

SEPARACIÓN CON MEMBRANAS COMO MÉTODO ALTERNATIVO EN LA REFINACIÓN DE FRUCTOSA

M. Rodríguez Marrero*, N. Vargas Pérez**, R. García Lora**, J. E. Castellanos Estupiñán***

*UEB Derivados Sorbitol, **Universidad de Camaguey, ***Universidad Central de Las Villas

La refinación de fructosa en la UEB Derivados de Florida, consiste en llevar a cabo la decoloración mediante la adsorción con carbón activado. El empleo de este adsorbente implica una serie de dificultades en el proceso y su repercusión económica es importante por la necesidad de adquirirlo en el exterior. En este trabajo se presenta como alternativa la separación por membranas, técnica que pertenece al grupo de tecnologías limpias y que resulta interesante pues excluye el uso de adsorbentes y agentes de filtración. Para evaluar la efectividad del procedimiento se realizó un estudio a pequeña escala, realizando cuatro corridas experimentales con membranas de diferente porosidad a dos niveles de presión. En cada experiencia se midió el volumen de permeado en el tiempo y el color a cada muestra, este último a través del método espectrofotométrico. La remoción de color se comportó en el rango de 86 – 95 %. Teniendo en cuenta los valores promedios de color y densidad de flujo de permeado se seleccionó como idónea la membrana de 150 000 Da a una presión de trabajo de 7 atm. Para desarrollar esta alternativa con flujos industriales se debe adquirir un módulo CARBOSEP tipo SC37. La inversión es factible, demostrada por los indicadores VAN y TIR. El costo de producción es inferior en 26.28 \$/T al procedimiento tradicional. Se demuestra desde el punto de vista técnico, económico y medioambiental que esta variante presenta una serie de ventajas.

Palabras clave: refinación, fructosa, separación por membranas, carbón activado.

The refinement of fructose in the UEB derivatives Florida, is to carry out the bleaching by activated carbon adsorption. The use of this adsorbent involves a number of difficulties in the process and its economic impact is important because the need to buy abroad. This paper presents an alternative membrane separation technique that belongs to a group of clean technologies and is interesting in that it excludes the use of adsorbents and filtering. To evaluate the effectiveness of the procedure was performed a study on a small scale, making four experimental runs with membranes of different porosity at two levels of pressure. In each trial was measured permeate volume over time and color to each sample, the latter through spectrophotometry. The color removal behaved in the range of 86 - 95 %. Considering the average values of color and the permeate flux was selected as suitable membrane of 150 000 Da at a pressure of 7 atm. To develop this alternative to industrial flows must purchase a module type SC37 CARBOSEP. The investment is feasible, as demonstrated by NPV and IRR indicators. The production cost is lower by \$ 26.28 / T to the traditional procedure. It is shown from a technical standpoint, economic and environmental that this variant has a number of advantages.

Key words: refinery, fructose, membrane separation, activated carbon.

Introducción

En el área de los derivados de la caña de azúcar, actualmente se dedican grandes esfuerzos y recursos a la investigación y desarrollo de nuevos productos de mayor importancia económica y social, con creciente valor agregado, capaces de sustituir importaciones o generar nuevos fondos exportables. Se continúa trabajando abnegadamente por aumentar los volúmenes de producción de derivados, mejorar sus indicadores de eficiencia, encontrar soluciones alternativas

ante los insumos de importación e incorporar productos destinados tanto al consumo nacional como a la exportación.

La empresa azucarera Ignacio Agramonte ubicada en el municipio de Florida, Camaguey, cuenta con una planta de derivados cuyo producto líder es el Sorbitol. No obstante ante la insuficiencia de materias primas para esta producción, desde el año 1996 se acudió a realizar refinaciones de fructosa, como variante productiva que ha permitido alcanzar positivos beneficios económicos. La fructosa es un

líquido siruposo que se obtiene en nuestro país a partir de la inversión ácida de la sacarosa. Los principales proveedores de esta materia prima son las empresas azucareras Ignacio Agramonte y Chiquitico Fabregat.

La demanda de este producto se enmarca fundamentalmente en la industria alimenticia para la elaboración de siropes saborizados. El sirope de fructosa sustituye ventajosamente al azúcar en una amplia gama de productos, utilizándose, en la preparación de bebidas: ron, licores, cremas, maltas, etcétera. Tiene gran influencia en la aplicación de dietas, reemplazando a la glucosa y la sacarosa. Es hipocalórico y 1,7 veces más dulce que el azúcar.

La separación con membranas es un proceso recientemente aplicado a la industria con la que se logran altos por cientos de eficiencia. Esta tecnología compite económicamente con varios procesos como el intercambio iónico, adsorción, entre otros por su bajo consumo energético, su característica de tecnología limpia y su reducido costo total al ser comparados con la inversión de otros procesos.

Se conoce que desde la década del 60 comienzan a aparecer a escala industrial procesos de separación los cuales se basan, o al menos están auxiliados por el uso de las membranas. En la época actual es una práctica cotidiana en el uso de la purificación de jugos de frutas, en el fraccionamiento de la leche en sus componentes básicos, en el tratamiento de residuales, en la desalinización de agua, etcétera. Los especialistas en producciones azucareras también han reconocido las ventajas que esta técnica ofrece y han empezado a incorporarla a la práctica.

En el proceso de refinación de fructosa que se realiza en la planta de referencia se aplica la adsorción con carbón activado, tratamiento que no esta exento de las limitaciones y los problemas asociados al uso de esta tecnología. Estos pueden resumirse en el hecho de que el carbón activado es un insumo de importación que encarece el proceso, así como las dificultades con el manejo de este, los espacios de almacenamiento que requiere, con el riesgo de que pierda parte de su

actividad, la inestabilidad en el proceso productivo y la carga contaminante que representa para el medio ambiente la tierra filtrante y el carbón agotado. Además se ha comprobado que los parámetros de calidad de la fructosa, una vez refinada por el procedimiento tradicional, se han visto afectados pues no presentan condiciones de estabilidad, por ejemplo una tendencia a la regresión del color, aspecto que es fundamental para su comercialización. Esto dificulta la satisfacción de las necesidades de clientes nacionales así como penetrar en mercado fuera de frontera ante la competitividad que impone el producto terminado.

Teniendo en cuenta que en la planta los planes productivos de este edulcorante se incrementan cada año, así como las oportunidades de venta dentro y fuera del país, se plantea como problema de esta investigación: ¿Cómo obtener fructosa refinada con parámetros de calidad óptimos, mejorando las condiciones de trabajo y sin provocar afectaciones al medio ambiente? La hipótesis que se considera es la siguiente: Si se utiliza la separación con membranas en la refinación de fructosa se obtendrá un producto con calidad, optimando el procedimiento tecnológico y disminuyendo apreciablemente la contaminación asociada al proceso actual. El objetivo principal del trabajo esta dirigido a evaluar el proceso de purificación de fructosa a través de la separación con membrana para obtener un producto con calidad.

Este trabajo propone un método o proceder novedoso que permite la refinación de fructosa prescindiendo del uso del carbón activado, los costos asociados a su empleo así como las dificultades operacionales que implica. Además se racionalizan etapas con respecto a la tecnología tradicional.

Los métodos utilizados en la investigación consisten en la realización de experimentos encaminados a evaluar la efectividad de la purificación de fructosa aplicando la técnica de separación con membrana y la comparación con el método tradicional, apoyados en técnicas analíticas de espectrometría de absorción, potenciometría y refractometría.

Métodos experimentales

Diseño del experimento

Se utiliza un diseño factorial 2^K , para 2 factores de interés: la presión y el umbral de corte. En los experimentos se ensayan dos membranas de porosidad 150 000 Da ($0.062 \mu\text{m}$) y 300 000 Da ($0.108 \mu\text{m}$), a dos niveles de presión: 5 y 7 atm. Estos umbrales de corte fueron establecidos en correspondencia con el diámetro de las partículas a eliminar. Se conoce que (Zamora, 2006) estudió el efecto de la purificación de siropes de azúcar refino a través de membranas para la elaboración de ron. Por técnicas de difracción de rayos X este autor determinó la distribución del tamaño de las partículas presentes, especificando que alrededor del 75 % se encuentran en el intervalo de 0 - $10 \mu\text{m}$.

Por otra parte, en la literatura consultada varios autores plantean que en procesos de UF las presiones de operación están en el rango de 2 - 10 atm. Los valores fijados están referidos por experiencias anteriores de (Zamora, 2006), (Castellanos, Zamora, Fajardo, 2003) y (Gómez y Miranda, 2003), quienes procesaron jarabes azucarados de caña y glucosa. Presiones inferiores a 5 atm dificultan la filtrabilidad de la solución a tratar, mientras que para valores superiores a 7 atm se ha comprobado que implicaría

incurrir en un consumo innecesario de energía porque las densidades de flujo de permeado se estabilizan y se acentúan los fenómenos que afectan el funcionamiento de las membranas. Se trabaja con una concentración en la alimentación de 50 °Brix, coincidiéndolo con el de las condiciones de la planta.

El estudio consiste en pasar jarabe de Fructosa cruda a través de un micromódulo analizando el comportamiento de cada membrana, independientemente y a las condiciones de operación establecidas. A los permeados se le realizan mediciones de volumen en el transcurso del tiempo con el auxilio de una probeta graduada y un cronómetro, así como análisis de absorbancia en un fotocolorímetro.

Descripción del equipamiento

En la figura 1 se muestra un esquema de la instalación experimental, como puede observarse consta de los siguientes elementos:

- Un módulo de membrana (CARBOSEP).
- Dos manómetros.
- Un depósito de alimentación y recepción de concentrado.
- Una bomba de desplazamiento positivo.
- Una válvula auxiliar y tuberías para las conexiones.

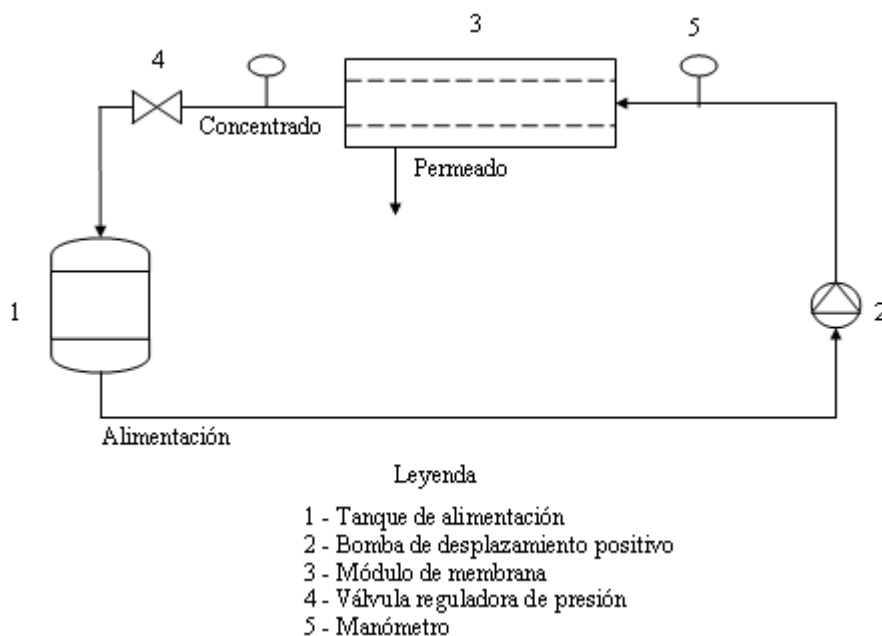


Fig. 1 Esquema de la instalación.

Principio de funcionamiento

El producto que se desea filtrar se deposita en el tanque de alimentación. El mismo es bombeado y continúa su recorrido hacia el módulo de membranas, donde se controla la presión transmembrana, el flujo se divide dentro de la misma en dos corrientes en un flujo cruzado. Una de estas corrientes atraviesa la membrana (permeado) y la que no logra atravesarlo retorna al depósito de alimentación (concentrado o retenido). Esta operación se regula a través de la válvula instalada.

Descripción de los procedimientos

Para la experimentación se empleó una muestra de Fructosa cruda de la recepción de materia prima de la planta. Esta fue disuelta con agua desmineralizada hasta alcanzar una concentración de 50 °Brix con el empleo de un agitador magnético. Posteriormente se filtró en un kitasato acoplado a una bomba de vacío, empleando tierra filtrante y una membrana de rápida filtración Whatman de 90 mm. Esta operación permite

simular la filtración que también se realiza previamente en el proceso antes de ser tratado el jarabe con carbón activado, además se evita el ensuciamiento en la membrana. Seguidamente:

1. Se añade el jarabe de fructosa prefiltrado en el depósito de alimentación.
2. Se procede a realizar la filtración a través del módulo, según el principio de funcionamiento expuesto anteriormente.
3. Se colecta el permeado que atraviesa la membrana, utilizando una probeta graduada en intervalos de 10 min.

Resultados y discusión

Análisis de los resultados

En la figura 2 se muestra una representación del comportamiento del porcentaje de decoloración obtenido con el uso de las membranas ensayadas a dos niveles de presión, a partir de los valores de la tabla 1.

Tabla 1
Porcentaje de decoloración en el proceso

Umbral de Corte	150 000 Da		300 000 Da	
Presión (atm)	5	7	5	7
Porcentaje de decoloración	94,99	93,54	89,49	86,91

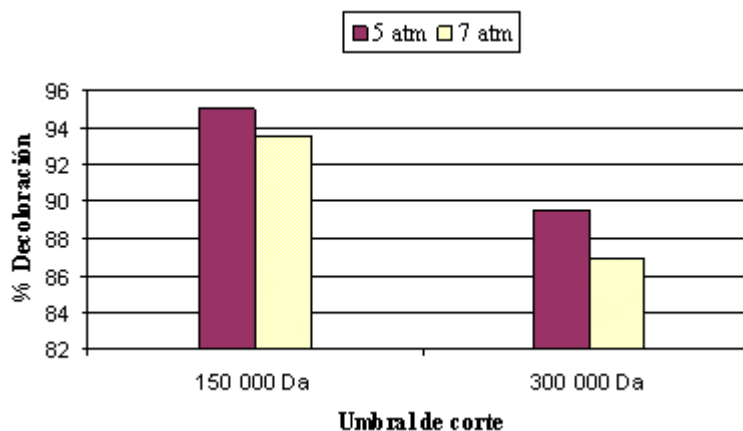


Fig. 2 Comportamiento del porcentaje de decoloración con el tipo de membrana y la presión.

Se observa en la figura 2, que las membranas utilizadas eliminan más del 86 % de las partículas colorantes, lográndose un resultado satisfactorio en este sentido. Esto demuestra que el mayor porcentaje de las partículas eliminadas tiene un tamaño superior al umbral de corte de las membranas empleadas. Puede apreciarse que la membrana de 150 000 Da, presenta un porcentaje de decoloración por encima del 92 % a 7 atm, mientras que para una presión de 5 atm el porcentaje de decoloración asciende a más de un 94 %. En la de 300 000 Da los porcentajes de decoloración son

menores con respecto a la anterior para los correspondientes valores de presión.

En todos los casos al observar el permeado y compararlo con el alimentado, las diferencias en cuanto a brillantes y transparencia fueron significativas, dando un aspecto atractivo al producto.

Como se obtuvieron porcentajes de decoloración comparables con la tecnología de adsorción con carbón activado se continúa con otras valoraciones. A continuación se analiza el comportamiento del color en el permeado.

Tabla 2
Color promedio en el permeado

Umbral	150 000 Da		300 000 Da	
Presión (atm)	5	7	5	7
Color en el Permeado (ICUMSA)	15,45	20,16	31,94	40,42

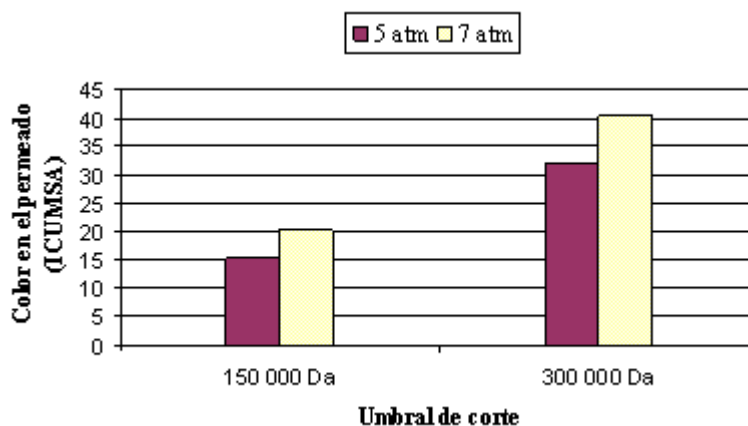


Fig. 3 Comportamiento del color con el tipo de membrana y la presión.

En la figura 3 se demuestra que la disminución del color depende en gran medida del umbral de corte que se utilice, así como del valor de la presión transmembrana. Al aumentar el umbral de corte aumenta el color, al ser mayor el tamaño de los poros de la membrana. De la misma forma se observa que al aumentar la presión el color en el permeado aumenta, debido a que atraviesa la membrana una mayor cantidad de moléculas que originan el color.

Otro aspecto a destacar en esta figura y de gran importancia es el hecho de que en la membrana de 150 000 Da al operar tanto a 5 como a 7 atm de presión, se logra obtener un valor promedio de color que cumplen con las normas de calidad de la fructosa.

Una vez arribado a estas reflexiones se procede con un análisis teniendo en cuenta otro elemento de importancia en el proceso: la densidad de flujo de permeado. La tabla 1.3 muestra los valores de la densidad de flujo de permeado en el proceso de filtración por membrana.

Tabla 3
Promedio de la densidad de flujo de permeado

Umbral de Corte	150 000 Da		300 000 Da	
Presión (atm)	5	7	5	7
Densidad de Flujo de Permeado (L/h.m ²)	74,32	83,93	101,44	114,29

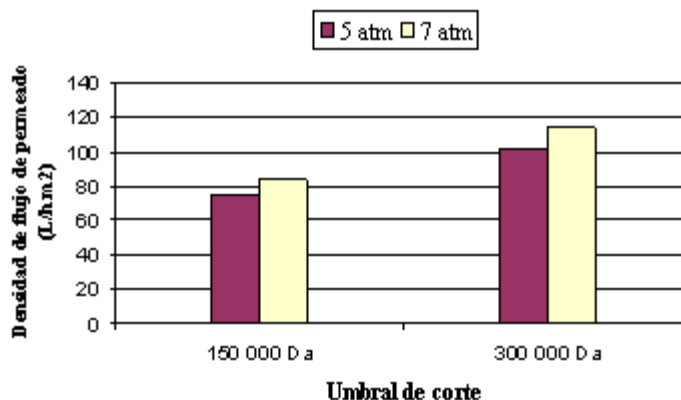


Fig. 4 Comportamiento de la densidad de flujo de permeado con el tipo de membrana y la presión.

En la figura 4 se observa gráficamente que cuando se trabaja a una mayor presión, la densidad de permeado es mayor, debido a que se ejerce una mayor fuerza sobre los poros de la membrana y por tanto hay una mayor cantidad de sustancia que la atraviesan. Además al comparar ambas membranas se observa que con la de menor umbral de corte (150 000 Da) se obtiene un menor valor de densidad de flujo de permeado, pues posee un menor tamaño de poro.

Se realizó un análisis de varianza cuyo resultado confirma estas observaciones, pues el estadígrafo F y la probabilidad indican que existen diferencias significativas, así como que las disimilitudes más acentuadas están dadas cuando se comparan los resultados con respecto a la porosidad de la membrana.

No obstante a pesar de las diferencias en cuanto a este parámetro, se considera que la membrana de 150 000 Da es la más adecuada para los propósitos prácticos del presente trabajo porque lo más conveniente es disminuir el color del jarabe de Fructosa y obtener un adecuado flujo de permeado. Este último criterio de valoración se basa teniendo en cuenta

referencias de trabajos anteriores, por ejemplo (Zamora, 2006) reporta una densidad de flujo de permeado de 95.11 L/h m² con aguardiente al seleccionar una membrana de 50 000 Da de porosidad, (Gómez & Miranda, 2003) al trabajar con Glucosa selecciona un umbral de corte de 0.14µm (M-14) para 96 L/h m², mientras que (Venegas, Martínez, & Bórquez, 2003) 56 L/h m² al experimentar con jugos de manzana en una membrana de 50 000 Da.

El valor de la densidad de flujo de permeado es una variable importante a la hora de tomar decisiones para el empleo de las técnicas de separación con membrana pues influye directamente en el tiempo que demora la operación en las condiciones reales de la fábrica. Por estas razones seguidamente se considera el comportamiento del flujo de permeado en el transcurso del tiempo para la membrana previamente seleccionada (150 000 Da). Este análisis permite tener en cuenta la polarización y el ensuciamiento como fenómenos que determinan los tiempos de operación y limpieza del equipo en los procesos de separación con membranas.

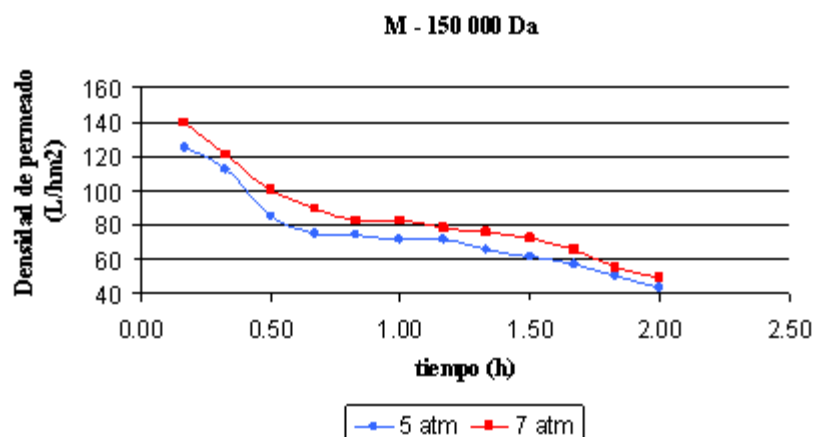


Fig. 5 Comportamiento de la densidad de flujo de permeado en el tiempo para la membrana de 150 000 Da.

En la figura 5 se aprecia una disminución del flujo de permeado en el tiempo para ambos niveles de presión, esto se debe a la formación de la capa de polarización, producto de la retención en la membrana de moléculas mayores al diámetro del poro. Se plantea que todavía no existe en gran magnitud el fenómeno de ensuciamiento porque la disminución del flujo de permeado no llega a ser apreciable para el último tiempo analizado.

Se demostró que estadísticamente no existen diferencias significativas entre ambas corridas. No obstante se selecciona como presión de trabajo 7 atm pues bajo estas condiciones se obtiene un volumen de permeado superior, representando una considerable ventaja operacional.

Estos elementos son indicativos para plantear que la membrana de 150 000 Da operando a una presión de 7 atm es la mejor opción pues se logra un valor promedio de color inferior a la norma de calidad de la Fructosa refinada y el valor de la densidad de flujo de permeado sugiere una decisión favorable para esta presión.

Diseño del módulo de membranas

Se partirá de los resultados que se obtuvieron en el trabajo con el micromódulo utilizado. El cálculo del área de membrana del módulo industrial se realiza sobre la base de considerar un

comportamiento lineal entre el área de filtración y la densidad de flujo de permeado. Por tanto para procesar 2.3 m³/h se requiere de un área de membrana de 0.16 m². Considerando un 20 % de sobrediseño finalmente se concluye que el proceso industrial necesita de un área de 0.19 m² de superficie de membrana. Con este valor de área en un catálogo de ofertas de fabricantes de la firma Tech-Sep se selecciona el módulo de membrana que debe ser adquirido.

Características del módulo propuesto

- Módulo: SC 37.
- Tipo: CARBOSEP.
- Membrana: 150 000 Da (Criterio propuesto)
- Número de Tubos: 37.
- Área de filtración: 0.84 m².
- Flujo: 3.70 m³/h.
- Material de la membrana: ZrO₂ – TiO₂.
- Soporte: Carbono.
- Longitud de las membranas: 1200 mm.
- Diámetro interior de las membranas: 6 mm.
- Presión de Trabajo: 7 atm. (Criterio propuesto)
- Presión Máxima Permisible: 40 atm.
- Rango de Ph: 0 - 14.
- Esterilización con Vapor: 121°C.
- Esterilización con Oxidantes: Sí.
- Temperatura límite: 350 °C
- Vida Útil: 10 años.

Factibilidad económica de la propuesta de inversión

Costo de Inversión

Para este caso la firma Tech-Sep encargada de comercializar las membranas, reporta que el costo del módulo descrito anteriormente es de \$ 80 000,00. Esta cifra presenta incluido el costo del módulo de membrana, el sistema de bombeo, las tuberías (acero inoxidable), las válvulas e instrumentación, así como la instalación y asesoría técnica para el ajuste y puesta en marcha. Como la presente inversión no requiere preparación de terrenos, ni la construcción de edificaciones, ni facilidades auxiliares pues estas ya están en existencia; entonces solo será necesaria la actualización del costo porque el catálogo es vigente desde el año 1996. Por los índices actualizados para este año y con respecto al año en curso, se tiene que el costo total de la inversión asciende a \$ 108 800,00.

Costo de producción

Para estimar el costo de producción de 1 T de fructosa refinada empleando separación con membranas, se partió de la ficha de costo existente en el Departamento de Economía de la planta, a la cual se le realizaron las modificaciones necesarias para ajustarla a las condiciones de la nueva propuesta. La aplicación de esta técnica de tratamiento a los jarabes de fructosa permitirá ahorros por concepto de electricidad e insumos de importación como la tierra filtrante (Dicalite) y el carbón activado (Norit o Clarimex), que tienen procedencia mexicana. Por lo que se estima un costo de producción de 673,94 \$/T.

Cálculo del VAN

En el presente caso la nueva inversión responde al objetivo de restituir la eficiencia tecnológica a través de la disminución de los costos de producción. Es por ello que se considera como flujo de caja desde el año 1 al valor que representa el ahorro en el costo de producción para los planes futuros (1800T/año). Para el cálculo del VAN se utilizó el programa Excel, fijando una tasa de

descuento del 10 %, obteniéndose un valor de 165 329, 64. Cómo puede apreciarse es un valor positivo y significa que la inversión proporciona ingresos a la planta.

Cálculo de la TIR

La TIR es del 42 %, fue calculada igualmente en Excel. Este resultado indica que las ganancias que se originan son lo suficientes para poder hacer frente a los costos de producción.

Cálculo del PBP

Dividiendo el costo de la inversión entre las ganancias que se percibirían por esta variante de producción, que no es más que el ahorro del costo de producción extrapolado a los planes futuros de producción, se tiene que la inversión puede ser recuperada en 2,3 años.

Con el empleo de la nueva tecnología para la refinación de fructosa se alcanzan los objetivos previstos en la etapa de decoloración, pudiendo señalarse como adecuada y una alternativa al proceso de tratamiento con carbón activado. Además se concluye que con la aplicación del método de separación con membranas se presentan una serie de ventajas con respecto al método tradicional:

1. Se excluyen las etapas de mezclado y filtración que son inherentes al procedimiento actual, simplificándose extraordinariamente el esquema tecnológico.
2. Se evita la manipulación del carbón activado. Este aspecto mejora las condiciones de operación de los operadores de la unidad, quienes deben estar provistos de medios de protección para evitar la inhalación de estos polvos.
3. Implica un reducido consumo energético.
4. El sistema funciona bajo viables condiciones de operación.
5. No se encarece el producto. Se logra un ahorro del costo de producción de 26.28 \$/T, lo que representa utilidades con respecto a los planes futuros de producción.

6. Se perciben ganancias en el orden de 30 240 \$/año por prescindir del uso del carbón activado, con el consecuente ahorro por gastos de transportación de este insumo. Así como se reducen los volúmenes de almacenamiento, en este sentido.

7. Se evita el vertimiento de residuos sólidos que constituyen una carga contaminante para el medio ambiente. En las condiciones actuales la torta de tierra y carbón agotado de la etapa de filtración constituye un aspecto no resuelto.

En sentido general pueden agregarse otras ventajas de esta alternativa:

- Constituye un modo eficaz de lograr una seguridad alimentaria superior, sin afectar las características sensoriales del producto.
- Se eliminan microorganismos que tienen un efecto negativo sobre la calidad del producto, mejorando su conservación.
- El producto obtenido mantiene su funcionalidad, al no ser sometido a condiciones de desnaturalización química.
- Es una tecnología de gran flexibilidad.
- Presenta facilidades de control automático.
- Existe una amplia variedad de membranas disponibles.

Conclusiones

1. Se demostró la efectividad del uso de las técnicas de separación por membrana en la refinación de jarabes de fructosa, comprobada con la remoción de color a través de diferentes umbrales de corte y condiciones de presión en el sistema.
2. Los resultados experimentales brindaron elementos indicativos de que la membrana de 150 000 Da operando a 7 atm, es la más adecuada

para los propósitos prácticos del presente trabajo. Con estas condiciones se logra un 94 % de decoloración.

3. Para refinar fructosa de 50 °Brix se requiere un módulo Carbosep del tipo SC 37, con un costo de inversión de \$108 800,00.
4. El costo de producción con esta propuesta es inferior al que se obtiene por el procedimiento tradicional de carbón activado en 26.28 \$/T.
5. Los indicadores económicos-financieros demuestran que la inversión es factible pues se tiene un VAN positivo y una TIR mayor que la tasa de actualización empleada en los cálculos. La inversión es recuperada en un período de 2,3 años.
6. La aplicación del método de separación con membranas en la decoloración de fructosa presenta una serie de ventajas con respecto al método tradicional, por lo que puede señalarse como una tecnología alternativa al tratamiento con carbón activado.

Bibliografía

- Castellanos, J., Zamora, A., Fajardo, R. *Los procesos de separación por membranas en la industria de la caña de azúcar. Experiencias y perspectivas*, II Conferencia Internacional de Química, 2003.
- Gómez, Y., Miranda, V. "Análisis de alternativas para mejorar el proceso de purificación de Glucosa en el CAI Argentina". Universidad de Camaguey, 2003.
- Venegas, A., Martínez, J. A., Bórquez, R., *Ultrafiltration performance of Carbosep membranes for the clarification of apple juice*, Lebensmittel-Wissenschaft und-Technologie 36/4: 397-406, 2003.
- Zamora, A., *Separación con membranas como método alternativo de purificación en la empresa Ronera Central S.A*, Tesis en opción al grado científico de doctor en Ciencias Técnicas, 2006.