Antes: 62.59	Antes: 62.59
	Después: 45.28	Después: 52.37	Después: 60.21
Desviación estándar	2.69	1.79	2.75
Error estándar de la diferencia	0.448	0.298	0.458
T Calculado	38.64	44.36	5.19
T Tabulado	2.032	2.032	2.032
Coefficiente de variación	5.94	3.41	4.57
Conclusión	Existe diferencia estadística significativa	Existe diferencia estadística significativa	Existe diferencia estadística significativa

Fuente: elaboración propia (2019).

Los valores expresados en la tabla comparativa de resultados se encuentran en los análisis estadísticos (**Ver anexos 15.4, 15.5 y 15.6**)

12. Discusión de resultados

Los resultados obtenidos durante la fase experimental fueron positivos, en cada una de las formulaciones aplicadas se obtuvo una diferencia estadística significativa, evidenciando que hubo mejora en el proceso de elaboración de semilla tipo slurry.

En cada formulación se obtuvo un promedio de coeficiente de variación distinto, sin embargo, según la asociación de tecnólogos azucareros de Sudáfrica (SASTA) considera una semilla slurry de calidad con $50\% \leq$ de coeficiente de variación antes de ser inyectada a los evapo-cristalizadores.

Los valores obtenidos en esta investigación difieren con algunas opiniones y resultados de otros autores que con anterioridad realizaron estudios de calidad acerca de la preparación semilla tipo slurry. Desde sus inicios en el año 1936 los autores Vega & Rosales (2017), explican que W. H. Alewijn, tecnólogo de la Java Sugar Experiment Station, propuso una técnica de preparación de semilla que consistía en mezclar 25 g de azúcar refino y 90 mL aerógeno (mezcla líquida de alcanos o gasolina) dentro de un molino de bolas que contiene entre 500-600 balines de 4 mm de diámetro y gira a 75 r.p.m. con un tiempo de molienda de 12 a 24 horas, de esta manera se obtiene semilla con partículas de 3 μm de tamaño; desde su aparición la aplicación de este método empezó a extenderse en todo el mundo, siempre con la implementación de cambios y mejoras al mismo.

Tiempo después (Van Der Poel, 1998), presenta algunos ajustes a este método, el cual emplea 2.2 litros de isopropanol por 1 kg de azúcar con un tamaño de cristal de 0.2 a 0.7 mm, en la medida de lo posible, libre de polvo; la molienda dura 4 horas. Mientras que por su parte el investigador brasileño (Calichman, 2002), realizó una investigación en las industrias azucareras de Brasil y llegó a la conclusión que aún es considerada una etapa más de la fabricación de azúcar, a la cual no se le da la importancia necesaria, sin embargo, en sus publicaciones menciona las consecuencias que ocurren durante y al final del proceso de elaboración de azúcar y propone medidas para minimizar los efectos negativos, proponiendo la utilización de un molino de bolas horizontal con una rotación de 60 r.p.m. 3 kg de bolas de acero inoxidable de diámetro $\frac{1}{4}$ alimentado de 5 kg de azúcar clasificado 500 μm y 8 litros de alcohol etílico con permanencia de molienda durante 5 días, presentando un tamaño de cristales de 0.1 a 10.0 mm en todos los molinos probados.

Durante esta investigación en la fase experimental de cada formulación establecida, se analizaron los coeficientes de variación y la forma de los cristales de las muestras al finalizar su proceso de molienda, esto se realizó con la ayuda de un microscopio MEIJI, cristalería de laboratorio y un software de computadora CRYSTALS. Al finalizar el tiempo de molienda se realizaron los análisis cristalográficos para determinar el impacto que tenía cada una de las variables en las metodologías planteadas de cada formulación que se realizó, estos análisis indican la cantidad de cristales que son medidos por la imagen y los clasifica según el rango, determinando cuantos están en el rango deseado u optimo, cuántos son más pequeños que los deseados y cuántos son mayores; posterior a ello se aplicó un análisis estadístico antes y después para determinar si existía una diferencia estadística con la forma en que se estaba realizando antes de realizar la investigación, contra las metodologías de proceso que se utilizaron para elaborar la semilla slurry.

Granulometría inicial

La granulometría es una técnica manual o mecánica por medio de la cual se pueden separar partículas según su tamaño, de tal manera que se logre conocer las cantidades en peso de cada tamaño que aporta el peso total.

Con la formulación No. 1 se pretendía ingresar al molino un tamaño de grano controlado entre 600-800 μm . esperando obtener una granulometría final con un coeficiente de variación por debajo de $50\% \leq$ con este margen de grano controlado se pretendió eliminar los granos finos y los granos grandes que no favorecían la eficiencia de calidad de molienda esperada y disminuir la variabilidad del tamaño de la media. Mientras que con la formulación No. 2 se aumentó el tamaño de la granulometría inicial a $> 800 \mu\text{m}$ manteniendo las condiciones de relación de masa de azúcar y volumen de alcohol, agregando dos horas más de molienda para analizar si el tiempo de operación de molienda es directamente proporcional a la granulometría final, esperando observar una disminución del coeficiente de variación en los análisis cristalográficos que se realizaron y determinar cuál es la mejor opción de tamaño inicial de grano de azúcar para la preparación de semilla tipo slurry.

Los resultados estadísticos al compararlos con las otras formulaciones, se observa que los datos de la formulación No. 2, fueron los más bajos a excepción de la media aritmética (promedio de coeficiente de variación). Sin embargo, la formulación con la cual se logró obtener un promedio

de coeficiente de variación por debajo de 50% fue en la formulación No. 1, la cual tiene un promedio de media de 45.28 contra el valor promedio 52.37 de la formulación No.2 la cual, además de ser un valor más alto que la primera no cumple con el requisito de $50\% \leq$ de coeficiente de variación para ser considerada una semilla slurry de calidad y proceder a inyectarla en los evapo-cristalizadores.

En las desviaciones estándar de la formulación No. 1 y formulación No. 2, se observa que la desviación de la formulación No. 2 es 1.79 y de la formulación No. 1 es 2.69. Esto se debe a que los valores obtenidos de cada muestra realizada y analizada estuvieron menos distantes de la media, esto quiere decir que el proceso fue menos disperso, pero aun así con el valor 52.37 no se logró cumplir con el objetivo de estar por debajo de 50% de coeficiente de variación; mientras que en la formulación No.1 a pesar de estar más elevada la desviación estándar se logró un coeficiente de variación de 45.28 que está por debajo de 50% y una dispersión relativamente baja a la media. Esta dispersión se observar de manera más comprensible en las gráficas de los análisis estadísticos, manifestándose en la tendencia de la línea roja la cual representa la formulación aplicada y la línea azul el proceso anterior utilizado de elaboración de semilla, en la línea roja de la serie 2 se observan pocas variaciones o picos positivos y negativos, manteniéndose casi una línea recta. (Ver Anexo 15.3 Gráficas de formulación No. 1 y 2)

Tiempo de molienda

Se define como el tiempo de funcionamiento de los molinos para alcanzar el tamaño de microcristal especificado, esto se determina a través de pruebas en fábrica. Este microcristal depende de factores y condiciones como el tamaño del grano de azúcar inicial y carga del molino (porcentaje de volumen total del molino utilizado).

Según Vega & Rosales (2017), “un molino que prepara su menor tamaño de microcristales en un tiempo determinado no logrará disminuir más los cristales porque ya llego a su límite de eficiencia” (Pág. 28). Motivo por el cual se varió el tiempo molienda de 6 horas en la formulación No. 1 con grano controlado entre 600-800 μm . y un tiempo de molienda de 8 horas en la formulación No. 2 con grano inicial $> 800 \mu\text{m}$. para determinar cuál era el tiempo de molienda óptimo con el cual se logró estar por debajo del límite establecido de 50% de coeficiente de

variación y también establecer cuál era el mejor tamaño de grano inicial para preparar la semilla tipo slurry.

Con respecto al tamaño de los micro cristales obtenidos al final de la molienda los tamaños obtenidos oscilan entre 6 y 12 μm , los cuales según Vega & Rosales (2017), mencionan que “Un tamaño ideal de semilla debe estar dentro del rango de 5-10 μm ya que el área superficial puesta a disposición permite que incremente la proporción en la adsorción de moléculas hacia la red cristalina de la partícula en crecimiento.” (Pág. 33)

Los resultados obtenidos, de acuerdo con los análisis cristalográficos. Son similares a los obtenidos por el investigador brasileño de Albuquerque (2011), en su libro Proceso de Fabricación de Azúcar, al ser observados por un microscopio y después analizados con el software de computadora CRYSTALS (Ver Apéndices 16.2 y 16.3)

Relación azúcar/alcohol

Esta relación se utiliza para preparar semilla tipo slurry y determinar cuál es la idea para obtener semilla de calidad. Esta permite mejorar el rendimiento de molienda, manejo y transporte adecuado de la semilla, permitiendo una dispersión de los granos de azúcar en alcohol, la dilución no debe ser tan elevada que impida o dificulte la colisión de bolas con los granos ni tan concentrada que espese o apelmace la solución.

Bajo este concepto se pretendió variar la relación de masa de azúcar y volumen de alcohol, de la formulación No. 3 obteniendo una densidad más baja, viéndose afectada también la viscosidad de la semilla. Según Vega & Rosales (2017), “una densidad baja mejora el rendimiento de molienda y se favorece la dispersión de los granos de azúcar en el alcohol.” (Pág. 27). Se esperaba de esta formulación siendo menos densa ya que tenía el doble de alcohol que masa de azúcar, que las condiciones de rompimiento fueran distintas y se tendría un tiempo de operación de 6 horas ya que se había determinado en las formulaciones anteriores que con ese tiempo de molienda se lograban los mejores resultados de granulometría final. Sin embargo, se determinó en la formulación No. 3 que los resultados obtenidos fueron los más altos y variados (Ver Anexo 15.3 **Gráfica de formulación No. 3**) a pesar de tener una desviación estándar de 2.75 la cual es relativamente baja con la media de 60.21 (promedio de coeficiente de variación) que está por

arriba del valor meta de $50\% \leq$ de coeficiente de variación para ser considerada una semilla tipo slurry de calidad.

Es importante mencionar que no solo la preparación de una semilla slurry con bajo coeficiente de variación será suficiente para producir azúcar de buena calidad. Durante todo el proceso de cristalización intervienen variables que sería necesario evaluar como por ejemplo el nivel de automatización de la fábrica de azúcar, temperaturas, presiones y tiempos de retención dentro de los equipos y otros factores como la conducción de la cristalización con técnica y criterio por parte de la persona encargada del evapo-cristalizador (Tachero), son también imprescindibles para la buena conformación del azúcar producido con buen tamaño y uniformidad, pero de nada servirá si se parte de una semilla de baja calidad.

13. Conclusiones

1. Se acepta la hipótesis ya que sí es posible reducir a $\leq 50\%$ el coeficiente de variación de la semilla tipo slurry para semillamiento completo en los evapo-cristalizadores en un 17.31% estableciendo y controlando parámetros de las variables de operación de granulometría inicial, tiempo de molienda y la relación de masa de azúcar y volumen de alcohol.
2. Se determinó que el mejor porcentaje en la reducción del coeficiente de variación en la semilla tipo slurry para semillamiento completo en evapo-cristalizadores. Se logró con la “formulación No. 1” obteniendo un valor de 45.28% de promedio de coeficiente de variación.
3. La granulometría seleccionada de azúcar para iniciar a preparar la semilla slurry, está entre 600-800 micras utilizando tamices de distinto tamaño de abertura (mesh).
4. Después de analizar las tres formulaciones se estableció que el tiempo de molienda óptimo es de seis horas para obtener un coeficiente de variación $\leq 50\%$ en la preparación de semilla tipo slurry.
5. La relación entre la masa de azúcar y volumen de alcohol debe ser 1:1 para obtener la densidad óptima que permita el rompimiento mecánico de cristales para preparar la semilla tipo slurry por debajo de la especificación de 50% de coeficiente de variación.

14. Recomendaciones

1. Implementar manuales de proceso de preparación de semilla tipo slurry, estableciendo los parámetros de las materias primas a utilizar para la preparación de semilla, dirigido al personal operativo de laboratorio.
2. Controlar las condiciones de materia prima (azúcar 600-800 μm) evitando que se altere las características del producto final (semilla slurry)
3. Verificar que los tamices se encuentren en buen estado para evitar variación de tamaño de grano y almacenarlos en recipientes cerrados para mantener sus características iniciales al momento de preparar semilla tipo slurry.
4. Mantener el tiempo de molienda establecido evitando que el grano de azúcar sufra alteraciones físicas (disolución de grano) al momento de estar en operación el molino.
5. Adquirir un equipo de cristalografía propio de la empresa que permita realizar pruebas de semilla y profundizar en temas de investigación de semilla slurry respecto a la relación de masa de azúcar/volumen de alcohol para mejorar el crecimiento de las masas A, B y C.
6. Elaborar hojas de registro y control de tiempo de molienda en la preparación de semilla tipo slurry del personal que ingresa y retira la semilla del molino.
7. Almacenar la semilla tipo slurry en un recipiente cerrado para evitar la volatilización del alcohol y formación de conglomerados.

15. Anexos

Anexo 15.1

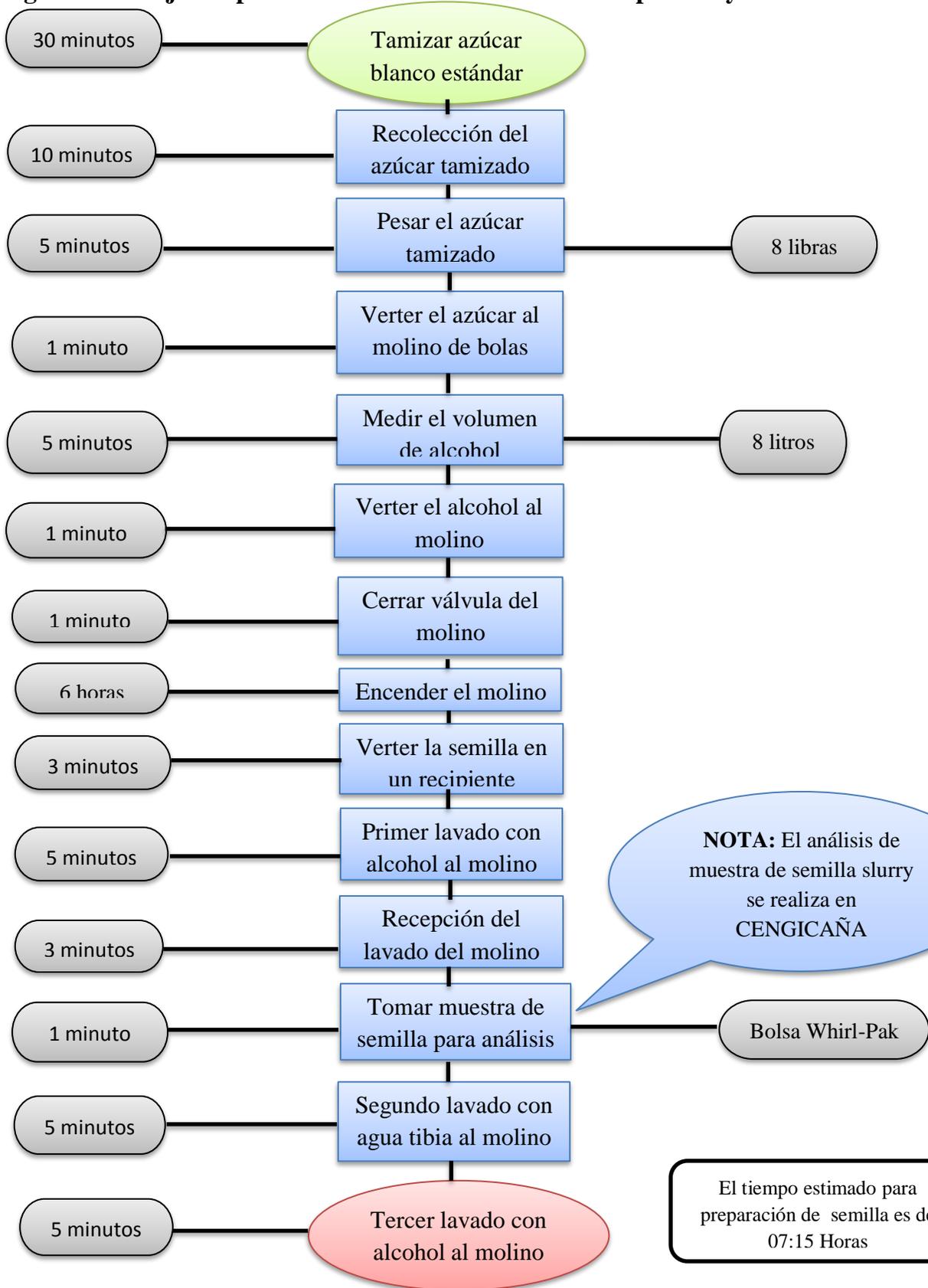
Equipo de análisis de cristalografía



Fuente: Proporcionado por CENGICAÑA Admón. 2019

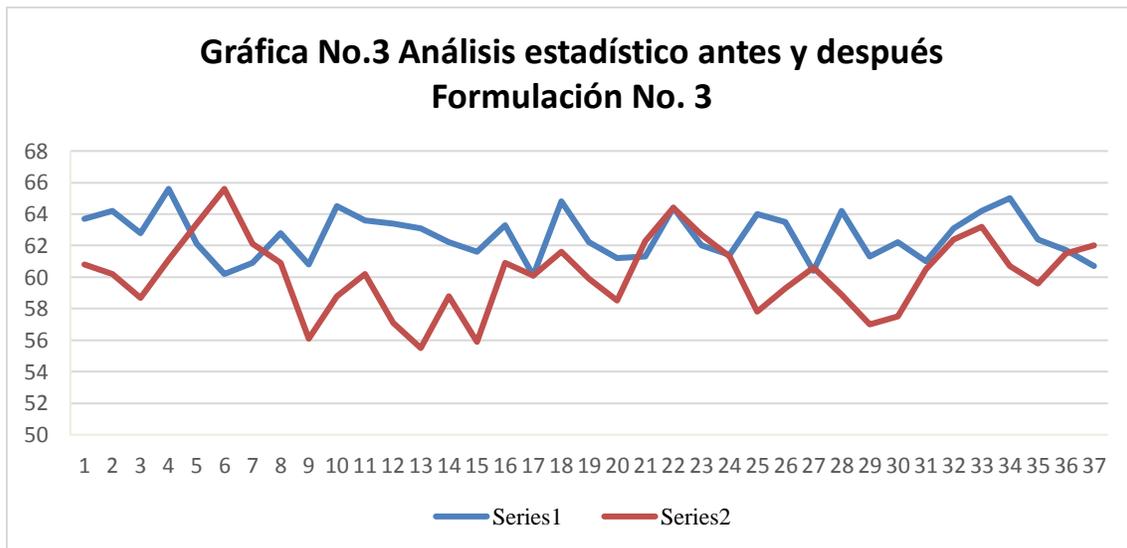
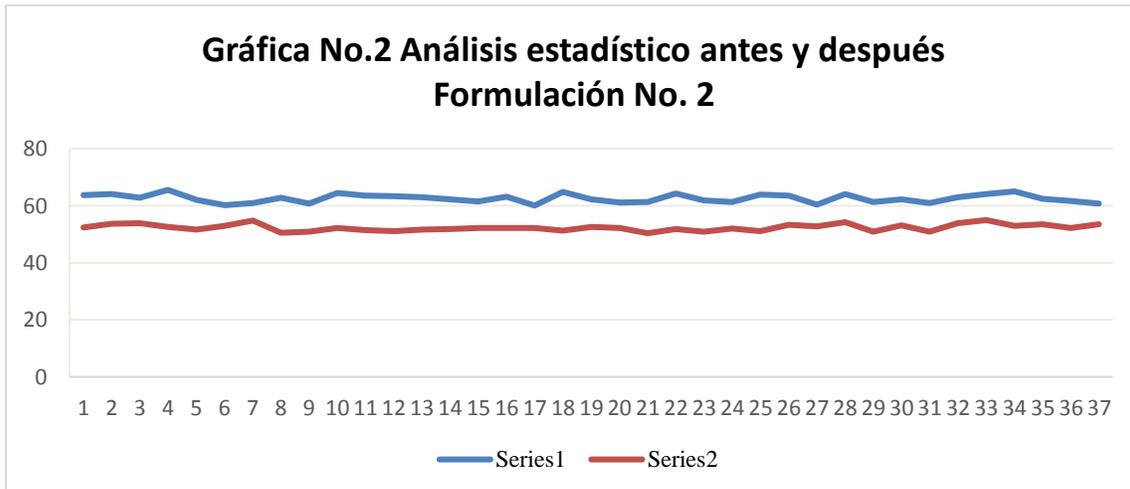
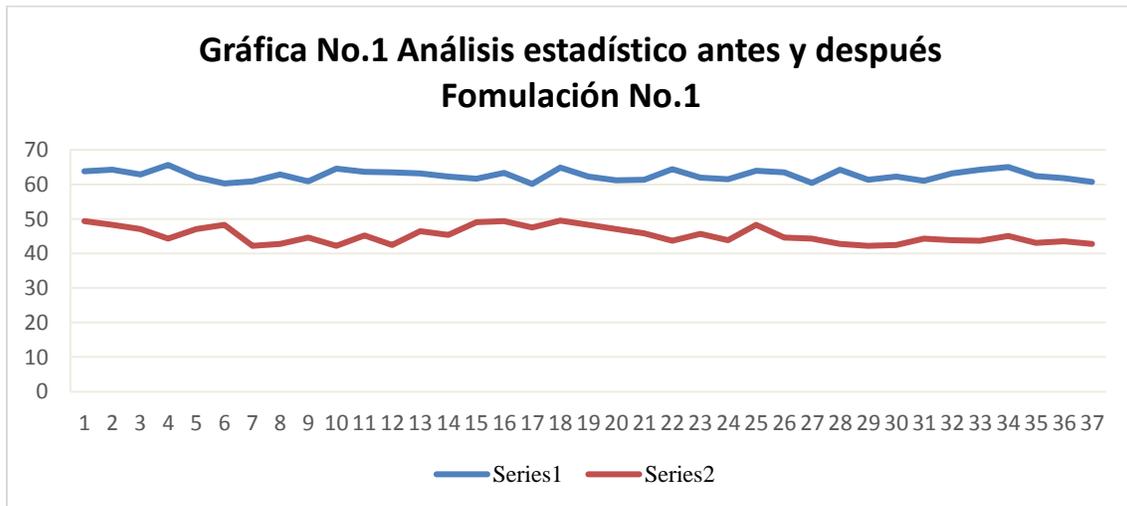
Anexo 15.2

Diagrama de flujo del proceso de elaboración de semilla tipo slurry



Anexo 15.3

Tabla 5. Gráficas de los análisis estadísticos antes y después.



Anexo 15.4

Tabla 6. Análisis Estadístico antes y después, determinación de CV formulación No. 1.

No.	A	D	d ²
1	63.7	49.3	207.36
2	64.2	48.2	256
3	62.8	47.1	246.49
4	65.6	44.3	453.69
5	62.1	47.1	225
6	60.2	48.2	144
7	60.9	42.2	349.69
8	62.8	42.7	404.01
9	60.8	44.6	262.44
10	64.5	42.2	497.29
11	63.6	45.2	338.56
12	63.4	42.4	441
13	63.1	46.5	275.56
14	62.2	45.4	282.24
15	61.6	49.1	156.25
16	63.3	49.3	196
17	60.1	47.5	158.76
18	64.8	49.5	234.09
19	62.2	48.2	196
20	61.2	47	201.64
21	61.3	45.8	240.25
22	64.4	43.7	428.49
23	62	45.7	265.69
24	61.4	43.8	309.76
25	64	48.2	249.64
26	63.5	44.6	357.21
27	60.4	44.3	259.21
28	64.2	42.7	462.25
29	61.3	42.2	364.81
30	62.2	42.4	392.04
31	61	44.3	278.89
32	63.1	43.8	372.49
33	64.2	43.7	420.25
34	65	45.1	396.01
35	62.4	43	376.36
36	61.7	43.5	331.24
37	60.7	42.7	324
Ȳ	62.5918919	45.2837838	
Σ			11354.66

a) Media aritmética

A= 62.59

D= 45.28

b) Desviación Estándar

$S = \sqrt{((\sum d^2/n) - (\bar{A} - \bar{D})^2)}$

$S = \sqrt{((11354.66/37) - (62.59 - 45.28)^2)}$

S= 2.69

c) Error estándar de la diferencia

$\sigma_{dif} = S/\sqrt{(n-1)}$

$\sigma_{dif} = 2.69/\sqrt{36}$

$\sigma_{dif} = 0.448$

d) T calculado

$T_c = (\bar{A} - \bar{D})/\sigma_{dif}$

$T_c = (62.59 - 45.28)/0.448$

$T_c = 38.64$

e) T tabulado

Valor ubicado en tabla T student 2 colas

$T_t = 2.032$

(Ver Apéndice 16.4)

Conclusión

Existe diferencia estadística significativa

Anexo 15.5

Tabla 7. Análisis estadístico antes y después, determinación de CV Formulación No. 2.

No.	A	D	d ²
1	63.7	52.5	125.44
2	64.2	53.8	108.16
3	62.8	53.9	79.21
4	65.6	52.6	169
5	62.1	51.6	110.25
6	60.2	53	51.84
7	60.9	54.9	36
8	62.8	50.5	151.29
9	60.8	51	96.04
10	64.5	52.3	148.84
11	63.6	51.4	148.84
12	63.4	51.1	151.29
13	63.1	51.6	132.25
14	62.2	51.9	106.09
15	61.6	52.3	86.49
16	63.3	52.2	123.21
17	60.1	52.3	60.84
18	64.8	51.3	182.25
19	62.2	52.6	92.16
20	61.2	52.2	81
21	61.3	50.4	118.81
22	64.4	51.8	158.76
23	62	50.9	123.21
24	61.4	52	88.36
25	64	51.1	166.41
26	63.5	53.3	104.04
27	60.4	52.7	59.29
28	64.2	54.2	100
29	61.3	50.9	108.16
30	62.2	53.1	82.81
31	61	50.9	102.01
32	63.1	54	82.81
33	64.2	55	84.64
34	65	53	144
35	62.4	53.5	79.21
36	61.7	52.2	90.25
37	60.7	53.6	50.41
Ȳ	62.59	52.37	
Σ			3983.67

a) Media Aritmética

$$A = 62.59$$

$$D = 52.37$$

b) Desviación Estándar

$$S = \sqrt{((\sum d^2/n) - (\bar{A} - \bar{D})^2)}$$

$$S = \sqrt{((3983.67/37) - (62.59 - 52.37)^2)}$$

$$S = 1.79$$

c) Error estándar de la diferencia

$$\sigma_{dif} = S/\sqrt{(n-1)}$$

$$\sigma_{dif} = 1.79/\sqrt{(36)}$$

$$\sigma_{dif} = 0.298$$

d) T calculado

$$T_c = (\bar{A} - \bar{D})/\sigma_{dif}$$

$$T_c = 44.36$$

e) T tabulado

Valor ubicado en tabla T student 2 colas

$$T_t = 2.032$$

(Ver Apéndice 16.4)

Conclusión: Existe diferencia estadística

Anexo 15.6

Tabla 8. Análisis estadístico antes y después, determinación de CV Formulación No. 3.

No.	A	D	d ²
1	63.7	60.8	8.41
2	64.2	60.2	16
3	62.8	58.7	16.81
4	65.6	61.1	20.25
5	62.1	63.4	1.69
6	60.2	65.6	29.16
7	60.9	62.1	1.44
8	62.8	60.9	3.61
9	60.8	56.1	22.09
10	64.5	58.8	32.49
11	63.6	60.2	11.56
12	63.4	57.1	39.69
13	63.1	55.5	57.76
14	62.2	58.8	11.56
15	61.6	55.9	32.49
16	63.3	60.9	5.76
17	60.1	60.1	0
18	64.8	61.6	10.24
19	62.2	59.9	5.29
20	61.2	58.5	7.29
21	61.3	62.3	1
22	64.4	64.4	0
23	62	62.7	0.49
24	61.4	61.3	0.01
25	64	57.8	38.44
26	63.5	59.3	17.64
27	60.4	60.6	0.04
28	64.2	58.9	28.09
29	61.3	57	18.49
30	62.2	57.5	22.09
31	61	60.5	0.25
32	63.1	62.4	0.49
33	64.2	63.2	1
34	65	60.7	18.49
35	62.4	59.6	7.84
36	61.7	61.5	0.04
37	60.7	62	1.69
\bar{Y}	62.59	60.21	
Σ			489.68

a) Media aritmética

$$A = 62.59$$

$$D = 60.21$$

b) Desviación estándar

$$S = \sqrt{((\Sigma d^2/n) - (\bar{A} - \bar{D})^2)}$$

$$S = \sqrt{((489.68/37) - (62.59 - 60.21)^2)}$$

$$S = 2.75$$

c) Error estándar de la diferencia

$$\sigma_{dif} = S/\sqrt{(n-1)}$$

$$\sigma_{dif} = 2.75/\sqrt{36}$$

$$\sigma_{dif} = 0.458$$

d) T calculado

$$T_c = (\bar{A} - \bar{D})/\sigma_{dif}$$

$$T_c = (62.59 - 60.21)/0.458$$

$$T_c = 5.19$$

e) T tabulado

Valor ubicado en tabla T student 2 colas

$$T_t = 2.032$$

(Ver Apéndice 16.4)

Conclusión:

Existe diferencia estadística

16. Apéndice

Tabla 9. Registro de datos de análisis de metodologías de molienda.

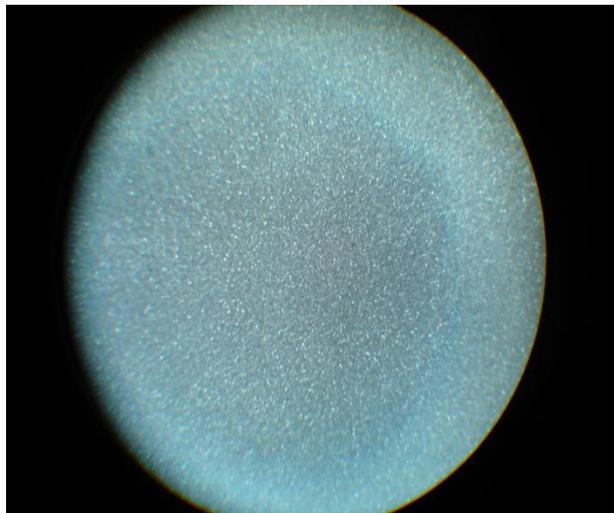
16.1 Cuadro de registro de datos de análisis de metodologías de molienda.

Cuadro de registro de formulación No.								
No.	Tamaño			Coeficiente de variación			% grano mayoritario	Relación masa/volumen
	Largo	Ancho	Promedio	Largo	Ancho	Promedio		
1								
2								
3								
4								

Fuente: Elaboración propia (2019).

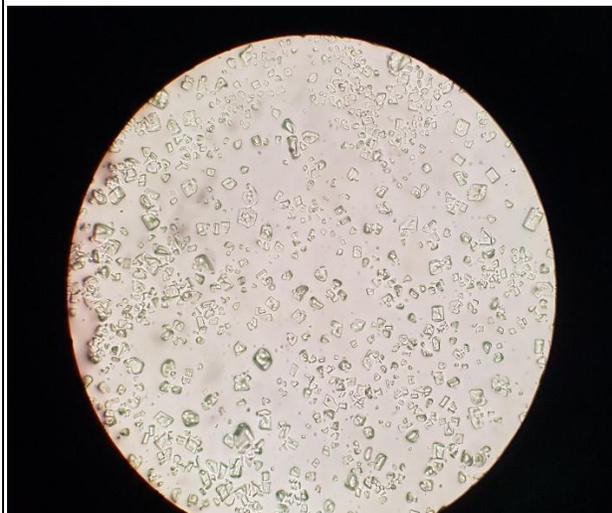
16.2 Semilla tipo slurry de buena calidad

Figura 10. Semilla observada desde un microscopio.



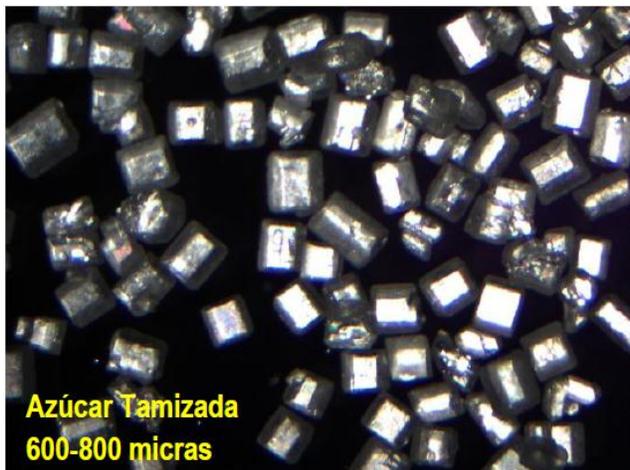
Semente de boa qualidade

Fuente: Ing. Químico Fernando Medeiros De Albuquerque, Proceso de fabricación de azúcar. 2011 pág. 242



Fuente: Elaboración propia (2019).

Figura 11. Semilla observada con un software de computadora CRYSTALS.



Fuente: Centro Guatemalteco de Investigación y Capacitación de la caña de azúcar CENGICAÑA (2019).

16.3 Semilla tipo slurry de mala calidad

Figura 12. Semilla observada desde un microscopio.

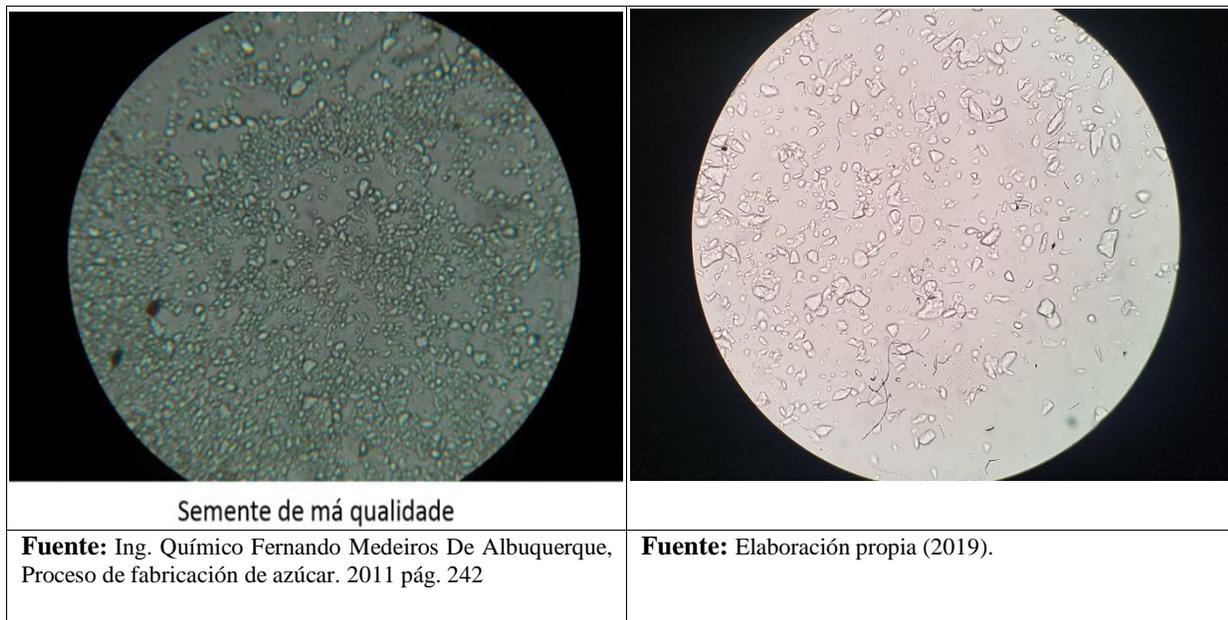
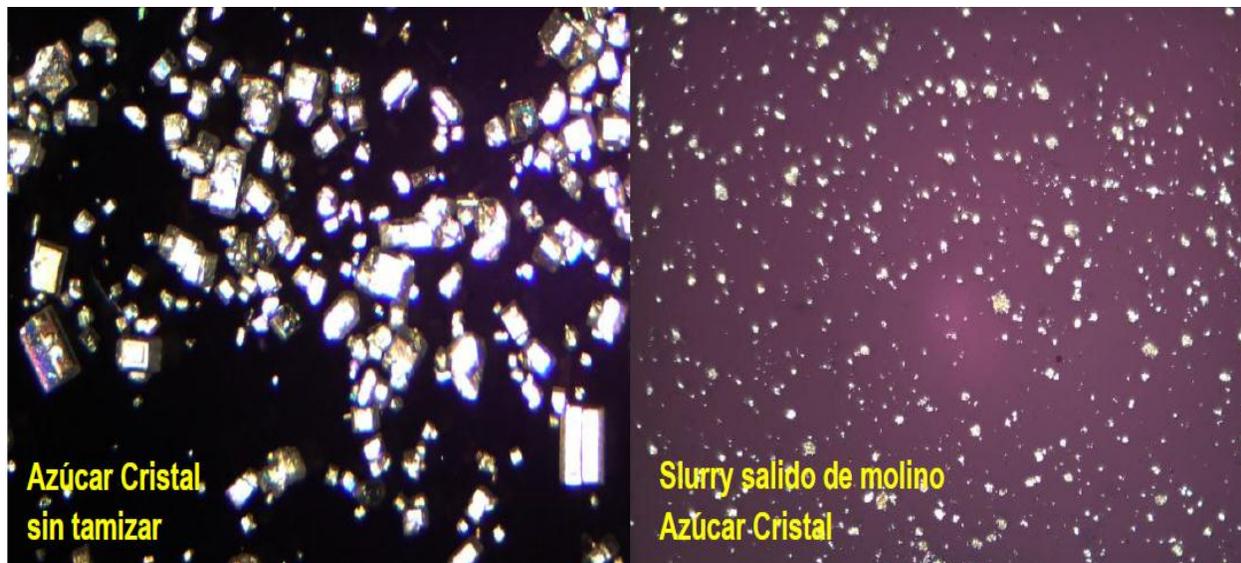


Figura 13. Semilla observada con un software de computadora CRYSTALS.



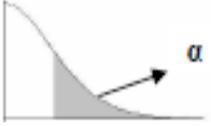
Fuente: Centro Guatemalteco de Investigación y Capacitación de la caña de azúcar CENGICAÑA (2019).

16.4 **Tabla 10.** Valores críticos de la distribución t Student.



Niveles de Significancia DOS COLA

	0.500	0.250	0.200	0.100	0.050	0.025	0.020	0.010	0.005
1	1.00	2.41	3.08	6.31	12.71	25.45	31.82	63.66	127.32
2	0.82	1.60	1.89	2.92	4.30	6.21	6.96	9.92	14.09
3	0.76	1.42	1.64	2.35	3.18	4.18	4.54	5.84	7.45
4	0.74	1.34	1.53	2.13	2.78	3.50	3.75	4.60	5.60
5	0.73	1.30	1.48	2.02	2.57	3.16	3.36	4.03	4.77
6	0.72	1.27	1.44	1.94	2.45	2.97	3.14	3.71	4.32
7	0.71	1.25	1.41	1.89	2.36	2.84	3.00	3.50	4.03
8	0.71	1.24	1.40	1.86	2.31	2.75	2.90	3.36	3.83
9	0.70	1.23	1.38	1.83	2.26	2.69	2.82	3.25	3.69
10	0.70	1.22	1.37	1.81	2.23	2.63	2.76	3.17	3.58
11	0.70	1.21	1.36	1.80	2.20	2.59	2.72	3.11	3.50
12	0.70	1.21	1.36	1.78	2.18	2.56	2.68	3.05	3.43
13	0.69	1.20	1.35	1.77	2.16	2.53	2.65	3.01	3.37
14	0.69	1.20	1.35	1.76	2.14	2.51	2.62	2.98	3.33
15	0.69	1.20	1.34	1.75	2.13	2.49	2.60	2.95	3.29
16	0.69	1.19	1.34	1.75	2.12	2.47	2.58	2.92	3.25
17	0.69	1.19	1.33	1.74	2.11	2.46	2.57	2.90	3.22
18	0.69	1.19	1.33	1.73	2.10	2.45	2.55	2.88	3.20
19	0.69	1.19	1.33	1.73	2.09	2.43	2.54	2.86	3.17
20	0.69	1.18	1.33	1.72	2.09	2.42	2.53	2.85	3.15
21	0.69	1.18	1.32	1.72	2.08	2.41	2.52	2.83	3.14
22	0.69	1.18	1.32	1.72	2.07	2.41	2.51	2.82	3.12
23	0.69	1.18	1.32	1.71	2.07	2.40	2.50	2.81	3.10
24	0.68	1.18	1.32	1.71	2.06	2.39	2.49	2.80	3.09
25	0.68	1.18	1.32	1.71	2.06	2.38	2.49	2.79	3.08
26	0.68	1.18	1.31	1.71	2.06	2.38	2.48	2.78	3.07
27	0.68	1.18	1.31	1.70	2.05	2.37	2.47	2.77	3.06
28	0.68	1.17	1.31	1.70	2.05	2.37	2.47	2.76	3.05
29	0.68	1.17	1.31	1.70	2.05	2.36	2.46	2.76	3.04
30	0.68	1.17	1.31	1.70	2.04	2.36	2.46	2.75	3.03
31	0.68	1.17	1.31	1.70	2.04	2.36	2.45	2.74	3.02
32	0.68	1.17	1.31	1.69	2.04	2.35	2.45	2.74	3.01
33	0.68	1.17	1.31	1.69	2.03	2.35	2.44	2.73	3.01
34	0.68	1.17	1.31	1.69	2.03	2.35	2.44	2.73	3.00
35	0.68	1.17	1.31	1.69	2.03	2.34	2.44	2.72	3.00
36	0.68	1.17	1.31	1.69	2.03	2.34	2.43	2.72	2.99
37	0.68	1.17	1.30	1.69	2.03	2.34	2.43	2.72	2.99
38	0.68	1.17	1.30	1.69	2.02	2.33	2.43	2.71	2.98
39	0.68	1.17	1.30	1.68	2.02	2.33	2.43	2.71	2.98
40	0.68	1.17	1.30	1.68	2.02	2.33	2.42	2.70	2.97

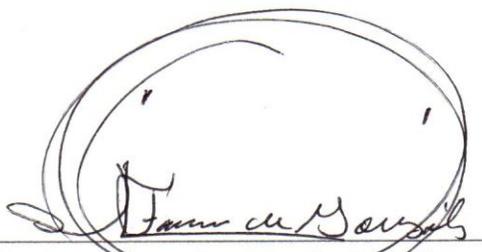


Niveles de Significancia UNA COLA

	0.250	0.125	0.100	0.050	0.025	0.013	0.010	0.005	0.003
--	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------

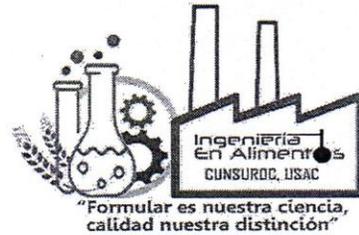
17. Referencias Bibliográficas

- Aguilar, J. E. (2012). *Composición y características químicas de la caña de azúcar y su impacto en el proceso de la elaboración del azúcar*. Colombia: Universidad del Valle.
- Brown, T. L. (2004). *Química La Ciencia Central*. Mexico: McGraw - Hill.
- Calichman, E. (julio/agosto de 2002). La Preparación de la Semilla de Azúcar y sus influencias. *Sociedad de Técnicos Azucareros de Brasil STAB*, 20, (6); 50-51.
- CENGICAÑA (Centro Guatemalteco de Investigación y Capacitación de la Caña de Azúcar). (2014). *El cultivo de la caña de azúcar en Guatemala*. Escuintla: Artemis Edinter, S.A.
- de Albuquerque, F. M. (2011). *Proceso de fabricación de azúcar* (3° ed.). Brasil: Universitaria da UFPE.
- Ramos R., A. A. (2009). *Procesos de Elaboración del Azúcar y Etanol de la Caña* (Vol. 400 ejemplares). Cali, Valle, Colombia: Universidad del Valle, Unidad de Artes Gráficas de la Facultad de Ciencias Naturales y Exactas.
- Rein, P. (2012). *Ingeniería de la Caña de Azúcar*. Berlin, Alemania: Elbe Druckerei Wittenberg.
- Rodríguez, C. A. (2017). *La investigación científica Un acercamiento didáctico*. Guatemala: ECO.
- Tone Baloh, E. W. (1995). *Manual de Energía para Fábricas de Azúcar*. (2° ed.). Berlin, DE.: Verlag Dr. Albert Bartens.
- Van Der Poel, P. W. (1998). *Tecnología de Azúcar de Caña y su Manufactura*. Berlin: Verlag Dr. Albert Martens KG.
- Vega, R., & Rosales, F. (2017). *Guía de buenas prácticas para preparación de semilla en la Industria Azucarera*. Escuintla: CENGICAÑA.



Licda. Ana Teresa Cap Yes de González
Bibliotecaria





Mazatenango, Suchitepéquez marzo de 2019.

Señores
Comisión trabajo de graduación
Ingeniería en alimentos
Presente.

Respetable comisión:

Reciban un cordial saludo, deseándoles éxitos bien en sus actividades diarias al frente de nuestra casa de estudios superiores.

De manera muy atenta me dirijo a ustedes y de acuerdo al normativo de trabajo de graduación, en el artículo 13 inciso 5, se procede a acompañar el protocolo de seminario I titulado: **Reducción del coeficiente de variación de la semilla tipo slurry para semillamiento completo en los evapo-cristalizadores**, del estudiante: **Joel Enrique Maltez Hoffens**, quien se identifica con el número de carné **201044900**.

En base a lo anterior, considero que dicho trabajo cumple con los requisitos académicos y legales establecidos para su posterior evaluación.

Sin otro particular, de manera respetuosa.

Atentamente,



M.SC. Edgar Roberto Del Cid Chacón
Asesor principal



Mazatenango, Suchitepéquez abril de 2019.

Señores
Comisión trabajo de graduación
Ingeniería en alimentos
Presente.

Respetable comisión:

Reciban un cordial saludo, deseándoles éxitos bien en sus actividades diarias al frente de nuestra casa de estudios superiores.

De manera muy atenta nos dijimos a ustedes para hacer de su conocimiento que como terna evaluadora del estudiante Joel Enrique Maltez Hoffens quien se identifica con carné universitario 201044900, se realizaron las correcciones pertinentes de seminario I titulado: **Determinación de la reducción del coeficiente de variación de la semilla tipo slurry para semillamiento completo en los evapo-cristalizadores**, por lo cual consideramos que dicho trabajo cumple con los requisitos académicos y legales establecidos y siga el protocolo establecido.

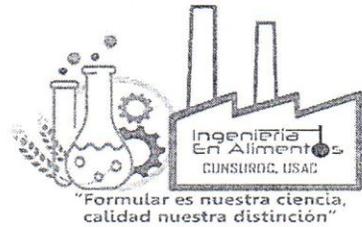
Sin otro particular, de manera respetuosa.

Atentamente,

Ph.D. Marco Antonio Del Cid Flores

Inga. Dora Emilia Rodas Alvares

M.Sc. Sammy Alexis Ramírez Juárez



Mazatenango, Suchitepéquez julio de 2019.

Señores
Comisión trabajo de graduación
Ingeniería en alimentos
Presente.

Respetable comisión:

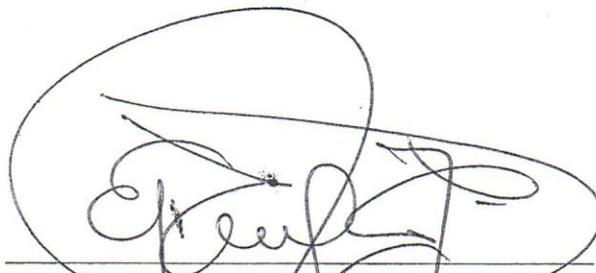
Reciban un cordial saludo, deseándoles éxitos en sus actividades diarias al frente de nuestra casa de estudios superiores.

De manera muy atenta me dirijo a ustedes y de acuerdo al normativo de trabajo de graduación, solicito protocolo de seminario II titulado: **Determinación de la reducción del coeficiente de variación de la semilla tipo slurry para semillamiento completo en los evapo-cristalizadores**, del estudiante: Joel Enrique Maltez Hoffens quien se identifica con carné universitario 201044900.

En base a lo anterior, considero que dicho trabajo cumple con los requisitos académicos y legales establecidos para su posterior evaluación.

Sin otro particular, de manera respetuosa.

Atentamente,



M.Sc. Edgar Roberto del Cid Chacón.
Asesor principal



Mazatenango, Suchitepéquez agosto de 2019.

Señores
Comisión trabajo de graduación
Ingeniería en alimentos
Presente.

Respetable comisión:

Reciban un cordial saludo, deseándoles éxitos bien en sus actividades diarias al frente de nuestra casa de estudios superiores.

De manera muy atenta nos dijimos a ustedes para hacer de su conocimiento que como terna evaluadora del estudiante Joel Enrique Maltez Hoffens quien se identifica con carné universitario 201044900, se realizaron las correcciones pertinentes de seminario II titulado: **Determinación de la reducción del coeficiente de variación de la semilla tipo slurry para semillamiento completo en los evapo-cristalizadores**, por lo cual consideramos que dicho trabajo cumple los requisitos académicos y legales establecidos y siga el protocolo establecido.

Sin otro particular, de manera respetuosa.

Atentamente,

Ph.D. Marco Antonio Del Cid Flores

Inga. Dora Emilia Rodas Alvares

M.Sc. Sammy Alexis Ramírez Juárez



Mazatenango, Suchitepéquez septiembre de 2019.

Ingeniero
Guillermo Vinicio Tello Cano
Director Administrativo
Centro Universitario del Suroccidente
Presente.

Respetable director:

Reciba un cordial saludo, deseándole éxitos en sus actividades diarias al frente de nuestra prestigiosa casa de estudios superiores.

De manera muy atenta me dirijo a usted para hacer de su conocimiento que el técnico universitario Joel Enrique Maltez Hoffens quien se identifica con carné universitario 201044900, realizó las correcciones pertinentes estipulados por la terna evaluadora respecto a su trabajo de graduación titulado: **Determinación de la reducción del coeficiente de variación de la semilla tipo slurry para semillamiento completo en los evapo-cristalizadores**, por lo cual considero que dicho trabajo cumple los requisitos académicos y legales establecidos para que siga el protocolo establecido.

Sin otro particular, de manera respetuosa.

Atentamente,



M.Sc. Víctor Manuel Nájera Toledo
Coordinador de la carrera de Ingeniería en Alimentos



UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA
CENTRO UNIVERSITARIO DEL SUR OCCIDENTE
MAZATENANGO, SUCHITEPEQUEZ
DIRECCIÓN DEL CENTRO UNIVERSITARIO

CUNSUROC/USAC-I-08-2019

DIRECCIÓN DEL CENTRO UNIVERSITARIO DEL SUROCCIDENTE,
Mazatenango, Suchitepéquez, dieciséis de septiembre de dos mil diecinueve—

Encontrándose agregados al expediente los dictámenes de la Comisión de Tesis y del Secretario del comité de Tesis, **“DETERMINACION DE LA REDUCCIÓN DEL COEFICIENTE DE VARIACIÓN EN LA SEMILLA TIPO SLURRY PARA SEMILLAMIENTO COMPLETO EN EVAPO-CRISTALIZADORES”** del estudiante **Joel Enrique Maltez Hoffens**, carné No. 201044900. CUI: 1897 88283 1001 de la carrera Ingeniería en Alimentos.

“ID Y ENSEÑAD A TODOS”

A handwritten signature in black ink, appearing to read "Guillermo Vinicio Tello Cano".

Dr. Guillermo Vinicio Tello Cano
Director - CUNSUROC -USAC



/gris