

Alternativas para la clarificación del jarabe de glucosa obtenido por hidrólisis enzimática del almidón

Alternatives for clarifying glucose syrup obtained by enzymatic hydrolysis of starch

Óscar Fernando Castellanos Domínguez¹, Gloria Teresa Cruz Guerrero*, Gloria González*, Andira Yesil Rentería Ayala*

RESUMEN

El presente artículo estudia algunas rutas para la separación y purificación del jarabe de glucosa obtenido por la hidrólisis enzimática del almidón de papa. El proceso de clarificación se realiza en tres etapas. La primera de ellas, la *remoción de sólidos*, se lleva a cabo con la aplicación de técnicas convencionales de separación sólido-líquido como la sedimentación, centrifugación y filtración, estudiando, además, el efecto de utilizar agentes floculantes y coagulantes, previo a las operaciones ya mencionadas. La segunda etapa, la *purificación*, se hace con la adición de agentes decolorantes y posterior ultrafiltración del jarabe. Finalmente, la *concentración*, se efectúa por evaporación al vacío. Los resultados mostraron cómo las técnicas de separación, centrifugación y sedimentación alcanzaron porcentajes de rendimiento del orden del 50%, mientras que con técnicas de filtración y ultrafiltración, se obtuvieron porcentajes del 78 y 98%, respectivamente; en la etapa de purificación se encontró, que los agentes adsorbentes como el carbón activado y las tierras diatomáceas son efectivos en la remoción de color. Con lo anterior se logró plantear finalmente la alternativa de separación más adecuada que permitió la obtención de un jarabe con características y propiedades similares al producto comercial. Se presenta además el módulo tecnológico más apropiado para llevar a cabo la operación.

PALABRAS CLAVES: Separación, Purificación, Hidrólisis, Enzimas, Remoción, Clarificación, Concentración, Almidón, Jarabe, Glucosa.

ABSTRACT

The present paper studies some routes for separating and purifying glucose syrup obtained by enzymatic hydrolysis of potato starch. The clarifying process is done in three stages. The first one (solids removal) is done by applying conventional solid-liquid separation techniques such as sedimentation, centrifugation and filtration, as well as studying the effect of using flocculant and coagulant agents, prior to the already mentioned operations. Purification is done by adding decoloring agents, followed by ultrafiltration of the syrup. The last step (concentration) is done by vacuum evaporation. The results showed that separation, centrifuging and sedimentation reached 50% yield whilst filtration and ultrafiltration achieved 78% and 98% respectively. It was found that adsorbent agents such as activated carbon and diatomaceous earth were effective in removing colour during the purification stage. The most suitable alternative for separation can be suggested from the foregoing, allowing a syrup to be obtained having similar characteristics and properties to the commercial product. The most appropriate technological module for carrying out the operation is also represented.

KEY WORDS: separation, purification, hydrolysis, enzyme, removal, clarification, concentration, starch, glucose, syrup.

Recibido: Julio 21 de 2004
Aceptado: Agosto 10 de 2004

Introducción

Aunque la tecnología enzimática no ha tenido hasta el momento mayor desarrollo, se perfila actualmente como una posible alternativa de industrialización en el país,

gracias a la disponibilidad comercial de las enzimas y a la demanda en la industria alimentaria actual. Los hidrolizados enzimáticos surgen por la necesidad de sustituir determinadas materias primas, ofreciendo productos de alta competitividad que generan diversas opciones en el mer-

¹ Basado en el proyecto de grado "Estudio de algunas rutas para la separación y purificación del jarabe de glucosa obtenido por hidrólisis enzimática del almidón", para optar al título de Ingeniero Químico de la Universidad Nacional de Colombia, que obtuvo Mención Meritoria. 2001.

² Ingeniero Químico. M.Sc. Ph.D. Profesor Asociado Facultad de Ingeniería Universidad Nacional de Colombia sede Bogotá D.C.. e-mail: ofcastellanosd@unal.edu.co

* Ingeniera Química Universidad Nacional de Colombia sede Bogotá D.C.

cado; su aplicabilidad (azúcares de mayor poder de disolución útiles para la preparación del color caramelo, dar cuerpo, acentuar los sabores a frutas y mejorar el color y las texturas), así como la existencia de un mercado potencial, son algunas de las razones por las cuales cobran una amplia importancia hoy en día (Márquez y Fernández, 1992).

Debido a que el mercado exige un jarabe sin coloración, impurezas, trazas de elementos extraños, y de alta concentración, se hace necesario realizar un control adecuado de las variables que puedan afectar los requerimientos, ya que son estas características las que determinan la calidad del producto final e influyen en su presentación. Aunque en el país se han realizado amplios estudios sobre la clarificación de jugos de caña, han sido escasos los aportes en la clarificación de jarabes de glucosa, fructosa y otros azúcares. En países como Estados Unidos las técnicas para la clarificación de hidrolizados enzimáticos se han extendido por muchos años, pasando de los procesos convencionales a técnicas modernas como los sistemas de separación por membranas, que se presentan hoy en día como un método de separación efectivo y rentable (Singh, 1999).

La separación y purificación de los productos hidrolizados puede llegar a ser el mayor factor económico en la comercialización de los bioprocesos. Aunque son pocos los documentos de estudio riguroso, hay una gran cantidad de reportes no publicados que sugieren que la separación podría representar alrededor del 75% del costo total del proceso (Ullman, 1990).

Metodología

Inicialmente se muestran las condiciones de operación para la obtención del jarabe de glucosa, y posteriormente se explican las rutas de separación y purificación empleadas, especificando los equipos y materiales utilizados, así como el manejo matemático de los datos.

1. Obtención del jarabe de glucosa

El jarabe de glucosa del cual se partió para realizar el estudio de clarificación se obtuvo por el proceso estandarizado de hidrólisis enzimática del almidón de papa, sugerido por Novo Nordisk. Las enzimas empleadas fueron la amilasa, comercialmente conocida como BAN, para el proceso de licuefacción, la glucoamilasa (AMG) y la pululanasa (Promozyme) en la sacarificación, todas ellas suministradas por Coldaenzimas. Las condiciones de operación se reportan en las tablas 1 y 2. El proceso se llevó a cabo en un reactor eléctrico de 20 L de acero inoxidable

provisto con un agitador de paletas, controladores de temperatura y velocidad de agitación. Los jarabes de glucosa obtenidos se conservaron por medio de refrigeración en un cuarto frío a 5°C.

Tabla 1. Condiciones típicas del proceso de licuefacción

Tipo de almidón	Papa
Concentración de almidón	30-40% p/v
pH	6.0-6.5
Temperatura	80-90°C
Tiempo de reacción	60-120 min
Concentración estabilizador Ca ⁺²	100-150 ppm
BAN 120L /ton almidón	1.0-1.5 kg
ρBAN	1.25g/ml

Fuente: Novo Nordisk

Tabla 2. Condiciones típicas del proceso de sacarificación

pH	4.0-4.5
Temperatura	60°C
Tiempo de reacción	48-72 h
AMG 200L / ton almidón	0.6-0.9 L
PROMOZYME 200L /ton almidón	0.3-1.2 Kg
ρ Promozyme	1.25g/ml

Fuente: Novo Nordisk

2. Separación y purificación

La Figura 1 muestra las rutas que se siguieron en la parte experimental.

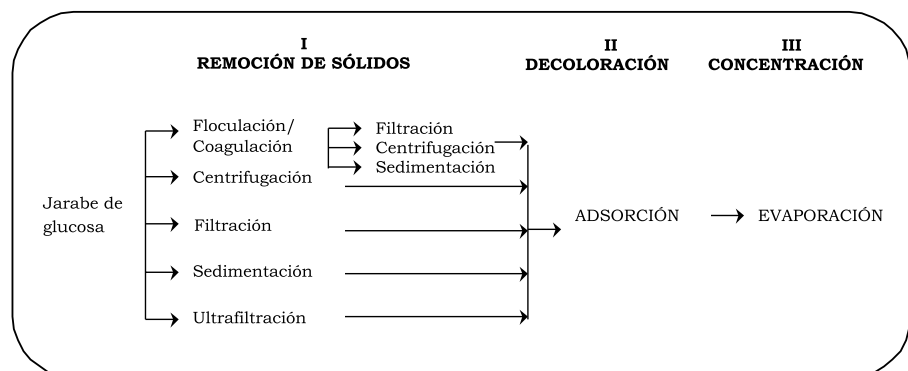


Figura 1. Rutas del trabajo experimental

En la sección inicial, correspondiente a la remoción de sólidos, se evaluó la eficiencia de cada método de separación como porcentaje de sólidos removidos, mediante los valores de turbidez reportados por los jarabes tratados y con ayuda de la expresión (1). Los valores de turbidez se determinaron en un Nefelómetro Hach 2100N, cuyo rango de

aplicación es de 0 a 4000 NTU (Nephelometric Turbidity Units) empleando celdas de 30 ml de capacidad.

$$\%RS = \left(\frac{T_i - T_f}{T_i} \right) * 100 \quad (1)$$

En donde:

%RS: Porcentaje de remoción de sólidos.

T_i : Turbidez del jarabe inicial (NTU)

T_f : Turbidez del jarabe claro (NTU)

2.1 Coagulación/ floculación

Los agentes poliméricos empleados como *coagulantes* fueron tres tipos de Poliaminas altamente catiónicas, comercialmente conocidas como Magnifloc 573 C, 575 C y 581 C, las cuales se diferencian básicamente por su peso molecular (Tabla 3). Los *floculantes* fueron Poliácridamidas aniónicas denominadas comercialmente como Superfloc, A 100, A 130 y A 130 HMW (Tabla 4).

Tabla 3. Coagulantes poliméricos

Tipo de coagulante	Peso molecular
573C (M1)	Bajo
575C (M2)	Moderado
581C (M3)	Alto

Fuente: Cyquim de Colombia.

Tabla 4. Floculantes poliméricos

Tipo de floculante	Peso molecular	Grado de carga aniónica
A100 (A1)	Alto	Baja
A130 (A2)	Alto	Alta
A130HMW (A3)	Muy alto	Alta

Fuente: Cyquim de Colombia.

Además de los polímeros antes mencionados, se utilizaron otros dos agentes de floculación: la crema de alúmina y una combinación de sulfato de aluminio, ácido fosfórico y floculante polimérico.

Para comparar la efectividad de los floculantes mencionados se empleó la centrifugación como método de separación. Los ensayos se realizaron en una centrífuga de laboratorio International, de $\frac{3}{4}$ H.P, provista de cuatro tubos con capacidad de 100 ml. que maneja velocidades desde 104 G³ (600 rpm) hasta 1.164 G (2000 rpm).

Inicialmente se determinó la combinación coagulante/ floculante más adecuada entre los polímeros suministra-

dos por Cyquim de Colombia. Para evaluar la efectividad de los agentes poliméricos, se trabajó con una matriz coagulante/floculante para las nueve combinaciones posibles, midiendo en cada caso el valor de turbidez. El esquema seguido para la evaluación de los agentes poliméricos se muestra en la Figura 2, en donde M1, M2 y M3 hace referencia a los coagulantes (ver Tabla 3), mientras A1, A2 y A3 corresponde a los floculantes (ver Tabla 4).

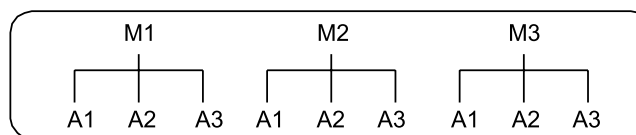


Figura 2. Experimentos agentes poliméricos.

El análisis se realizó adicionando los polímeros a la concentración media sugerida por los proveedores; es así como para los Magnifloc usados como coagulantes primarios la concentración utilizada fue de 10 mg/L, y para los Superfloc empleados como ayudantes de floculación se trabajó con 1 mg/L. Se fijó 60°C como la temperatura de adición del Magnifloc, por ser la temperatura de operación en el último paso del proceso de producción de jarabe (sacarificación).

El procedimiento consistió en tomar 60 ml. de jarabe de glucosa y calentarlos hasta 60°C, para posterior adición de la solución de Magnifloc en la concentración mencionada. Se retiró el calentamiento y luego de cinco minutos se añadió en el vórtice del jarabe agitado la concentración de Superfloc determinada. Se separó el jarabe del floc formado mediante centrifugación por 5 min a 1.164 G (2000 rpm) y finalmente se determinó la turbidez del jarabe claro y se evaluó el porcentaje de remoción de sólidos con la expresión (1).

El análisis se realizó adicionando los agentes floculantes a la concentración media sugerida por los proveedores; es así como para los Magnifloc usados como coagulantes primarios la concentración utilizada fue de 10 mg/L, y para los Superfloc empleados como ayudantes de floculación se trabajó con 1 mg/L. La concentración empleada de crema de alúmina fue de 1% p/v, y finalmente en la floculación con sulfato de aluminio, ácido fosfórico y floculante polimérico se trabajó con una relación 3:1 de iones aluminio:fósforo, partiendo de 30 ppm de iones aluminio y 5ppm de superfloc (Rundell, 1982).

Se escogió la combinación coagulante/floculante, que presentó los porcentajes de remoción más altos y los menores costos de inversión para trabajar en las etapas posteriores.

³ Factor G: Medida relativa de la velocidad de sedimentación de la partícula durante la centrifugación. Se calcula mediante la siguiente expresión: $G = w2r/g$; en donde: G: Factor adimensional, w: Velocidad de rotación en radianes [1/s], r: Distancia radial del eje de rotación a la partícula [m], g: Aceleración de la gravedad [m/s²] (Tejada, 1995).

2.2 Centrifugación

Inicialmente se realizaron ensayos a diferentes velocidades de centrifugación para observar el efecto de la fuerza centrífuga sobre la separación. La operación se llevó a cabo en una centrífuga de laboratorio, cuya distancia radial es de 11.5 cm y velocidades entre 46.26 G (600 rpm) y 1.400 G (3300 rpm), y está constituida por 10 tubos de 10 mL de capacidad. El procedimiento consistió en centrifugar 10 ml de jarabe de glucosa a 46.26 G luego de 15, 30, 45 y 60 minutos de centrifugación, registrando para cada período de tiempo el volumen de líquido claro. Posteriormente, se repitió la operación utilizando velocidades de centrifugación de 329, 937 y 1.400 G respectivamente.

Finalmente se evaluó el comportamiento del jarabe con y sin floculante bajo las mismas condiciones de centrifugación, con el fin de determinar la efectividad de este método y la influencia de los floculantes en la separación. El floculante utilizado fue el seleccionado en la etapa anterior. El estudio se realizó con una centrífuga de laboratorio International, con potencia de ¾ H.P, velocidades desde 104 G (600 rpm) hasta 1.164 G (2000 rpm) y que dispone de cuatro tubos, cada uno con capacidad de 100 mL y cuya distancia radial es de 26 cm.

Se tomaron dos muestras de jarabe de glucosa cada una de 60 ml, a una de las cuales se le adicionaron las dosis respectivas de coagulante/floculante bajo las condiciones ya mencionadas. Las muestras se centrifugaron a 291 G (1.000 rpm) por cinco minutos. Se separó el sobrenadante y se midió su turbidez. Se repitió el procedimiento anterior incrementando los tiempos en cinco minutos hasta observar valores constantes de turbidez. Para evaluar el porcentaje de remoción de sólidos, se empleó la ecuación 1.

El rendimiento se calculó como fracción de líquido claro, teniendo en cuenta el volumen del jarabe recogido luego del proceso de centrifugación (Ibarz et al, 2000):

$$R = \left(\frac{V_f}{V_i} \right) * 100 \quad (2)$$

En donde:

R: Rendimiento del proceso

Vi: Volumen de jarabe inicial (ml)

Vf: Volumen del líquido sobrenadante (ml)

2.3 Filtración

Las filtraciones se realizaron con ayuda de un sistema de filtración al vacío, consistente en un embudo Büchner acoplado a un Erlenmeyer de 1 L con desprendimiento lateral y conectado a una bomba de 220 Watt y presión de vacío de 0.02 atm. Para hacer el trabajo de laboratorio extrapolable a las condiciones reales industriales, se utili-

zaron tres lonas filtrantes de uso industrial tipo poliéster, denominadas Morris, N° 22 y N° 26, cuya tamaño de poro es 5, 3 y 2 mm, respectivamente, caracterizadas por su elevada resistencia química.

Inicialmente se evaluaron las velocidades de filtración de cada lona haciendo pasar 50 ml de jarabe de glucosa crudo a través del sistema de filtración, contabilizando el tiempo y el volumen de filtrado. Posteriormente se determinó cuál de las lonas filtrantes proporcionaba los porcentajes de remoción más altos, midiendo la turbidez a cada jarabe tratado. A este procedimiento se le llamó filtración simple.

Se estudió, además, el efecto de utilizar un sistema de filtración en serie, de manera que se evite el taponamiento inmediato de las lonas y se reduzcan los tiempos de filtración. El método consistió en hacer pasar jarabe de glucosa crudo a través de un sistema de lonas organizadas de mayor a menor tamaño de poro, comenzando por la lona Morris y finalizando con la lona 26.

Con el fin de observar el efecto de la adición de los floculantes previo a la filtración, se repitió todo el procedimiento anteriormente descrito sobre jarabe floculado con los agentes seleccionados en el estudio de floculación. Para determinar el flujo de filtrado se utilizó la relación:

$$F = \left(\frac{V}{t} \right) \quad (3)$$

En donde:

F: flujo de filtrado (ml/min)

V: Volumen de filtrado (ml)

t: Tiempo de filtración (min), (Ibarz et al., 2000).

La figura 3 presenta el esquema que se siguió en los ensayos de filtración.

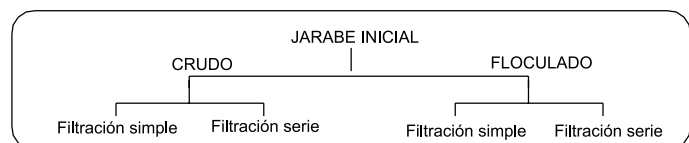


Figura 3. Esquema experimentos Filtración

El porcentaje de remoción de sólidos se determinó mediante la ecuación (1) teniendo en cuenta que la turbidez final corresponde al jarabe filtrado, y el rendimiento del proceso se calculó, con base en el volumen del jarabe recogido luego del proceso de filtración, empleando la expresión (2).

2.4 Sedimentación

Este ensayo se realizó mediante la observación y conteo de formación de líquido claro por precipitación de sólidos en el tiempo. El procedimiento se aplicó tanto a jarabe floculado como a jarabe sin flocular.

La sedimentación se efectuó a 5°C y a temperatura ambiente. En el primer caso, fue escogida teniendo en cuenta que a bajas temperaturas se previene la contaminación microbiana del producto, ya que por su composición es propenso a la fermentación, y en el segundo (temperatura ambiente) porque en caso de ser éste un método efectivo, se evitaría el uso de sistemas de refrigeración adicionales que incrementen los costos de implementación de la operación.

Se midieron las alturas de los sólidos sedimentados en el tiempo ($h=\phi t$), los volúmenes y la turbidez del jarabe claro para calcular el rendimiento del proceso y el porcentaje de remoción de sólidos (ecuaciones 1 y 2). Se evaluó además la velocidad de sedimentación como la pendiente de la gráfica $h=\phi t$ para $t=0$.

2.5 Decoloración

Los adsorbentes empleados fueron: (1) Carbón activado Clarimex Cagr-B con un área superficial de 1.050 m²/g y 30A° de diámetro de poro, (2) Bentonita sódica, con retenido del 13% por malla 200, y (3) Tierras diatomáceas Celite 520, polvo fino con un porcentaje de retención de 7-8 al pasar por malla 150, suministrados por Proquimort Ltda.

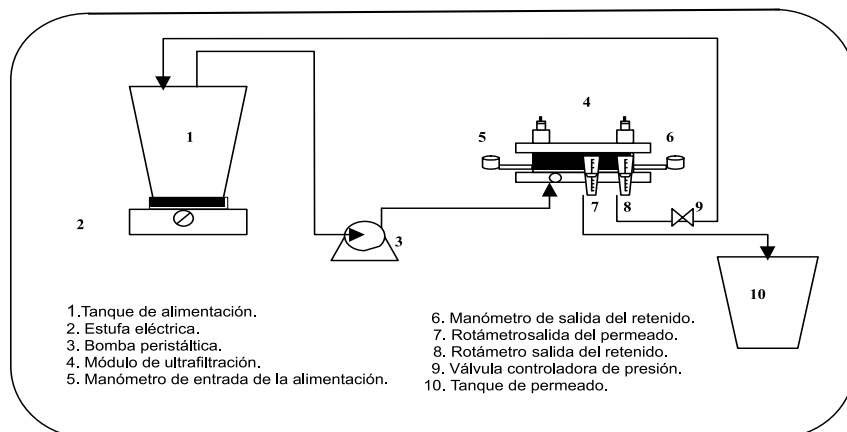


Figura 4. Esquema de ultrafiltración

El mejor agente decolorante se determinó adicionando a 50 ml de jarabe de glucosa una concentración de 1% p/v, dejándolo actuar por 15 minutos con agitación constante, tiempo de contacto suficiente para alcanzar el equilibrio (Mc. Ginnis, 1971); posteriormente se filtró el jarabe a través de un sistema que asegura la retención completa del decolorante. A los jarabes obtenidos se les midió el color, realizando valoraciones en un colorímetro Minolta, que maneja los sistemas de Hunter L,a,b y coordenadas de cromaticidad x,y.

Para determinar la concentración del agente decolorante más adecuada se repitió el mismo procedimiento anterior para el agente escogido, variando la concentración en 0.5, 1 y 2% p/v.

2.6 Ultrafiltración

La ultrafiltración se realizó en un equipo modular de hoja plana Millipore, operado en flujo tangencial con capacidad de 60 litros, provisto de dos manómetros que manejan presiones entre 1 y 6 kg/cm², y dos rotámetros instalados a la salida del permeado y del retenido; dispone además de una serie de válvulas controladoras de presión y ubicadas a la salida del retenido. El equipo periférico está constituido por una bomba de alimentación peristáltica que maneja velocidades entre 1 y 20 L/min, un tanque de alimentación de acero inoxidable con capacidad de 12 litros y una estufa eléctrica para control de la temperatura (Figura 4).

Se utilizó una membrana para ultrafiltración de celulosa Millipore Pellicon con peso molecular de corte de 10.000 Da, correspondiente a un tamaño de poro promedio de 0.001 mm y un área de 0.5 m².

Se evaluó la calidad del filtrado mediante el valor de turbidez reportado por el permeado.

2.7 Evaporación

Las pruebas de evaporación se llevaron a cabo en un rotovapor Brinkmann Buchi, operado al vacío y provisto de un balón ovalado de un litro de capacidad donde se concentra el producto, conectado a un motor que le proporciona rotación al balón. Consta además de un sistema de calentamiento eléctrico dispuesto de una olla de acero inoxidable con capacidad de ocho litros. Los vapores se recogieron en un balón de un litro, con la ayuda de un condensador de vidrio (Figura 5).

Se determinaron las concentraciones del jarabe de glucosa por refractometría a 20°C, expresadas como °Brix en un

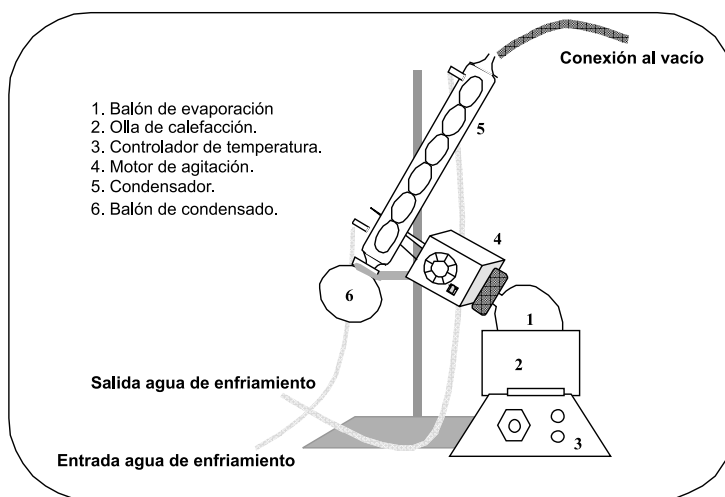


Figura 5. Equipo de concentración, Rotovapor.

refractómetro Fisher, adicionalmente se realizaron valoraciones de color en un colorímetro Minolta.

Con las pruebas de concentración se estudió el efecto de la temperatura sobre la evaporación del jarabe de glucosa producto de la ultrafiltración con previa adición de carbón activado, para seleccionar como temperatura de evaporación aquella que minimizó la aparición de colores y sabores indeseables.

En las primeras pruebas se evaluaron los tiempos de evaporación y la calidad de los jarabes concentrados, para lo cual se concentraron 200 mL de jarabe de glucosa al vacío, en un rotovapor, a diferentes temperaturas de evaporación. Las temperaturas trabajadas fueron entre 60 y 100°C con incrementos de 10°C para cada ensayo; determinando en cada caso el tiempo de estabilización del equipo, luego de lo cual se tomaron muestras de jarabe y se les evaluó el contenido de sólidos (°Brix) hasta alcanzar los 82 °Brix, concentración de sólidos de los jarabes comerciales (Habib,1999).

Resultados

1. Obtención del jarabe de glucosa

Las características del jarabe de glucosa realizadas en el reactor de 20L, fueron las siguientes: °Brix, Índice de refracción, turbidez, pH y densidad.

Tabla 5. Caracterización jarabe inicial (reactor 20L).

Propiedad	J. Glucosa
°Brix	23.5
Í. de refracción (η)	1.370
Turbidez (NTU)	727
pH	4.3
Densidad ρ (g/ml)	1.1161

2. Separación y purificación

2.1 Coagulación/floculación

Al trabajar con las diferentes combinaciones coagulante / floculante se observó que los porcentajes de sólidos removidos para todas las combinaciones de agentes poliméricos oscilan entre 96.4 y 96.8%. Es decir, que las diferentes combinaciones no presentan cambios significativos en cuanto a

Tabla 7. Costos de floculantes/Coagulantes

Tipo de floculante	Dosis	Costo/Kg	Costo/Ton jarabe	Total
Magnifloc 575C ^[1]	10 mg/L	\$2.900/Kg	\$25.98	
Superfloc A130 _{HMW} ^[1]	1 mg/L	\$8.100/Kg	\$7.26	\$33.24
Al ₂ (SO ₄) ₃ ^[2]	30 ppm (Al ³⁺)	\$1.200/Kg	\$204.28	
H ₃ PO ₄ (85%p/v) ^[2]	15 ppm (PO ₄ ⁻³)	\$15.000/Galon	\$64.63	
Superfloc A130 _{HMW} ^[1]	5 mg/L	\$8.100/Kg	\$36.29	\$305.2

porcentaje de sólidos removidos, pues varían en un rango pequeño (menor al 1%); esto no permite determinar claramente cuál de las nueve combinaciones coagulante/floculante polimérico es la más efectiva.

Se puede concluir entonces que los floculantes utilizados actuaron de forma similar, por cuanto los porcentajes de remoción en todos son superiores al 90%, por lo tanto se escogieron como criterio de selección los polímeros de menor costo y fácil adquisición, en este caso el coagulante Magnifloc 575C (M2) y el floculante Superfloc A130 HMW(A3), según lo muestra la Tabla 6.

Tabla 6. Costos de floculantes poliméricos

	TIPO	PRECIO
COAGULANTE	Magnifloc 573 C	\$4.400/Kg
	Magnifloc 575C	\$2.900/Kg
	Magnifloc 581C	\$5.400/Kg
FLOCULANTE	Superfloc A 100	\$8.850/Kg
	Superfloc A 130	\$8.100/Kg
	Superfloc A 130HMW	\$8.100/Kg

Fuente: Cyquim de Colombia.

La Figura 6 compara los porcentajes de remoción alcanzados por los tres métodos de floculación. Como se observa, la floculación con sulfato de aluminio reporta una remoción similar a la de los polímeros, mientras que la crema de alúmina presentó una remoción inferior a los otros dos procedimientos en un 10%.

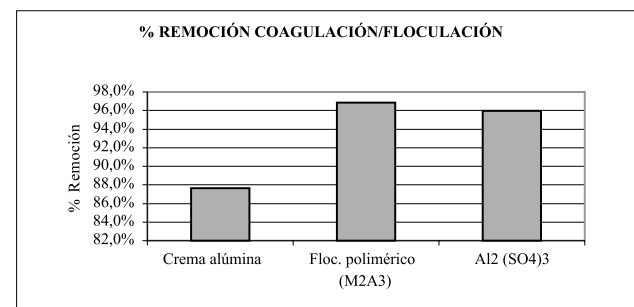


Figura 6. Comparación de las tres rutas de floculación/coagulación

Debido a que los métodos de floculación presentan porcentajes de remoción similares, en especial, al emplear floculantes poliméricos y sulfato de aluminio-acido fosfórico-poliacrilamida, se evaluaron los costos para el trata-

Fuente: Cyquim de Colombia. Produquímica.

miento de una tonelada de jarabe de glucosa, y éstos se muestran en la Tabla 7. En ella se observa como en la floculación polimérica se invierten alrededor de \$40/T jarabe, para el tratamiento con Sulfato de aluminio se requieren cerca de \$300/T jarabe.

En conclusión, se escogió como la ruta de floculación más apropiada el uso de los agentes poliméricos Magnifloc 575C y Superfloc A130HMW por ser los más eficientes en cuanto a remoción de sólidos e involucrar menores costos de inversión.

El hecho por el cual el efecto de los floculantes no fue visible, se debe al tamaño de partícula de los sólidos presentes en el jarabe, que varían en un amplio rango (entre 0.2mm y 2mm), haciendo del jarabe de glucosa una suspensión coloidal. La escasa diferencia de los porcentajes de remoción de sólidos en los procesos de floculación está influenciada más por el fenómeno de sobresaturación propio de los coloides que por las propiedades funcionales de cada floculante, es decir, que la acción del reactivo precipitante se hace más difícil dando como resultado la formación de un precipitado con un gran número de pequeñas partículas, producto de la unión de un número mínimo de átomos, iones o moléculas, que forman una partícula sólida estable (mecanismo de precipitación conocido como nucleación).

2.2 Centrifugación

La Figura 7 muestra el efecto del uso de floculantes en la centrifugación de 60 ml de jarabe con y sin floculantes a 291 G (1.000 rpm) durante 45 minutos. El efecto del floculante es notorio en los primeros diez minutos de la centrifugación, luego de lo cual los porcentajes de remoción se hacen casi iguales, llegando a ser del 98%. En los primeros cinco minutos de centrifugación, la remoción de sólidos sobre jarabe floculado es 10% más efectiva que el jarabe sin flocular (91.9 y 82.3%, respectivamente).

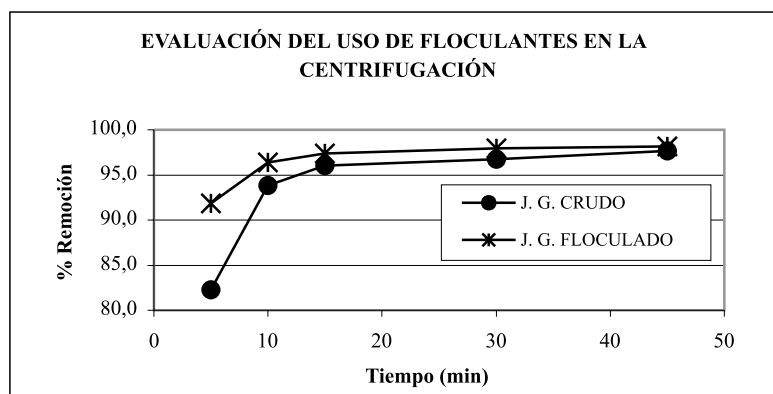


Figura 7. Evaluación del uso de floculantes en la remoción del jarabe

La fracción de líquido claro se calculó a partir de la ecuación (2), y reportó 53.33% para jarabe crudo y 58.33% para jarabe floculado.

La centrifugación no es el método de separación más adecuado para el producto, ya que aun cuando los porcentajes de remoción son altos (alrededor de 98%, como se observa en la Figura 7), no se alcanza a formar una masa compacta de precipitado, afectando de esta manera el rendimiento de la operación este comportamiento se presenta, como ya se explicó, por el fenómeno conocido como nucleación (numeral 2.1).

2.3 Filtración

Las siguientes gráficas muestran el efecto del floculante en la filtración simple sobre el porcentaje de remoción de sólidos y la velocidad de filtración.

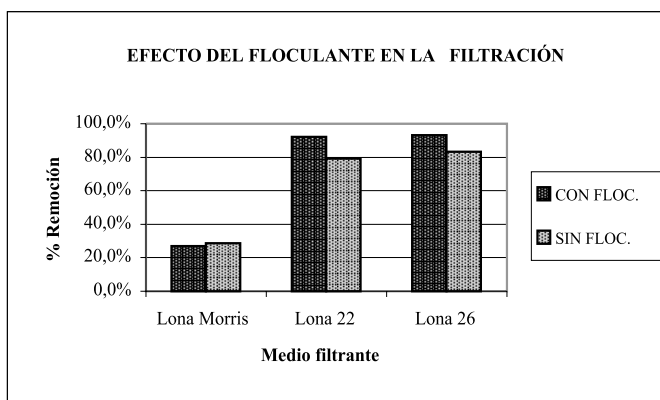


Figura 8. Efecto del floculante sobre el porcentaje de remoción en la filtración simple

En la Figura 8 se observa cómo en la filtración *simple*, tanto para jarabe floculado como para jarabe crudo, la lona 26 presenta mayor porcentaje de remoción (93.4 y 83.4%), mientras las velocidades de filtración de esta misma son menores comparadas con las lonas Morris y N° 22 (Figura 9), comportamiento lógico si se tiene en cuenta que a mayor tamaño de poro, mayor velocidad de filtración y menor porcentaje de remoción de sólidos.

Cabe destacar la diferencia presentada entre los datos reportados por la lona Morris y los de las otras dos lonas (22 y 26) (figuras 8 y 9) que, en general, presentan porcentajes de remoción y velocidades de filtración similares o del mismo orden. La primera solo retiene una fracción pequeña de sólidos del jarabe, mientras las lonas 22 y 26 retienen un porcentaje mucho mayor de los sólidos presentes, es decir, que la mayoría del jarabe está constituido por partículas de tamaño pequeño, menores de 5µm.

En cuanto a la filtración en *serie*, los resultados dejan ver como esta alternativa de filtración reduce notoriamente los tiempos de filtración, incrementando el flujo de filtrado (Figura 10), gracias a que el paso de jarabe por una lona cada vez más apretada va dejando sólidos de mayor tamaño retenidos en la lona anterior, disminuyendo de esta manera el efecto de la resistencia de la torta y facilitando que el jarabe fluya más rápido. Siempre

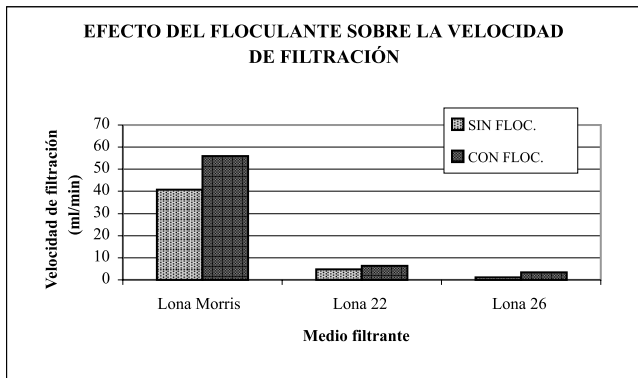


Figura 9. Efecto del floculante sobre la velocidad en la filtración simple

se presenta la formación de una precapa de partículas sólidas propias de sistemas de filtración de flujo normal, que actúa como un prefiltro mejorando de esta manera la remoción de sólidos.

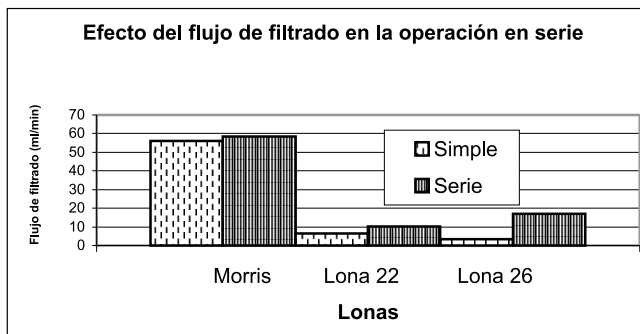


Figura 10. Efecto del flujo de filtrado en la operación en serie

En general, se puede observar cómo el uso de floculantes tiende a aumentar los porcentajes de remoción y disminuir las velocidades de filtración; como ya se explicó, este efecto no es tan notorio porque la floculación/coagulación del jarabe no está siendo 100% efectiva y se ve alterada por el fenómeno conocido como *sobresaturación relativa*, el cual impide la formación de un precipitado sólido cristalino de fácil separación.

Los rendimientos en la filtración se pueden considerar buenos (del orden del 85%); en general las pérdidas en los procesos de filtración son bajos, lo que hace que estas técnicas sean apropiadas en la industria.

Aun cuando los porcentajes de remoción reportados por este método de separación aparentemente son buenos, la evaluación sensorial de los jarabes tratados no corrobora esta información. Es decir, visualmente los jarabes presentan una coloración blancuzca y aspecto turbio, pues las partículas de las suspensiones coloidales como el jarabe de glucosa no son fácilmente filtrables y para atraparlas el tamaño del poro del medio de filtración debe ser

más pequeño que el presentado por las lonas empleadas para los ensayos.

2.4 Sedimentación

La Figura 11 muestra la variación de las alturas de sedimentación para jarabes crudo y floculado, luego de 12 horas de sedimentación a 5 y 25°C. Se partió de 500 ml de jarabe crudo y floculado, con una turbidez inicial de 727 NTU.

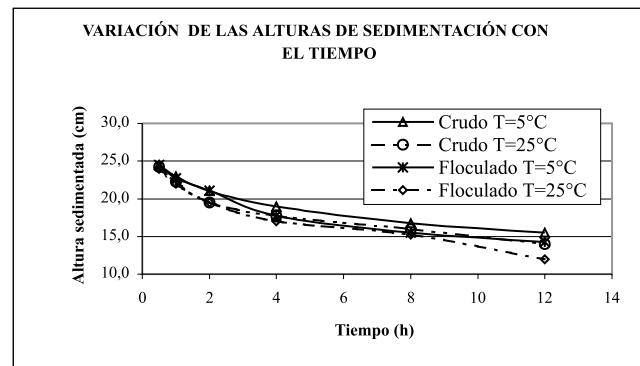


Figura 11. Variación de las alturas de sedimentación con el tiempo.

Por medio de los datos de altura reportados en la figura anterior, se determinaron los valores de velocidad de sedimentación inicial, mediante la pendiente negativa de las curvas $h = \phi t$ para $t=0$. Para calcular la pendiente de las curvas se tomaron los dos primeros datos reportados en la figura, correspondientes a los tiempos de 0.5 y 1 h. Los rendimientos se evaluaron al cabo de las doce horas de sedimentación a partir del volumen claro obtenido, con ayuda de la ecuación (1). Los resultados se muestran en la Tabla 8.

Tabla 8. Velocidades de sedimentación

Tipo de jarabe	Temperatura (°C)	Velocidad de sedimentación (cm/h)	Rendimiento (%)
Crudo	25	3.0	44
	5	4.0	38
Floculado	25	3.5	52
	5	4.0	43

La Figura 12 presenta los porcentajes de remoción alcanzados por los jarabes crudo y floculado luego de 12 horas de sedimentación. Como se observa, se alcanzan porcentajes del 80% tanto para los jarabes crudos como para los jarabes floculados, mientras los rendimientos de sedimentación presentan porcentajes inferiores al 50%, siendo ligeramente superiores para jarabes floculados a 25°C.

Lo anterior se explica si se tiene en cuenta que el tamaño de partícula en el jarabe de glucosa crudo es pequeño (entre 0.001–1µm), por lo que presenta una baja tendencia a sedimentar aun cuando se añaden reactivos precipitantes, reflejado además en las bajas velocidades

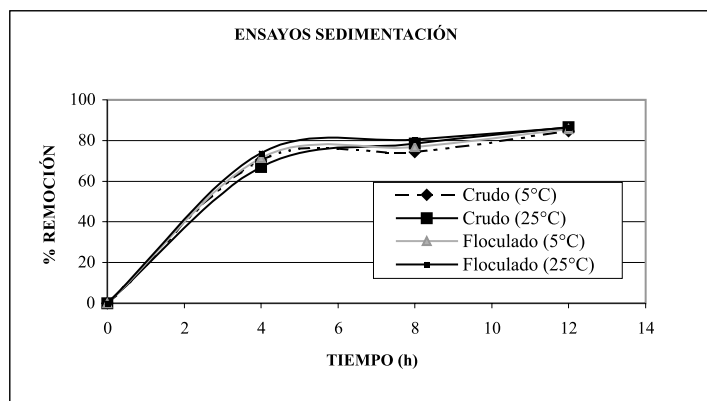


Figura 12. % Remoción en la sedimentación.

de sedimentación alcanzadas y reportadas en la Tabla 8. A bajas temperaturas y en el intervalo de operación trabajado (5°C a 25°C) los cambios en la viscosidad del jarabe no son significativos, por cuanto el jarabe inicial del cual se parte es muy diluido, lo que hace que las curvas de 5 y 25°C no difieran considerablemente.

Aun cuando se obtienen porcentajes de remoción relativamente altos (del orden del 80%), la eficiencia y velocidad de sedimentación del proceso son muy bajas (<4cm/h y <50% respectivamente), por lo tanto esta técnica de separación no es la más adecuada.

2.5 Decoloración

La siguiente tabla reporta los datos de color obtenidos luego de adicionar cada uno de los decolorantes en concentración 1% p/v y filtrar el jarabe a través de una membrana de microfiltración de 1µm de tamaño de poro, seguida de una ultrafiltración de 0.001 µm.

La Tabla 9 presenta los valores de ΔE, para cada una de las muestras de jarabe con la adición previa del decolorante. Estos ΔE representan diferencias de color total entre el blanco y la muestra a evaluar; el blanco es agua destilada, por ser un líquido claro y transparente. Valores de ΔE menores que 1 se consideran registros aceptables, es decir, que son imperceptibles las diferencias de color entre el blanco y la muestra. El color se expresó siguiendo el sistema de coordenadas Hunter L.a.b, puesto que a diferencia de las coordenadas de

chromaticidad xy, éste permite la determinación cuantitativa de las muestras evaluadas.

La Tabla 9 muestra cómo los valores de ΔE para los jarabes tratados con carbón activado y tierras diatomáceas son los más bajos, indicando así su efectividad en la remoción de color. A continuación se presentan los resultados correspondientes a la evaluación de la concentración mínima de adsorbente requerida para la decoloración del jarabe (Figura 13). Como se observa, la concentración mínima requerida para la decoloración del jarabe, es de 1%p/v, tanto para tierras diatomáceas como para carbón activado, concentración que reporta valores de ΔE menores que 1.

Debido a que las diferencias entre el uso de tierras diatomáceas y carbón activado en la decoloración no son notorias, se tuvo en cuenta en la selección del adsorbente, su costo y su aplicabilidad según la técnica de filtración escogida en la separación.

2.6 Ultrafiltración

Luego de la ultrafiltración el valor de turbiedad reportado por el permeado fue de: 0.202 NTU. Este valor de turbidez indica un porcentaje de remoción de sólidos del 99.96% sobre el jarabe original cuya turbidez fue de 727 NTU. Esto se explica si se tiene en cuenta que la membrana de ultrafiltración trabajada retiene partículas hasta de 0.001mm de diámetro.

2.7 Evaporación

La Figura 14 presenta la curva de evaporación a las diferentes temperaturas de operación. Como se observa, el comportamiento de todas las curvas es similar. La concentración máxima a partir de la cual la velocidad de concentración disminuye es de 80°Brix. A partir de esta concentración, la solución de jarabe ya se ha saturado, por lo que es mínimo el retiro de agua.

Los porcentajes de agua removidos en general son altos (85%), debido a que la solución de jarabe de la cual se parte es diluida y además la concentración que se debe alcanzar es bastante alta (82°Brix). Estos resultados podrían afectar la rentabilidad del proceso por cuanto los volúmenes de jarabe concentrado que se obtienen son muy bajos comparados con la carga inicial.

Tabla 9. Evaluación de los adsorbentes

Tipo de jarabe	L	a	b	ΔE*
Crudo	55.21	0.82	8.14	4.53
Tierras diatomáceas	55.68	-0.15	2.91	0.84
Carbón activado	55.84	0.21	4.02	0.48
Bentonitas activadas	55.27	0.71	6.18	2.63
Blanco (agua)	55.73	-0.17	3.75	

*ΔE=[(Δa)²+(Δb)²+(ΔL)²]¹/², Δa = a muestra - a blanco, Δb = b muestra - b blanco y ΔL = L muestra - L

Tabla 10. Evaluación general de las técnicas de separación.

CARACTERÍSTICA	FILTRACIÓN	CENTRIFUGACIÓN	SEDIMENTACIÓN	ULTRAFILTRACIÓN
Porcentaje de remoción	Muy bueno	Excelente	Muy bueno	Excelente
Rendimiento del proceso	Bueno	Regular	Regular	Excelente
Costo de operación	Moderado	Alto	Bajo	Muy alto
Calidad del producto	Opaco	Claro	Opaco	Traslúcido
Tiempos de operación	Bajos	Bajos	Altos	Medios

Visualmente, los jarabes obtenidos a temperaturas de concentración superiores a 70°C presentaron en general mayor coloración, por lo que se escogió trabajar a 70°C, por proporcionar además los tiempos de evaporación más bajos. Esta formación de color se debe a las altas temperaturas de operación trabajadas, que favorecen las reacciones de pardeamiento no enzimático.

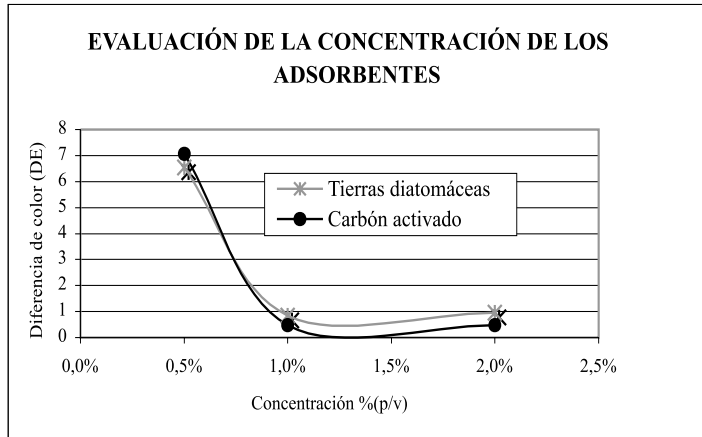


Figura 13. Evaluación de la concentración de los decolorantes

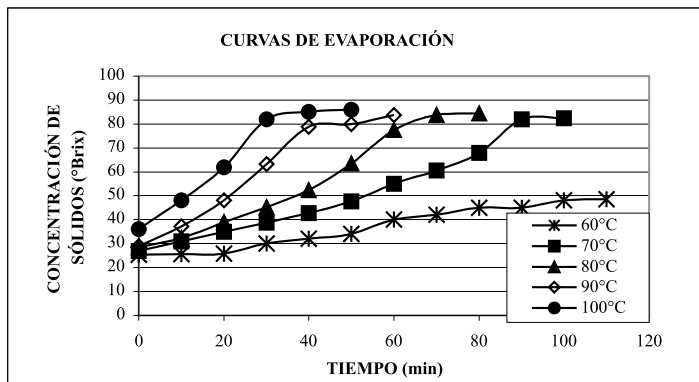


Figura 14. Curva de Evaporación

Luego de graficar los resultados de color en el diagrama de cromaticidad (Figura 15), se observa que todas las muestras caen dentro de la región correspondiente a la zona amarillo-verde de muy baja saturación, y muy cercanas del blanco.

3. Elección de la ruta de purificación

A continuación, se presenta la tabla 10 que muestra las ventajas y desventajas de las operaciones de remoción de sólidos trabajadas en el laboratorio. En donde excelente equivalen a porcentajes de 90 a 100%, muy bueno: 80 a 90%, bueno: 60 a 80% y regular: menores que 60%.

La Tabla 11 resume los resultados obtenidos a partir del trabajo experimental, en donde se especifican los porcentajes de remoción de sólidos y rendimientos en las operaciones de remoción de sólidos y las condiciones en las etapas de decoloración y evaporación.

La alternativa de separación propuesta consiste entonces, en una filtración convencional, complementada con la utilización de ayudantes de filtración como el carbón activado, para posterior ultrafiltración y concentración del jarabe. De los ensayos trabajados a nivel laboratorio se encontró que la ruta de purificación más efectiva que proporcionó el jarabe de glucosa con la turbidez y color más bajos fue la siguiente:

Tabla 11. Resultados obtenidos del trabajo experimental.

Operación	Resultados	
	Remoción %	Rendimiento %
Filtración	89.1%	78.0%
Centrifugación	97.7%	53.3%
Sedimentación	86.5%	44.0%
Ultrafiltración	99.9%	100%
Decoloración	Carbón activado Tiempo de contacto: Temperatura:	1% p/v 15 min. 60°C.
Evaporación	Temperatura: Presión vacío:	< 70°C 0.02 atm.

(1) Adicionar carbón activado, en concentración de 1% p/v a 60°C, al jarabe crudo.

(2) Filtrar el jarabe de glucosa a través de medios filtrantes con tamaños de poro de 1 mm.
 (3) Pasar el jarabe claro a través de un sistema de ultrafiltración con una membrana con tamaño mínimo de poro de 0.001 mm.
 (4) Concentrar el jarabe al vacío, utilizando como tempe-

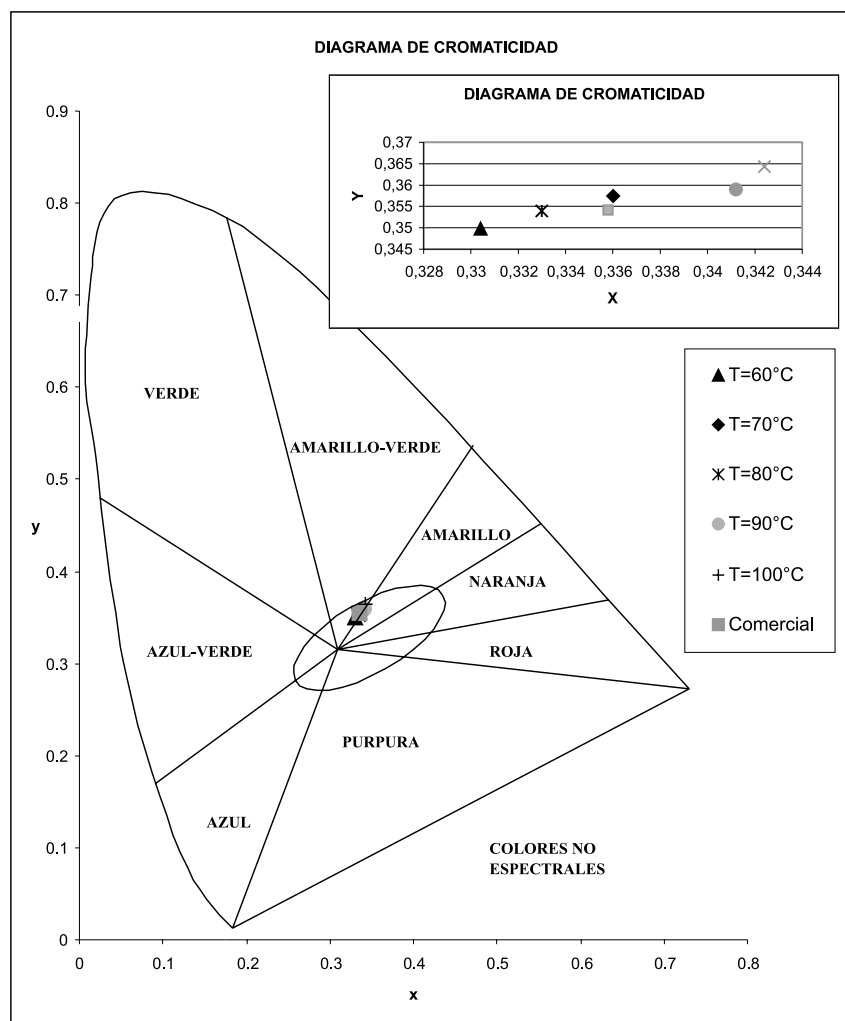


Figura 15. Diagrama de Cromaticidad para las muestras concentradas

Tabla 12. Caracterización producto final.

Propiedad	Muestra comercial ^[1]	Norma técnica	Producto final
Densidad	1.41 – 1.44	1.39 – 1.44	1.42
Equivalente dextrosa	36 – 38	24 – 70	35
Humedad	16 – 21	15 – 22.5	16.02
pH	4.8 – 5.2	4.5 – 5.8	4.0 – 4.2
Color	<35 RBU		
°Brix	80		80
Índice de refracción	1.497 – 1.507		1.49
% Cenizas	-	0.05 – 0.5	0.28
Turbidez	Negativo	Negativo	Negativo
Almidón	Negativo	Negativo	Negativo
°Bé	43 – 45	41 - 45	42.89

[1] Proporcionada por CIMPA LTDA.

ratura máxima de operación 70°C.

La Tabla 12 presenta la caracterización del producto obtenido a partir de la ruta descrita anteriormente.

Como se observa en la tabla anterior, el producto obtenido cumple con los requerimientos exigidos por la Norma Técnica Colombiana, lo que lo hace competitivo en cuanto a calidad en el mercado nacional.

Los requerimientos microbiológicos máximos para el producto comercial, según Industrias del Maíz S.A., son: Recuento total (ufc/gr): 400.0, Hongos y levaduras (ufc/gr): 50.0, B. coliformes (nmp/gr): <3.0, E.coli y salmonella: negativo. Teniendo en cuenta que las membranas utilizadas en la etapa de purificación son de 0.001mm de tamaño de poro, se asegura la completa retención de microorganismos con lo que se certifica que el producto cumple satisfactoriamente con los requerimientos microbiológicos y puede ser empleado en la industria farmacéutica.

La Figura 16 muestra la ruta seleccionada para realizar la separación y purificación del jarabe de glucosa.

Con ayuda del trabajo experimental se seleccionaron los equipos más adecuados para llevar a cabo las operaciones de separación y purificación de 1.168 kg/día de jarabe de glucosa, correspondiente al 15% de la demanda insatisfecha para el año 2005 (González y Castellanos, 2000).

La materia prima requerida para el proceso corresponde al carbón activado, agente adsorbente empleado en el proceso de decoloración del jarabe crudo. El costo de 1 kilo de carbón activado es de \$2.500 (Proquimort Ltda.). Al año, la operación consume un total de tres toneladas de carbón activado, que equivale a \$6'803.885 (US\$ 2.958.2).

La operación se realiza con una inversión en equipos de US\$ 41.371.17 y material decolorante de US\$ 2.958.2, para un total de **US\$ 44.329.4**, presupuesto de clarificación requerido para la producción de 257.1 toneladas al año de producto terminado, que corresponde al 15% de la demanda insatisfecha para el año 2005.

Tabla 13. Equipos para la separación y purificación del jarabe de glucosa

Operación	Equipo	Descripción
Decoloración	Tanque de mezcla	Con capacidad de 4.7 m ³ , longitud del cilindro 2.700 mm, diámetro 1.800 mm, agitador tipo turbina accionado por un motor reductor de 4.5 kw x 540 rpm y un juego de paletas rompeolas. Materiales del equipo inoxidable SS 304 x 3/16" de espesor (US\$ 11.358.72).
Filtración	Cartuchos de filtración	Carcaza en acero inoxidable 304, para cinco cartuchos de filtración de 10" de longitud, el cartucho Polygard CR en polipropileno, de 1 micra y 10" de longitud (US\$ 2.462.45).
Ultrafiltración	Sistema de ultrafiltración	Cartucho Millipore Tipo Hellicon de 10.000 daltons de tamaño molecular, con 50 pie ² de área filtrante y membrana en celulosa regenerada de alto flujo y baja adsorción de proteínas, la carcaza en acero inoxidable 316 con conexiones sanitarias tipo T-line, una bomba de alto flujo tipo Rotatory Lobe regulada, que maneja entre 5 y 20 galones por minuto y un controlador de velocidad para bombas de alto flujo con autocontrol para apague automático (US\$ 17.115.8).
Concentración	Evaporador	Dos evaporadores de película descendente, sin recirculación de 3.6 m ² cada uno (US\$8.995).

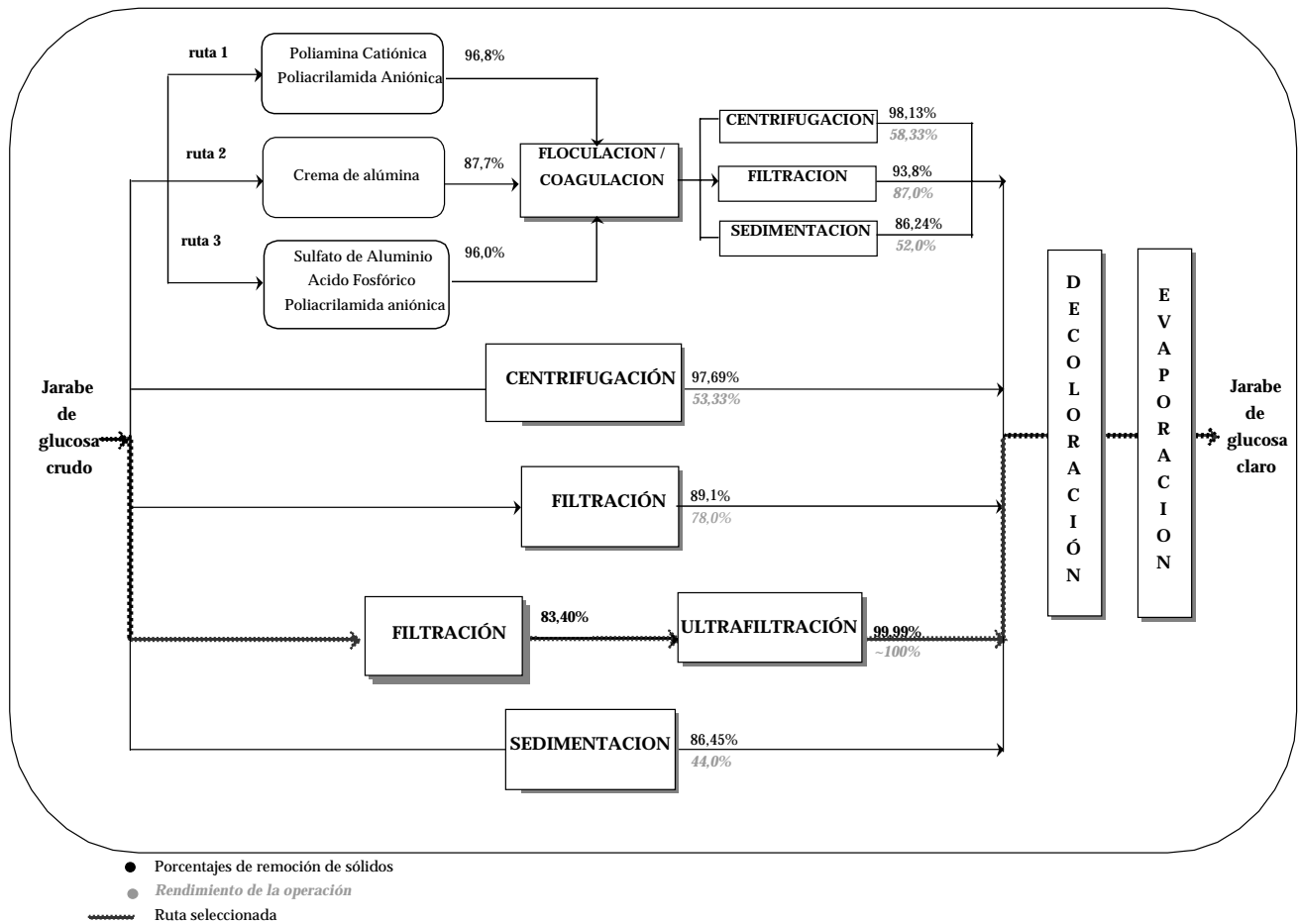


Figura 16. Resultados generales de la ruta experimental .

Conclusiones

- En el desarrollo del trabajo experimental se encontró que las operaciones de *centrifugación* y *sedimentación*, aunque generan jarabes claros presentan rendimientos de proceso muy bajos (53 y 44%, respectivamente), debidos principalmente a la producción de precipitados no compactos. Adicionalmente, las velocidades de sedimentación del jarabe, del orden de 4cm/h (1×10^{-3} cm/s) se consideran demasiado bajas para la aplicación industrial, que maneja velocidades superiores a 5 cm/s.
- El trabajar con un tratamiento químico previo (consistente en la utilización de *coagulantes/floculantes* para aglomerar estas partículas y permitir la formación de un floc de mayor peso molecular que facilitara la separación), no fue tan efectivo en la remoción de sólidos, debido al mecanismo conocido como nucleación, consistente en la formación de precipitados con un gran número de partículas muy finas. Sin embargo, los resultados mostraron cómo el rendimiento en las técnicas de separación se favorece en aproximadamente un 10% cuando se emplean agentes floculantes previo a la operación.
- La *filtración* reportó los rendimientos de separación más altos (87 y 78% para la operación con y sin floculante, respectivamente); además proporcionó porcentajes de remoción buenos (89%) y una alta calidad del producto.
- Fue necesario adicionar *agentes adsorbentes* al jarabe crudo para eliminar los compuestos coloreados que se forman debido a las condiciones de temperatura del proceso enzimático de producción de jarabe de glucosa. A nivel experimental se encontró que el uso de carbón activado en concentración del 1% p/v, a 60°C y durante 15 minutos, remueve la totalidad del color presente en el jarabe.
- La *ultrafiltración* tangencial fue el método de separación, que aseguró la retención total de partículas coloidales que proporcionan turbidez al producto final. Esta técnica permitió obtener un jarabe traslúcido, con brillo y sin turbidez (0.02 NTU). Los rendimientos del proceso fueron además más altos que los proporcionados por las filtraciones convencionales (~100%).
- La *concentración* se llevó a cabo a temperaturas menores de 70°C, y vacío (0.02 atm), condiciones tales que evitaban la formación de colores y sabores indeseables que deterioran la calidad del producto final.
- Mediante confrontación experimental se seleccionó como alternativa de separación y purificación más adecuada aquella que comprende los siguientes pasos: (1) decoloración con carbón activado, (2) filtración normal que remueve las partículas sólidas de mayor tamaño presentes en el jarabe crudo, así como el material adsorbente, (3) purificación en un sistema de ultrafiltración tangencial, y (4) evaporación hasta la concentración exigida en el mercado (80°Brix).
- Las condiciones de operación bajo las cuales se obtuvo el jarabe fueron: carbón activado en concentración de 1%p/v, temperatura de 60°C y tiempo de contacto mínimo de 15 minutos, membrana de microfiltración con tamaño de poro de una micra, membrana de ultrafiltración de 0.001 micras y temperaturas de evaporación menores de 70°C y vacío.
- Aunque la ruta escogida es una buena posibilidad de ser implementada a escala industrial, el presente artículo ofrece suficiente información sobre otras rutas apropiadas que no pueden ser descartadas como posibles alternativas de separación.
- El jarabe obtenido bajo las etapas y condiciones de separación y purificación propuestas presentó valores de densidad, equivalente de dextrosa, humedad y pH, dentro de los rangos exigidos por la Norma Técnica Colombiana y el producto comercial, lo que hace de esta alternativa de separación una buena opción para ser escalada industrialmente.
- Se diseñó el módulo tecnológico para realizar la separación y purificación del jarabe de glucosa que incluyó condiciones de operación, balances de materia y especificaciones de los equipos (características, dimensiones y costos).
- Los indicadores de costos se determinaron a partir del volumen de producción estimado para cubrir el 15% de la demanda insatisfecha de jarabe de glucosa para el año 2005 y teniendo en cuenta además los equipos y materias primas que a escala industrial realizan las operaciones descritas. Este estudio arrojó una inversión inicial de US\$ 41.371.17 en equipos y US\$ 2.958.2/año en materias primas, para un total de US\$ 44.329.4.
- A través de esta investigación se logró estudiar la implementación de tecnología adecuada para la clarificación de hidrolizados enzimáticos como el jarabe de glucosa, generando un producto de alta calidad. El desarrollo de técnicas como la micro y ultrafiltración, se presentaron como unas excelentes alternativas de purificación, que se están abriendo mercado en la industria actual y cuyos costos de implementación son razonables para medianas y grandes empresas.

Bibliografía

1. Cruz, G., Rentería, A., "Estudio de algunas rutas para la separación y purificación del jarabe de glucosa obtenido por hidrólisis enzimática del almidón", Proyecto de grado para optar al título de ingeniero químico, Universidad Nacional de Colombia, Bogotá, 2001.
2. Cyquim de Colombia, Cytec industries Inc. Water Treating Chemicals. 2000.
3. Equiacero Ltda. Compañía Industrial Equipos Inoxidables, Bogotá, 2001.
4. González, G. y Castellanos O., "Incidencia del análisis de mercados en el desarrollo de la ingeniería de enzimas en Colombia. Caso hidrólisis enzimática del almidón", *Ingeniería y Sociedad*, edición No. 6, Universidad Nacional de Colombia, Bogotá, 2000.
5. Habib Arkady Limited. Habib Group of Industries. arkady@habibgroup.com. Pakistán, 1999.
6. Ibarz, A.; Barbosa, G.; Garza, S. y Gimeno, V., *Métodos experimentales en la ingeniería alimentaria*, Editorial Acribia, S.A., Zaragoza, 2000.
7. Imsa. Productos derivados del maíz. www.imsa.com.mx. 2001.
8. Industrias del maíz, S.A. Corn Products International. Cali, 1996.
9. Márquez, M. y Fernández, V., *Los hidrolizados enzimáticos de alimentos y su aplicación en la industria alimentaria. Alimentación equipos y tecnología*, Madrid, 1992.
10. Mc. Ginnis, R., *Beet Sugar Technology*, Reinhold Publishing Corporation, New York, 1971.
11. Millipore Corporation, www.millipore.com. 2000.
12. Normas Usp 23 NF 18, The United States Pharmacopeia Convention, INC. The National Formulary, 1995.
13. Novo Nordisk A/S, B 248c-GB 1000, abril 1995.
14. Novo Nordisk A/S, B 552f-GB, junio 1997.
15. Peri, C, Riva, M, y Decio. P., "Crossflow Membrane Filtration of Wines: Comparison of Performance of Ultrafiltration, Microfiltration, and Intermediate Cut-Off Membranes", en *Am.J.Enoi.Vític.*, vol. 39, N° 2, 1988.
16. RAR. Refinerías de Azúcar Reunidas S.A. *Sugar decolorization*, Portugal. 1999.
17. Rundell, J., Pottage, P. y Ronald, J., *U.S Patent 4,345,947. Clarification of Glucose Syrups*, Aug 1982.
18. Singh, N., "International Congress on Membranes and Membrane Processes", Toronto, Canada, 1999.
19. Singh, N., "Microfiltration of corn starch hidrolysate using ceramic membranes", Ph.D. Thesis, University of Illinois UMI Catalog 9812774, 1999.
20. Skoog, D., *Química Analítica*, Editorial McGraw-Hill. Sexta edición, México, 1995.
21. Tejada, A.; Montesinos, R. y Guzmán, R., *Bioseparaciones*, Editorial Unison. México, 1995.
22. Ullman, F., *Enciclopedia de Química Industrial*, Gustavo Hill, Barcelona, 1990.