

**ESTUDIO DE LA DESTILACIÓN CON MEMBRANAS AL VACÍO Y CON GAS DE  
ARRASTRE PARA LA CONCENTRACIÓN DE HIDROLIZADOS DE ALMIDÓN  
DE YUCA**

**KENDRY XIMENA CALDERÓN MURCIA  
LINA PAOLA SÁNCHEZ PRADA**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER  
FACULTAD DE INGENIERÍAS FISCOQUÍMICAS  
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA  
BUCARAMANGA  
2015**

**ESTUDIO DE LA DESTILACIÓN CON MEMBRANAS AL VACÍO Y CON GAS DE  
ARRASTRE PARA LA CONCENTRACIÓN DE HIDROLIZADOS DE ALMIDÓN  
DE YUCA**

**KENDRY XIMENA CALDERÓN MURCIA  
LINA PAOLA SÁNCHEZ PRADA**

**Trabajo de grado presentado como requisito para optar por el título de  
Ingeniero Químico**

**Director**

**Prof. CARLOS JESÚS MUVDI NOVA Ph.D., Msc.**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER  
FACULTAD DE INGENIERÍAS FÍSICOQUÍMICAS  
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA  
BUCARAMANGA**

**2015**

*Primeramente al dueño de mi vida, el Señor Jesús, gracias por brindarme salud, vida y la oportunidad de ir cumpliendo mis sueños al transcurrir de los años, siempre me has dado mucho más de lo que merezco.*

*A mis padres Patricia y Gerson, por su apoyo incondicional, sus consejos, desvelos, motivaciones y en especial por sus enseñanzas basadas en principios y valores cristianos.*

*A Johan, por ser más que mi esposo, mi amigo y confidente, gracias por tus palabras de aliento en los momentos que fueron difíciles y por tu valiosa ayuda.*

*A mi familia, por el apoyo que siempre me brindaron día a día en el transcurso de mi carrera.*

*A Lina por compartir juntas este gran logro, te convertiste en una gran amiga.*

*A mis amigos, en especial a mis primíparos graduados, gracias por el apoyo que me brindaron en cada momento de nuestra vida universitaria.*

*Y finalmente Santiago Vallecilla Calderón, hijo fuiste, eres y serás siempre mi más grande orgullo y motivación para superarme como persona y como madre cada día más, llegaste cuando menos te buscaba pero cuando más te necesitaba, te amo príncipe.*

*Deléitate asimismo en Jehová y él te concederá los deseos de tu corazón. Salmos 37:4*

*Xímena Calderón Murcia*

*Quiero agradecer primeramente a Dios por ser mi guía todos estos años, por llenar mi vida de amor y sobre todo por darme siempre más de lo que merezco.*

*A mi papá Pablo por creer y confiar en mí, por brindarme lo mejor de él, por su dedicación, por nunca rendirse y esforzarse para ayudarme a cumplir mis sueños, te amo.*

*A mis hermanas Ailyn y Paula, a ellas por llenar mi vida de momentos felices, de enseñanzas, de aventuras y de amor incondicional.*

*A mi maravillosa familia, a cada uno de ellos por aportar a mi vida los mejores momentos, y los más lindos recuerdos. Especialmente a mi Nona, y a mis tías quienes estuvieron siempre en los momentos difíciles.*

*A William y Ximena quienes se convirtieron en mi familia durante este camino de estudio, gracias por entenderme y apoyarme cuando más lo necesite.*

*A todos mis compañeros de la Universidad, con quienes compartí momentos de estudio, de diversión y amistad.*

*Por último quiero dedicar este triunfo a mi mamá, mi angelito en el cielo, la que con mucho amor inculcó en mí valores que nunca se borrarán. Siempre estarás en mi corazón.*

*Lina Paola Sánchez Prada.*

## **AGRADECIMIENTOS**

A la **Universidad Industrial de Santander** y a la **Escuela de Ingeniería Química**, por la formación personal y académica brindada a lo largo de la carrera profesional.

A **Colciencias** y a la empresa **Promitec SANTANDER S.A.S**, por la financiación de este trabajo que hace parte del proyecto titulado “Estudio de la destilación con membranas al vacío y con gas de arrastre para la concentración de hidrolizados de almidón de yuca” código 1102-5022-7720.

Al **Prof. Carlos Jesús Muvdi Nova Msc., Ph.D.**, por su confianza, enseñanzas, paciencia y constante apoyo durante el desarrollo de esta investigación.

Al **Centro de Investigaciones en Ciencia y Tecnología de Alimentos CICTA**, por prestarnos sus instalaciones para el desarrollo de las pruebas experimentales y a todos los integrantes del mismo por su valiosa ayuda.

A nuestros **Familiares y amigos**, ya que sin su constante apoyo y confianza este logro alcanzado no hubiese sido realidad.

## TABLA DE CONTENIDO

INTRODUCCIÓN .....	18
1. METODOLOGÍA .....	24
1.1. ESTUDIO DE LA INFLUENCIA DE LAS VARIABLES DE OPERACIÓN .....	24
1.2. PLANTEAMIENTO DEL MODELO MATEMÁTICO .....	26
1.3. ANÁLISIS COMPARATIVO ENTRE LA DM Y OTRAS TÉCNICAS NO CONVENCIONALES .....	27
2. ANÁLISIS DE RESULTADOS.....	29
2.1. ANÁLISIS DE LA INFLUENCIA DE LAS VARIABLES DE OPERACIÓN SOBRE EL FLUX DE PERMEADO UTILIZANDO LA TÉCNICA DE DESTILACIÓN CON MEMBRANAS CON GAS DE ARRASTRE (SGMD).....	29
2.2. ANÁLISIS DE INFLUENCIA DE LAS VARIABLES DE OPERACIÓN SOBRE EL FLUX DE PERMEADO UTILIZANDO LA TÉCNICA DE DESTILACIÓN CON MEMBRANAS AL VACÍO (VMD).....	32
2.3. PLANTEAMIENTO DE UN MODELO MATEMÁTICO PARA LA PREDICCIÓN DE LAS VARIABLES DE SALIDA.....	35
2.4. ANÁLISIS COMPARATIVO ENTRE LA DESTILACIÓN CON MEMBRANAS CON OTRAS TÉCNICAS DE SEPARACIÓN .....	43
3. CONCLUSIONES .....	45
4. RECOMENDACIONES .....	46
BIBLIOGRAFÍA.....	47
ANEXOS.....	50

## LISTA DE FIGURAS

	Pág.
Figura 1. VMD y SGMD.. .....	20
Figura 2. Metodología utilizada para llevar a cabo la investigación. ....	24
Figura 3. Piloto de destilación con membranas. ....	27
Figura 4. Perfil de flux experimental en la técnica de destilación con membranas con gas de arrastre para $[ ]i=20$ °Brix, flujo de aire de arrastre= $3,3 \text{ m}^3/\text{min}$ , diferentes temperaturas y caudales de alimentación. ....	29
Figura 5. Perfil de Concentración en la técnica de destilación con membranas con gas de arrastre para $[ ]i=20$ °Brix, flujo de aire de arrastre= $3,3\text{m}^3/\text{min}$ , diferentes temperaturas y caudales de alimentación.....	31
Figura 6. Factores de concentración para diferentes caudales de alimentación, temperaturas de operación y concentración inicial. a) Alimentación a 10 °Brix b) Alimentación a 20 °Brix.....	32
Figura 7. Perfil de flux experimental en la técnica de destilación con membranas al vacío para $[ ]i=20$ °Brix, con una presión de vacío 0,1 atm, diferentes temperaturas y caudales de alimentación.....	32
Figura 8. Perfil de Concentración en la técnica de destilación con membranas al vacío para $[ ]i=20$ °Brix, con una presión de vacío de 0,1 atm, diferentes temperaturas y caudales de alimentación.....	34
Figura 9. Factores de concentración para diferentes caudales de alimentación, temperatura de operación y concentración inicial. a) Alimentación a 10°Brix b) Alimentación a 20 °Brix.....	35
Figura 10. Flux de permeado (a) y concentración del jarabe (b) alcanzado en las pruebas experimentales y el obtenido por el modelo durante 2 h, utilizando la técnica de destilación con membranas con gas de arrastre, a las diferentes condiciones de operación (Tabla 2). ....	38

Figura 11. Figura 11. a) Perfil de flux experimental y b) perfil de concentración del jarabe de glucosa para una concentración inicial= 20 °Brix, T= 40 °C, caudal de alimentación de 2,2 l/min y flujo de aire de arrastre= 3,3 m <sup>3</sup> /min, utilizando una membrana de fibra hueca de PP. ....	38
Figura 12. Flux de permeado (a) y concentración del jarabe (b) alcanzado en las pruebas experimentales y el obtenido por el modelo durante 2 horas, utilizando la técnica de destilación con membranas al vacío, a las diferentes condiciones de operación (Tabla 3).....	41
Figura 13. a) Perfil de flux experimental y b) perfil de concentración del jarabe de glucosa para una concentración inicial= 20 °Brix, T= 60 °C, caudal de alimentación de 2,2 l/min y P <sub>vacío</sub> =0,1 atm, utilizando membranas planas de PP. ....	42

## LISTA DE TABLAS

	Pág.
Tabla 1. Condiciones de operación evaluadas durante las pruebas experimentales realizadas durante 2 h, utilizando la técnica de destilación con membranas con gas de arrastre.....	25
Tabla 2. Condiciones de operación evaluadas durante las pruebas experimentales realizadas durante 2 h, utilizando la técnica de destilación con membranas al vacío..	26
Tabla 3. Valores de los parámetros de diseño que minimizan el error de entrenamiento de la red neuronal..	35
Tabla 4. Sistema de ecuaciones obtenidas para el modelamiento de transferencia de masa en el proceso.....	36

## LISTA DE ANEXOS

	Pág.
ANEXO A. Protocolo de lavado del módulo membranario.....	50
ANEXO B. Diagrama de flujo del modelo matemático .....	51

## **LISTA DE SIGLAS**

AGMD Destilación con membranas con un espacio de aire

DM Destilación con membranas

DCMD Destilación con membranas por contacto de aire

EO Evaporación osmótica

OI Ósmosis inversa

PP Polipropileno

PTFE Politetrafluoroetileno

SGMD Destilación con membranas con gas de arrastre

VMD Destilación con membranas al vacío

## NOMENCLATURA

*A* Área de la membrana [ $m^2$ ]

*C* Concentración [ $^{\circ}$ Brix]

*F* Flujo [ $kg/h$ ]

$F_p$  Flux de permeado de la membrana [ $kg/m^2 h$ ]

$\overline{F_p}$  Flix de permeado promedio [ $kg/m^2 h$ ]

*h* Altura [ $m$ ]

*Q* Caudal [ $l/min$ ]

*T* Temperatura [ $^{\circ}C$ ]

*V* Volumen [ $m^3$ ]

## Subíndices

*e* Entrada al tanque de alimentación

*m* Membrana

*r* Retenido en la membrana

*s* Salida del tanque de alimentación

## Letras griegas

$\rho$  Densidad [ $kg/m^3$ ]

## RESUMEN

**TITULO:** ESTUDIO DE LA DESTILACIÓN CON MEMBRANAS AL VACÍO Y CON GAS DE ARRASTRE PARA LA CONCENTRACIÓN DE HIDROLIZADOS DE ALMIDÓN DE YUCA.\*

**AUTORES:** KENDRY XIMENA CALDERÓN MURCIA.\*\*  
LINA PAOLA SÁNCHEZ PRADA.\*\*

**PALABRAS CLAVES:** Destilación con membranas, redes neuronales, hidrolizados de almidón de yuca, membranas de fibra hueca y planas.

### CONTENIDO:

Este trabajo se enfocó en el estudio de la destilación con membranas al vacío y con gas de arrastre, como un nuevo método de concentración de hidrolizados de almidón de yuca. Para este trabajo se estudió la influencia de las variables: caudal, concentración y temperatura de alimentación sobre el flux de permeado y la concentración final, en los siguientes rangos de operación: 1,6 - 2,2 l/min, 10-20°Brix, para ambos métodos (VMD y SGMD) y 30-40 °C para SGMD, 40-60 °C para VMD. Para SGMD se utilizó un módulo de fibra hueca Liqui-Cel® (0,58 m<sup>2</sup>), mientras que para VMD con una membrana plana Whatman® (0,0009348 m<sup>2</sup>). Los mejores resultados fueron obtenidos al trabajar con 2,2 l/min y 40 °C SGMD - 60°C VMD. Se lograron alcanzar flux de permeado de 1,5 a 2,4 veces al aumentar 10 °C en el proceso de SGMD ( $\overline{F_p}$  = 0,0395 kg/m<sup>2</sup>h), igualmente de 2,3 a 3 veces al aumentar 20 °C en VMD ( $\overline{F_p}$  = 13,45 kg/m<sup>2</sup> h), trabajando con el mayor caudal. También se realizaron pruebas de 10 y 8 h (para VMD Y SGMD) alcanzando concentraciones de 36 y 58 °Brix respectivamente. A partir de los datos experimentales, se realizó el modelamiento de las dos técnicas estudiadas utilizando Redes Neuronales, mostrando una buena capacidad de predicción para el flux de permeado (con errores menores al 23% para SGMD y del 22 % para VMD) y la concentración de la solución (con errores menores al del 3,7% para SGMD y del 2,8% para VMD) dentro de los rangos de operación estudiados. Finalmente, las técnicas estudiadas se compararon con otros métodos de concentración: Evaporación Osmótica (EO) y Ósmosis Inversa (OI), encontrando que las técnicas de VMD y SGMD presentan ventajas sobre ellas.

---

\* Proyecto de grado

\*\* Facultad de Ingenierías Físicoquímicas. Escuela de Ingeniería Química. Director: Ph. D Carlos Jesús Muvdi Nova

## ABSTRACT

**TITLE:** STUDY OF VACUUM MEMBRANE DISTILLATION AND SWEEPING GAS MEMBRANE DISTILLATION FOR CONCENTRATION OF CASSAVA STARCH HYDROLYSATES\*

**AUTHORS:** KENDRY XIMENA CALDERÓN MURCIA.\*\*  
LINA PAOLA SÁNCHEZ PRADA.\*\*

**KEYWORDS:** Membrane distillation, neuronal networks, cassava starch hydrolysates, hollow fiber membranes, flat-sheet membrane.

This work was focused on the study of vacuum membrane distillation and sweeping gas membrane distillation as new methods for concentration of cassava starch hydrolysates. As for analysis, the effect of the variables: feed rate, feed concentration and feed temperature on the permeate flux and final concentration were studied from 1,6 - 2,2 l/min, 10-20°Brix, for both methods (VMD and SGMD) and 30-40 °C for SGMD, 40-60 °C for VMD. For SGMD a Liqui-Cel® (0,58 m<sup>2</sup>) hollow fiber membrane module was used, while for VMD a Whatman® (0,0009348 m<sup>2</sup>) flat-sheet membrane module was implemented. The best results were obtained when working with the highest feed rate and temperature: 2,2 l/min for both methods, 40 °C for SGMD and 60 °C for VMD.

It was possible to achieve permeate fluxes 1,5 to 2,4 times higher when increasing 10 °C in the SGMD process ( $\overline{Fp}=0,0395 \text{ kg/m}^2\text{h}$ ). In the same way, permeate fluxes 2,3 to 3 times higher was achieved when increasing 20 °C in VMD ( $\overline{Fp}=13,45 \text{ kg/m}^2 \text{ h}$ ), under the highest feed rate. Tests for 10 and 8 h (for VMD and SGMD) were also carried out, reaching concentrations of 36 and 58 ° Brix respectively. From the experimental data, modeling of the two techniques studied was performed/conducted using neural networks, showing good predictability for the permeate flux (with errors of less than 23% for SGMD and 22% for VMD) and the concentration of the solution (with errors of less than 3,7% for SGMD and 2,8% for VMD) within the operating ranges studied. Finally, the techniques studied were compared with other methods of concentration: Osmotic Evaporation (EO) and Reverse Osmosis (RO), finding that VMD and SGMD techniques have advantages over them.

---

\* Research project

\*\* Faculty of physical-chemical engineering. Chemical Engineering Department, Advisor: Ph D.Carlos Jesus Muvdi Nova.

## INTRODUCCIÓN

PROMITEC SANTANDER S.A.S es una empresa dedicada a la producción de jarabe de glucosa, que busca ampliar el conocimiento sobre técnicas no convencionales de concentración. Esta investigación hace parte del trabajo de Colciencias, UIS – Promitec con código 1102-5022-7720, y se enfocó en el estudio de la destilación con membranas como nuevo método para concentrar hidrolizados de almidón de yuca.

La tecnología más conocida y utilizada para la concentración de fluidos en la industria de alimentos es la evaporación, operación unitaria que consiste en la eliminación de un componente de una mezcla (esencialmente agua) utilizando calor, generalmente bajo condiciones de vacío. Aider & Halleux (2008) indican que esta técnica, empleada desde los inicios en la producción de diferentes artículos alimenticios, proporciona los más altos grados de concentración que se pueden conseguir (concentraciones entre 60 y 95% de sólidos totales). Igualmente mencionan, que ocasiona cambios no deseados en el producto final provocado por la temperatura y tiempos de operación grandes (pardeamiento por caramelización), así como también mayores costos debido al requerimiento energético ( $2\ 260\ kJ/kg\ de\ H_2O$ ).

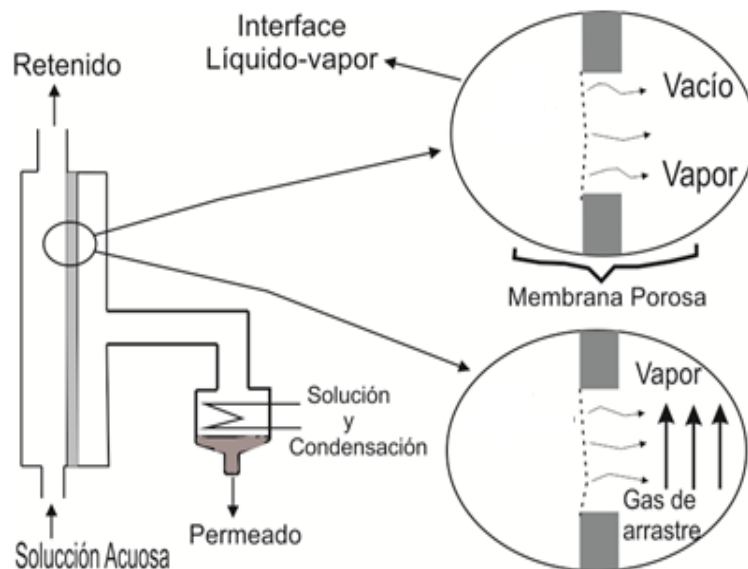
La concentración en el proceso de obtención de Jarabes de Glucosa es una etapa importante, en la que se busca concentrar los hidrolizados presentes, con el fin de conservar y facilitar su almacenamiento. Diferentes métodos no convencionales de concentración se han estado estudiando, con el fin de encontrar soluciones a los inconvenientes presentes en el método de concentración tradicional. Los sistemas de separación con membranas son un ejemplo de éstos, siendo consideradas tecnologías limpias, de fácil escalado y de bajo consumo energético. Sin embargo,

presenta algunos inconvenientes como la selección de membranas, los costos y la colmatación (Alkhudhri *et al.*, 2012). Entre los procesos con membranas más estudiados se encuentra la Ósmosis Inversa (OI), proceso en el que la fuerza impulsora es un gradiente de concentración. Jiao *et al.* (2004) estudiaron las ventajas y desventajas presentadas en la OI, respecto a la evaporación. Donde se obtuvo que la OI era incapaz de alcanzar el rango de concentración obtenido por el método tradicional (45-65°Brix), ya que con el flujo más eficiente sólo se alcanzaba a llegar de 25 a 30°Brix, utilizando como alimentación Jugo de frutas. Así mismo, Rodríguez & Sandoval (2011), realizaron el proceso de OI para retirar el agua contenida en hidrolizados de glucosa, logrando separar 2/3 del volumen inicial en 18 min concentrando desde 10°Brix hasta 25°Brix (37,5 bar y 35,5°C). Concluyendo que éste tipo de proceso puede ser utilizado como técnica de pre-concentración, disminuyendo el tiempo requerido en el proceso de evaporación, pero llegando a la detención de la concentración al igualarse la presión del proceso con la presión osmótica.

Otra de las técnicas de separación con membranas estudiadas es la Destilación con membranas (DM), un método no térmico que utiliza membranas porosas para la separación de una mezcla líquida, en el que la fuerza impulsora del proceso es un gradiente de presión de vapor. Los compuestos volátiles pasan a través de la membrana en forma de vapor hacia el permeado y los no volátiles quedan en el retenido (Alkhudhiri *et al.*, 2012). Este proceso presenta una ventaja importante con respecto a la OI, debido a que permite trabajar a presiones menores a las utilizadas en OI ( $\leq 1$  bar para DM y 15-35 bar para OI), y posee una baja resistencia a la transferencia de masa. Existen varias categorías de DM diferenciándose por el principio utilizado para recuperar el permeado obtenido, esta son: Destilación con membrana por contacto directo (DCMD), Destilación con membrana con un espacio de aire (AGMD), Destilación con membrana al vacío (VMD) y Destilación con membrana con gas de arrastre (SGMD) (Alkhudhiri *et al.*, 2012). Este proyecto se enfocó especialmente en VMD y SGMD, con la intención

de estudiar cómo afectan las diferentes variables de entrada en el proceso el desempeño de estos dos métodos. Se decidió trabajar con estas dos técnicas, debido a su alta aplicabilidad a nivel industrial. En la *Figura 1* se representan estos dos métodos de destilación con membranas. En el caso de VMD se utilizan presiones menores a la atmosférica, disminuyendo así la presión en el permeado para facilitar el paso del componente más volátil. En la SGMD se utiliza un gas inerte para barrer el vapor que atraviesa la membrana en el lado del permeado (Lee & Kim, 2013).

**Figura 1. VMD y SGMD.**



Existen varios aspectos que pueden influir en el proceso de DM y que se deben tener en cuenta, como lo son: tipo de material, porosidad y geometría. Shao *et al.* (2014) estudiaron la VMD utilizando 3 membranas de fibra hueca de polipropileno de diferente porosidad y diámetro de poro, con el fin de concentrar una solución acuosa de N-metil-pirrolidona. La temperatura de alimentación fue de 80°C y una presión de vacío de 0,09MPa. En ese estudio se encontró que a mayor porosidad,

diámetro de poro y número de fibras, se obtiene un mayor flux de permeado (hasta de  $9,5 \text{ l/m}^2\text{h}$ ).

La velocidad, la temperatura y la concentración de alimentación son otros aspectos que influyen significativamente en el flujo de permeado obtenido. Alklaibi *et al.* (2005) desarrollaron un modelo semi-empírico el cual permitió la descripción completa del flujo, temperatura y concentración para una solución de agua con sal, utilizando la técnica de AGMD. Tian *et al.* (2014) también estudió la técnica AGMD, en el que se trabajó con un módulo que incluía un flujo con dirección tangencial y rotacional turbulento, mejorando la transferencia de masa y calor. Ambos estudios encontraron que un incremento de la temperatura en la alimentación desde  $40^\circ\text{C}$  hasta  $60^\circ\text{C}$  favorecía el flujo del permeado aumentándolo 9 veces; igualmente con la velocidad de alimentación, ya que aumentarla de  $0,1$  a  $0,3 \text{ m/s}$  el flujo de permeado aumentaba 1,2 veces (Tian, *et al.* 2014).

Lee & Kim (2013) tuvieron en cuenta en su estudio muchos de los factores mencionados anteriormente, evaluando el rendimiento de la desalación del agua mediante VMD con un módulo de fibra hueca, observando que la productividad aumentaba al elevar la temperatura y la velocidad de alimentación. Obtuvieron una productividad de  $20,65 \text{ kg/h}$  y un flux de permeado de  $25 \text{ kg/m}^2\text{h}$ , a una temperatura de alimentación de  $65^\circ\text{C}$  y una velocidad de  $1 \text{ m/s}$ . El consumo específico de energía por calor disminuye ligeramente con un aumento en la temperatura de alimentación alcanzando un valor de  $103,7 \text{ kW}\cdot\text{h/m}^3$ .

Otro factor importante a estudiar en este tipo de proceso, es la colmatación (ensuciamiento de la membrana) debida a la formación de una capa de depósitos en la superficie de la membrana. Un ejemplo es el trabajo realizado por Gryta, (2010) quien, utilizando membranas de polipropileno (PP) para la desalinización de agua, evidenció ensuciamiento de la membrana por formación de una capa de

bicarbonato. Con el fin de solucionar este problema se adicionó una mezcla de agua con HCl a la membrana, mitigando la formación de ésta. La colmatación presentada en el proceso afectaba directamente el flujo del permeado, al impedir el paso del componente volátil (en este caso el agua). Otro ejemplo de este evento fue señalado por Jiao *et al.* (2004), encontrando problemas de ensuciamiento en la membrana al utilizar jugo de frutas concentrado en la alimentación. Como solución a este fenómeno presentado, plantearon utilizar en la alimentación soluciones más diluidas. Con la intención de minimizar este aspecto en la concentración de los hidrolizados en el presente estudio, se optó por trabajar con jarabes de glucosa clarificados.

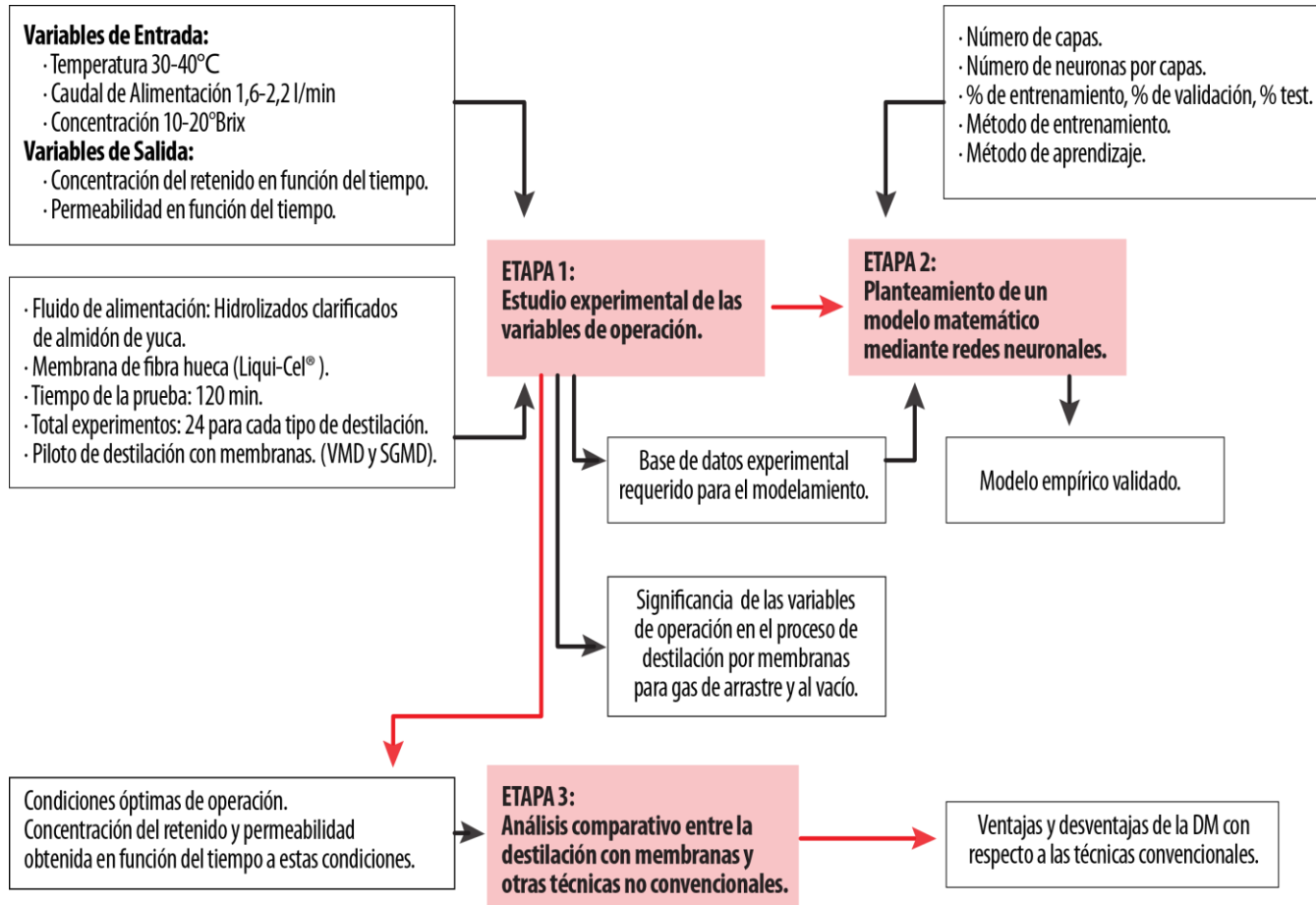
Entre los estudios consultados se pudo observar que no se han realizado investigaciones en procesos de destilación con membranas utilizando como alimentación hidrolizados de almidón de yuca. Además, la mayoría de los experimentos realizados se han centrado en la VMD. Por esta razón nuestro estudio también tuvo como objetivo evaluar los métodos de VMD y SGMD como estrategia de concentración en la producción de jarabe de glucosa. Para realizar este estudio se analizó la influencia de la temperatura, el caudal y la concentración de alimentación, sobre la permeabilidad y la concentración final de la solución en el tiempo. La duración de las pruebas fue de 2 h y se realizaron adicionalmente cuatro pruebas con las mejores condiciones encontradas durante un tiempo de 8 y 10 h.

Se planteó un diseño experimental matemático por redes neuronales, con el fin de obtener un modelamiento que pudiera describir el proceso realizado, escogiéndose por ser una herramienta que presenta muchas ventajas. Tiene la habilidad de asociar, evaluar o reconocer patrones, saben adaptarse fácilmente a nuevos ambientes y tienen la capacidad para estimar modelos no lineales. Muchos estudios experimentales han trabajado con esta herramienta matemática. Se ha aplicado en campos como neurociencia, matemática, física e ingenierías (Basheer

& Hajmeer, 2000). Suryanarayana, *et al.* (2008), estudiaron esta técnica para predecir la abundancia de los peces en función del crecimiento, biomasa y edad. En su estudio encontraron que la arquitectura de la red, la función de transferencia son factores claves que ayudan a mejorar la predicción de redes neuronales. Para la creación de la red en este estudio se utilizaron los parámetros establecidos por Anaya & Bueno (2015), quienes estudiaron esta herramienta, logrando una buena predicción y comportamiento de la red. También se estimó el impacto de las técnicas como método de concentración comparándolas con otros métodos estudiados.

# 1. METODOLOGÍA

Figura 2. Metodología utilizada para llevar a cabo la investigación.



## 1.1. Estudio de la influencia de las variables de operación

Las variables de entrada que se tuvieron en cuenta fueron:

-Temperatura: Se trabajó a dos niveles de temperatura, 30°C y 40°C para la técnica de SGMD. El límite superior se fijó teniendo en cuenta la temperatura máxima de trabajo que se puede utilizar para el módulo de fibra hueca a emplear (Módulo Liqui-Cel®, membrana hidrófoba de polipropileno Área= 0,58 m<sup>2</sup>, diámetro de poro=0,37 µm). La temperatura mínima se estableció teniendo en cuenta estudios realizados con el mismo módulo membranario (Martínez & Peñaranda,

2013). En la técnica de VMD se trabajó con temperaturas de 40°C y 60°C. La menor temperatura se escogió con el fin de tener un nivel en común con la técnica de SGMD y la mayor temperatura se fijó teniendo en cuenta la máxima temperatura de trabajo que se puede utilizar para la membrana utilizada en esta técnica (membrana plana Whatman® de polipropileno, Área=0,0009348 m<sup>2</sup>, diámetro de poro=0,45 µm).

-Caudal de alimentación: Se trabajó a 1,6 y 2,2 l/min. El nivel inferior corresponde al caudal mínimo requerido por la bomba peristáltica utilizada en la experimentación para que haya flujo.

-Concentración de azúcares: En la experimentación se utilizaron soluciones preparadas a partir de jarabes de glucosa concentrados y clarificados antes de la realización de la prueba. Las concentraciones trabajadas fueron de 10 y 20°Brix (Martínez & Peñaranda, 2013). Se escogió trabajar con jarabes clarificados (por centrifugación, a 3500 rpm durante 15 min) con el objetivo de disminuir el fenómeno de colmatación que se presenta al utilizar la destilación con membranas (en especial al vacío) (Jiao *et al.* 2004), (Barón, 2012). Igualmente, proyectos de investigación que se han llevado a cabo en el grupo CICTA, estudiaron el proceso de clarificación (con membranas) para la producción de hidrolizados de almidón de yuca clarificados (Acevedo & Parra, 2013) (Díaz & Ramos, 2015).

En la tabla 1 y 2 se presentan las condiciones de operación evaluadas para las pruebas experimentales, utilizando la técnica de SGMD y VMD respectivamente.

**Tabla 1. Condiciones de operación evaluadas durante las pruebas experimentales realizadas durante 2 h, utilizando la técnica de SGMD.**

1	2	3	4	5	6	7	8
T=30°C Q=1,6 $\frac{l}{min}$ [ ]i=20°Brix	T=30°C Q=1,6 $\frac{l}{min}$ [ ]i=10°Brix	T=30°C Q=2,2 $\frac{l}{min}$ [ ]i=20°Brix	T=30°C Q=2,2 $\frac{l}{min}$ [ ]i=10°Brix	T=40°C Q=1,6 $\frac{l}{min}$ [ ]i=20°Brix	T=40°C Q=1,6 $\frac{l}{min}$ [ ]i=10°Brix	T=40°C Q=2,2 $\frac{l}{min}$ [ ]i=20°Brix	T=40°C Q=2,2 $\frac{l}{min}$ [ ]i=10 °Brix

**Tabla 2. Condiciones de operación evaluadas durante las pruebas experimentales realizadas durante 2 h, utilizando la técnica de VMD.**

1	2	3	4	5	6	7	8
T=60°C Q=2,2 $\frac{l}{min}$ [ ]i=10°Brix	T=60°C Q=1,6 $\frac{l}{min}$ [ ]i=10°Brix	T=40°C Q=1,6 $\frac{l}{min}$ [ ]i=10°Brix	T=40°C Q=2,2 $\frac{l}{min}$ [ ]i=10°Brix	T=60°C Q=2,2 $\frac{l}{min}$ [ ]i=20°Brix	T=60°C Q=1,6 $\frac{l}{min}$ [ ]i=20°Brix	T=40°C Q=2,2 $\frac{l}{min}$ [ ]i=20°Brix	T=40°C Q=1,6 $\frac{l}{min}$ [ ]i=20 °Brix

A partir de estas pruebas se evaluó la evolución de la concentración de azúcares en el retenido a lo largo tiempo y la permeabilidad en el tiempo. La duración de cada experimento fue de 120 min (Martínez & Peñaranda, 2013). Se trabajó con un diseño experimental factorial de dos niveles y tres factores (por triplicado), realizando un total de 24 experimentos para cada tipo de destilación (VMD y SGMD). Con los resultados obtenidos al finalizar esta fase, se realizó un análisis estadístico utilizando *Statgraphics Centurion XVI.I*® (versión de prueba), con el fin de estudiar la influencia de las variables de entrada sobre el proceso.

## 1.2. Planteamiento del modelo matemático

Se desarrolló un modelo matemático por “redes neuronales” utilizando la herramienta Simulink de Matlab 7.4 (R2007a), buscando la predicción del proceso. Este paso se llevó a cabo utilizando los datos obtenidos en el estudio experimental (etapa1), los cuales son requeridos como parámetros para el programa. (Suryanarayana, *et al.*, 2008).

Para la implementación de la red se debió establecer: Número de capas, número de neuronas por capas, % de rendimiento, % de validación, % test. Éstos fueron definidos de acuerdo al trabajo que se viene realizando por estudiantes pertenecientes al grupo de investigación CICTA (Anaya& Bueno, 2015). Los resultados obtenidos en esta etapa se validaron comparando los datos experimentales con los adquiridos mediante el modelo empírico.

### 1.3. Análisis comparativo entre la DM y otras técnicas no convencionales

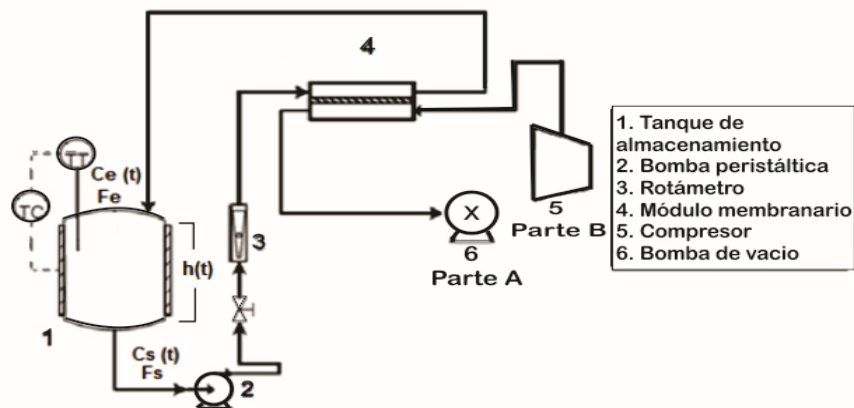
En esta fase se llevó a cabo un análisis comparativo entre las técnicas de concentración con membranas que han sido estudiadas en el grupo de investigación CICTA: ósmosis inversa (OI) (Rodríguez & Sandoval, 2011), evaporación osmótica (EO) (Martínez & Peñaranda, 2013) y la destilación con membranas (al vacío y con gas de arrastre desarrolladas en el presente estudio).

#### Métodos experimentales y de análisis

##### 1. Piloto de destilación con membranas

La *Figura 3* muestra el piloto utilizado para realizar el proceso de concentración de hidrolizados de almidón de yuca por medio de la técnica de VMD y SGMD.

**Figura 3. Piloto de destilación con membranas**



**Fuente: Cotamo, 2012.**

*Circuito de alimentación:* Los hidrolizados de almidón de yuca son alimentados desde un tanque de almacenamiento (1) al módulo membranario (4) a través de una bomba peristáltica (2). El agua en forma de vapor atraviesa la membrana hacia el circuito de permeado, haciendo que el retenido (solución que no atraviesa la membrana) se vaya concentrando.

*Circuito del permeado:* Se trabaja con dos tipos de DM. La VMD (*Figura 3*, Parte A) utiliza una bomba de vacío (6) que disminuye la presión (a 0,1 atm), facilitando

el paso del agua a través de la membrana en forma de vapor. En la SGMD (*Figura 3, parte B*), se utiliza un compresor (5) encargado de proporcionar un flujo de aire a la membrana con el fin de arrastrar el vapor de agua permeado.

2. Permeabilidad: Esta variable se calculó a partir de la pérdida de peso en el tiempo en el tanque de almacenamiento, utilizando una balanza.

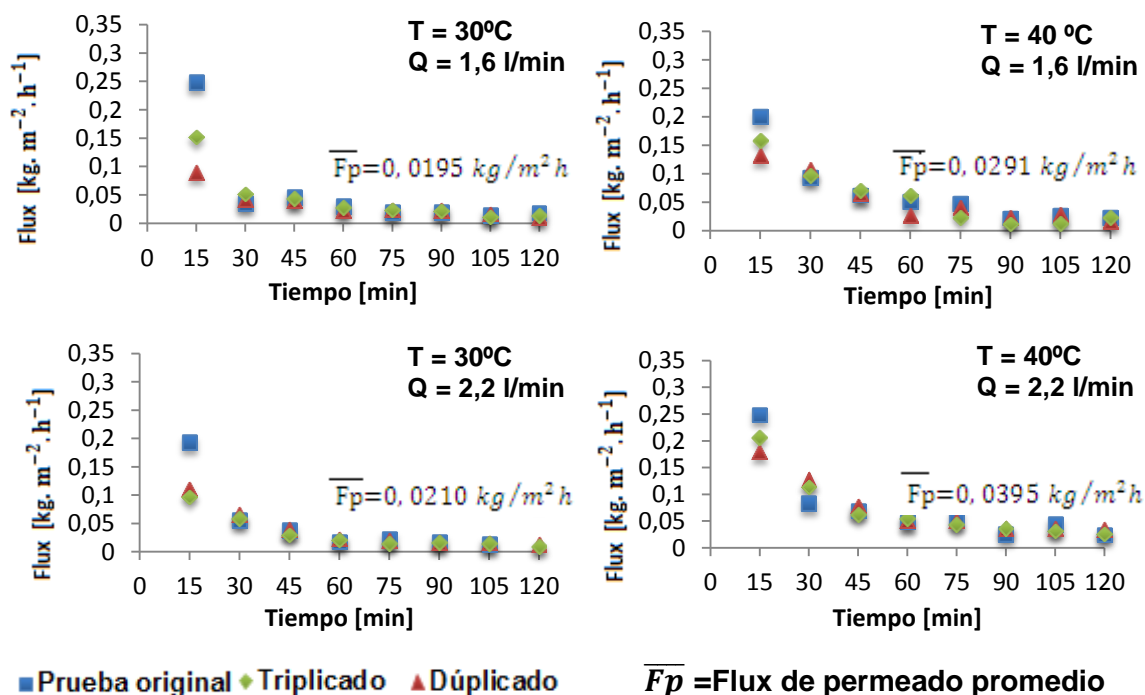
3. Concentración de azúcares: se midió el contenido de azúcares en el retenido, utilizando un refractómetro ubicado en el laboratorio CICTA (Guatiguará, UIS). Las mediciones se realizaron a partir de muestras tomadas del tanque de alimentación, cada 15 min.

## 2. ANÁLISIS DE RESULTADOS

### 2.1. Análisis de la influencia de las variables de operación sobre el flux de permeado utilizando la técnica de destilación con membranas con gas de arrastre (SGMD).

En la *Figura 4* se presenta el flux de permeado en función del tiempo, utilizando soluciones a 20 °Brix, variando la temperatura (30-40 °C) y el caudal de alimentación (1,6- 2,2 l/min). Resultados similares se obtuvieron con soluciones a 10 °Brix. Todas las pruebas tuvieron una duración de 2 h.

**Figura 4. Perfil de flux utilizando la técnica SGMD para una concentración inicial=20°Brix, flujo de aire de arrastre= 3,3 m<sup>3</sup>/min, a diferentes temperaturas y caudales de alimentación, utilizando una membrana de fibra hueca de PP.**



De la figura anterior se puede observar que en todas las condiciones evaluadas se presenta una disminución del flux en los primeros 60 min (entre 67 y 86% del flux inicial), estabilizándose después de este tiempo ( $\overline{F_p}$  representa el flux de permeado promedio después de la primer hora); más adelante, en las fases

posteriores, se observó que esta estabilización no es completa (presentando una disminución moderada para tiempos mayores). Un comportamiento similar se evidenció en el trabajo de Cotamo (2012), donde se trabajó con membranas de PTFE para la recuperación de etanol de una solución acuosa, utilizando la misma técnica de separación. Este fenómeno se debe a que a medida que el vapor de agua fluye a través de la membrana, el gradiente de presión de vapor entre el lado del retenido y el permeado disminuye, ocasionando el comportamiento casi constante del flux después de la primera hora. Además, la presencia de sólidos de la solución que se depositan en la membrana (colmatación) dificultan el paso del vapor de agua a través de la membrana. También se puede observar que al aumentar la temperatura de 30°C hasta 40°C, se alcanza un flux de permeado entre 1,5 y 2,4 veces superior. Esto se debe a que un aumento en la temperatura conlleva a un aumento en la presión de vapor del agua en la alimentación.

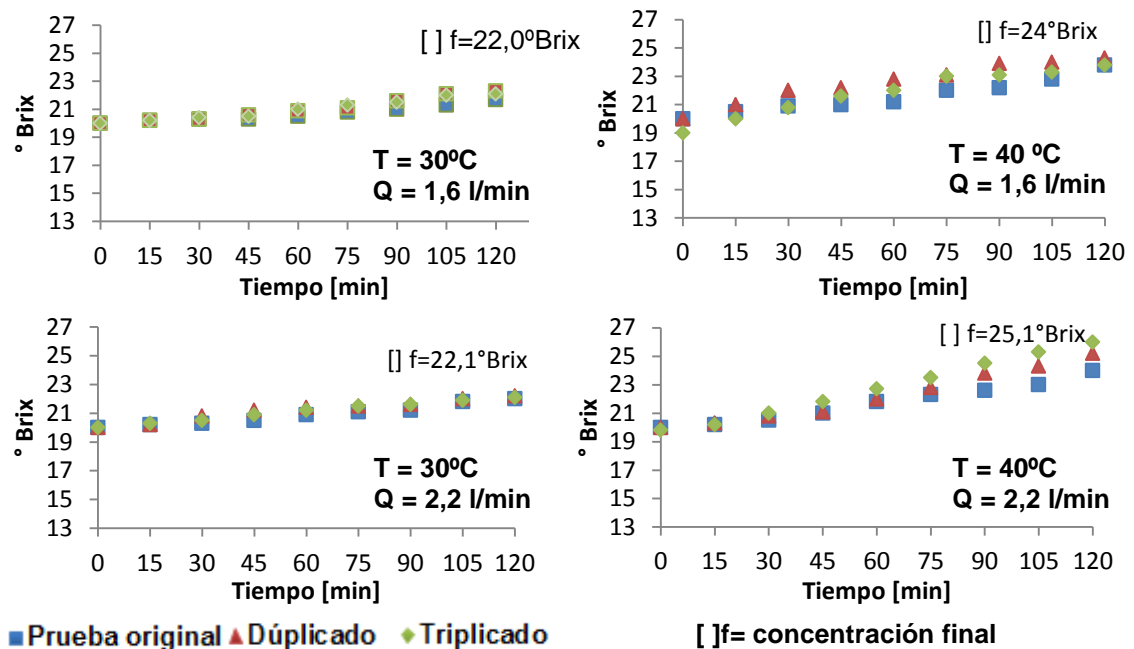
De igual manera, se encontró un incremento en el flux del permeado al aumentar el caudal de la alimentación, logrando obtener flux entre 1,2 y 1,4 veces mayores al trabajar con el máximo caudal; es decir a 2,2 *l/min* en las mejores condiciones de operación ( $T = 40^{\circ}\text{C}$ ). Esto se debe a que un aumento en el caudal conlleva a una reducción del espesor de la capa límite en las proximidades de la membrana, lo que se ve reflejado en una disminución en la resistencia a la transferencia de masa (Treybal, 1988). Este mismo comportamiento lo evidenció Tupuna (2012), quien al aumentar el caudal de alimentación (de 7,8 *l/min* a 20 *l/min*), alcanzó flux de permeado 1,3 veces mayores para la técnica evaluada en su estudio (OI).

La *Figura 5* muestra la concentración de la solución inicial en función del tiempo, a los 2 niveles de caudal y temperatura de alimentación utilizados. Se puede observar que al aumentar la temperatura 10°C, la solución presenta aumentos de la concentración entre 9 y 15%. Esto se debe a que un aumento en la temperatura conlleva a un aumento en la presión de vapor del agua en la interface líquido-membrana. Esto mismo fue reportado por Rodríguez & Sandoval (2011), donde se trabajó con la técnica OI para concentrar hidrolizados de almidón de yuca,

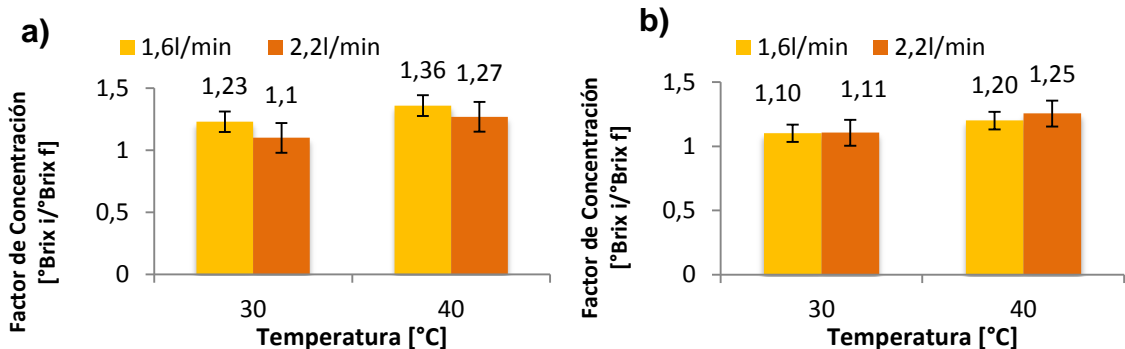
logrando soluciones 1,2 veces más concentradas al aumentar la temperatura de 22°C a 35°C.

En la *Figura 6* se puede observar cómo afecta la variable de entrada Temperatura, sobre el factor de concentración, utilizando la técnica de SGMD, evidenciando que la temperatura tiene una influencia directa en la concentración final. Esto fue confirmado mediante análisis de Pareto realizado en *Statgraphics Centurion XVI.®* (versión de prueba), al obtener un valor p de 0,0000.

**Figura 5. Perfil de concentración en la técnica de SGMD para una concentración inicial= 20 °Brix, flujo de aire de arrastre= 3,3 m<sup>3</sup>/min, diferentes temperaturas y caudales de alimentación, utilizando una membrana de fibra hueca de PP.**



**Figura 6. Factores de concentración con la técnica SGMD para diferentes caudales de alimentación, temperaturas de operación y concentración inicial. Utilizando un flujo de aire de arrastre= 3,3 m<sup>3</sup>/min a) Alimentación a 10 °Brix b) Alimentación a 20 °Brix.**

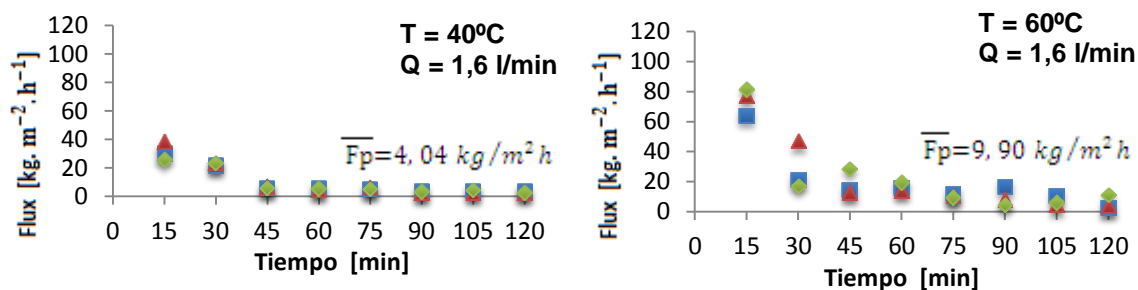


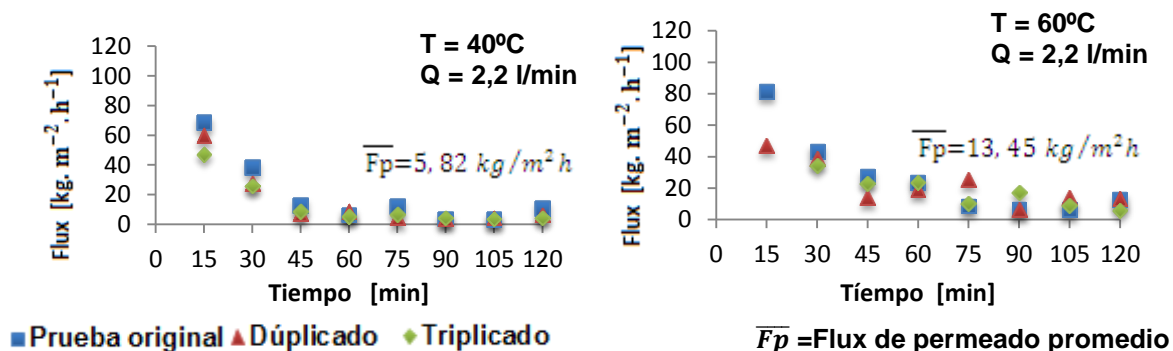
## 2.2. Análisis de influencia de las variables de operación sobre el flux de permeado utilizando la técnica de destilación con membranas al vacío (VMD).

Es importante tener en cuenta que se decidió trabajar con membranas planas debido a que con membranas de fibra hueca se obtuvieron flux de permeado considerablemente bajos y del orden de  $0,004 \text{ kg}/\text{m}^2\text{h}$ . Esto fue ocasionado por la acumulación de condensados de agua dentro del módulo membranario, debido a que tanto del lado del permeado como del retenido se alcanzaron condiciones de saturación, por lo que no se generó un gradiente de presiones de vapor, deteniendo el proceso.

La *Figura 7* señala el comportamiento del flux a lo largo del tiempo, variando la temperatura (40-60 °C) y el caudal de alimentación (1,6- 2,2 l/min). Resultados similares se obtuvieron con las pruebas realizadas a 10 °Brix. Todas las pruebas tuvieron una duración de 2 h.

**Figura 7. Perfil de flux utilizando la técnica VMD para una concentración inicial= 20 °Brix, con una  $P_{\text{vacío}}=0,1 \text{ atm}$ , a diferentes temperaturas y caudales de alimentación, utilizando membranas planas de PP.**





Con esta técnica de separación también se observa un periodo de estabilización, lo que puede deberse tanto a la reducción en la diferencia de presiones de vapor del agua entre la sección del retenido y del permeado, como también a la colmatación, ya que aunque se trabajó con soluciones clarificadas, éstas todavía poseían sólidos (insolubles) en suspensión.

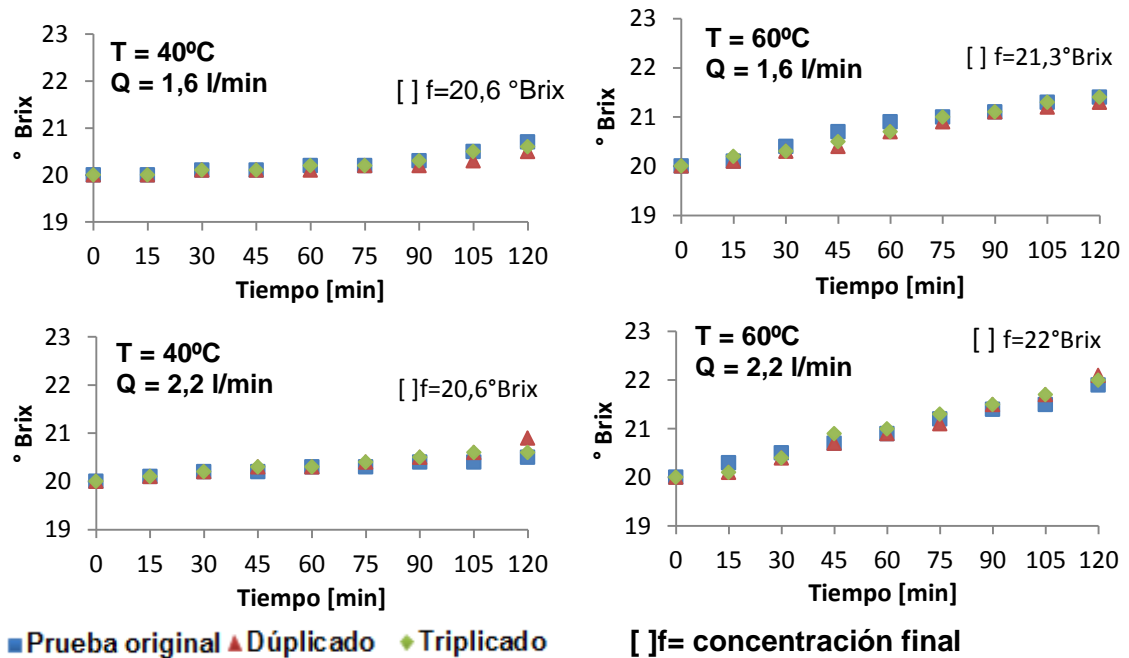
De los resultados obtenidos, se puede observar que la temperatura tiene un efecto positivo sobre la permeabilidad obtenida, aumentando su valor entre 2,3 y 3 veces al elevar la temperatura de 40°C a 60°C. Comportamiento ocasionado por el aumento de la presión de vapor en el lado de la alimentación con la temperatura, favoreciendo el paso del vapor; aumentando así el flux de permeado. Shao *et al.* (2014) obtuvieron un aumento de 1,2 en el flux del permeado (de 15  $l/m^2h$  a 18  $l/m^2h$ ) al aumentar la temperatura de 70°C a 90°C, para concentrar N-metil-pirrolidona por VMD.

Otra variable que influyó de manera significativa sobre el permeado fue el caudal de alimentación. De la *Figura 7* puede observarse que se logró un flux de permeado mayor al trabajar con un caudal de 2,2  $l/min$ , es decir el máximo caudal utilizado durante las pruebas, logrando flux de permeado entre 1,13 y 1,4 veces más grandes que al trabajar con el caudal de 1,6  $l/min$ . Fenómeno ocasionado porque al aumentar el caudal, se reduce el espesor de la capa límite,

lo que se ve reflejado en una disminución en la resistencia de la transferencia de masa.

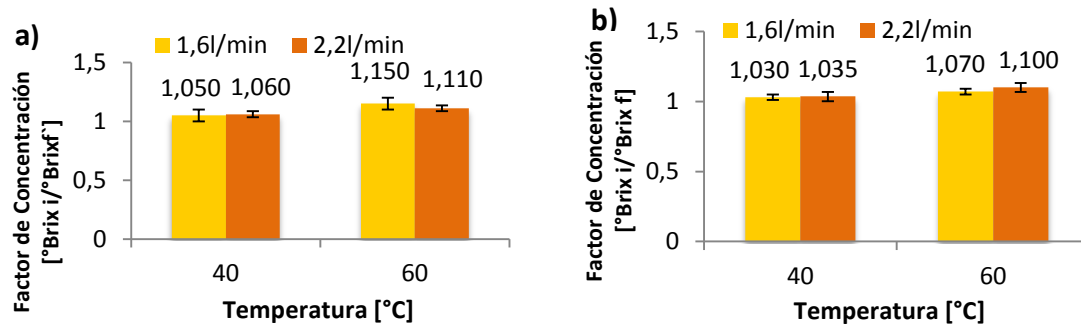
En la *Figura 8* se presenta la concentración en función del tiempo trabajando a dos niveles de temperatura y concentración de alimentación inicial. De ella se observa que se obtiene un aumento en la concentración de la solución inicial entre 4 y 10% al aumentar la temperatura de alimentación de 40°C a 60°C.

**Figura 8. Perfil de concentración en la técnica de VMD para una concentración inicial= 20 °Brix, con una  $P_{vacío}=0,1$  atm, diferentes temperaturas y caudales de alimentación, utilizando membranas planas de PP.**



En la *Figura 9* se puede observar cómo afecta la variable de entrada Temperatura al factor de concentración final, utilizando la técnica de VMD, mostrando que la temperatura de alimentación tiene una influencia directa en la concentración final. La significancia de estas variables fue confirmada mediante un análisis de Pareto, donde se obtuvo un valor p de 0,0000.

**Figura 9. Factores de concentración con la técnica VMD para diferentes caudales de alimentación, temperatura de operación y concentración inicial. A una  $P_{vacío}=0,1$  atm a) Alimentación a 10°Brix b) Alimentación a 20 °Brix.**



Adicionalmente, se pudo observar que en la técnica de VMD se obtienen flux de permeado 165 veces superiores a los alcanzados con gas de arrastre ( $5,82 \text{ kg/m}^2\text{h}$  y  $0,0395 \text{ kg/m}^2\text{h}$ , respectivamente) a las mismas condiciones de operación ( $40^\circ\text{C}$ ;  $2,2 \text{ l/min}$  y  $20^\circ\text{Brix}$ ). Es importante mencionar que el área de la membrana plana utilizada es 620,5 veces más pequeña, lo que puede generar confusión al comparar las permeabilidades con los resultados obtenidos.

### 2.3. Planteamiento de un modelo matemático para la predicción de las variables de salida.

Para realizar la segunda etapa propuesta en el proyecto se utilizó la herramienta MATLAB 7.4, con el fin de lograr simular el proceso realizado en la experimentación. La primera parte consistió en la obtención de los flux para las diferentes condiciones de trabajo en el proceso. Estos fueron encontrados mediante la aplicación “Redes Neuronales” de MATLAB. Los parámetros principales para la creación de la red neuronal se encuentran en la *Tabla 3*.

**Tabla 3. Valores de los parámetros de diseño que minimizan el error de entrenamiento de la red neuronal.**

FACTOR	VALOR ÓPTIMO	FACTOR	VALOR ÓPTIMO
Número de Experimentos.	60	% de validación.	20
Número de capas.	2	% test.	20
Número de neuronas por	30	Método de	Levenberg-

capas.		Entrenamiento	Maquardtalgorithm (trainlm)
% de entrenamiento.	60		

Fuente: Bueno & Anaya (2015).

Estos parámetros fueron establecidos por Anaya & Bueno (2015), de acuerdo al menor error producido en la predicción de datos obtenidos para la separación de etanol por destilación con membranas.

En la *Tabla 4* se presentan las ecuaciones propuestas para el desarrollo de la simulación del proceso de destilación con membranas al vacío y con gas de arrastre. Mediante este sistema de ecuaciones se determina la concentración de glucosa a la salida del tanque de alimentación ( $C_s$ ). Las variables del proceso están representadas en la gráfica que muestra el piloto de destilación con membranas (*Figura 3*). El diagrama de flujo de modelo se encuentra en el Anexo II, de donde se puede obtener mayor información.

**Tabla 4. Sistema de ecuaciones obtenidas para el modelamiento de transferencia de masa en el proceso.**

TÉRMINO	ECUACIÓN
Ecuación diferencial del cambio en la altura del tanque de alimentación a través del tiempo.	$\frac{\partial h(t)}{\partial t} = \frac{(F_e - F_s)}{50 * A_T * C_s(t) + A_T * 973,8} - \frac{50 * h(t)}{50 * A_T * C_s(t) + A_T * 973,8} * \frac{dC_s(t)}{dt}$
Ecuación diferencial de la concentración de salida del tanque de alimentación a través del tiempo.	$\frac{dC_s(t)}{dt} = \frac{\left( \frac{C_e(t) * F_e(t) - C_s(t) * F_s}{A_T * h(t) * (50 * C_s(t) + 973,8)} \right) - \frac{C_s(t)}{h(t)} \frac{dh(t)}{dt}}{\left( 2 + \frac{50C_s}{973,8} \right)}$
Ecuación diferencial de la concentración de entrada al tanque de alimentación a través del tiempo.	$\frac{dC_e(t)}{dt} = \frac{(C_s(t) * F_s - C_e(t) * F_e)}{50 * V_R * C_s(t) + 973,8 * V_R} - \frac{50 * C_e(t)}{50 * C_s(t) + 973,8} * \frac{dC_s(t)}{dt}$

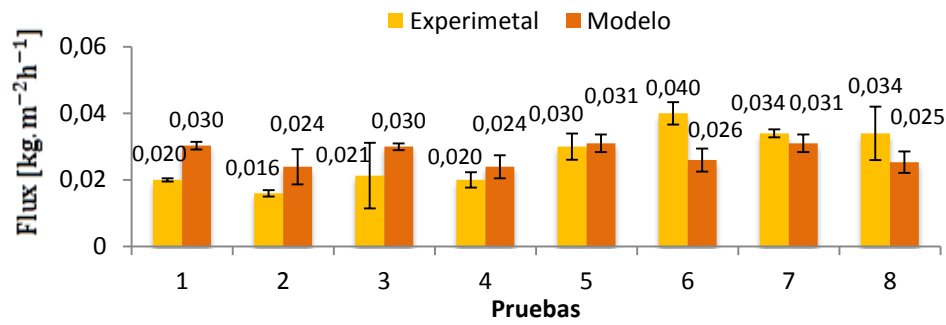
## Resultados del modelo matemático utilizando la técnica de destilación con membranas con gas de arrastre

En la *Figura 10* se presenta el flux de permeado y la concentración de la solución de alimentación obtenidos experimentalmente y por el modelo, bajo las condiciones mostradas en la *Tabla 1*. Todas las pruebas consideraron un tiempo de proceso de 2 h.

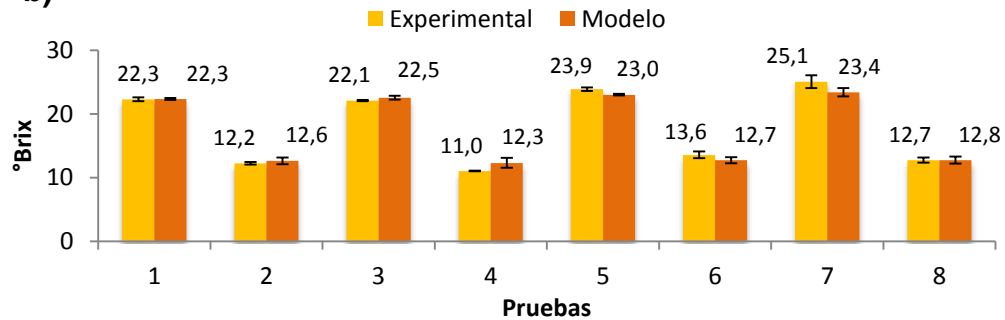
En la *Figura 10a* se observa, que para las pruebas 1, 2 y 6 no hay una buena capacidad de predicción de la red, ya que las desviaciones del modelo se encuentran por fuera de las desviaciones de las pruebas experimentales. Todas estas pruebas tienen en común que trabajan con el menor caudal de alimentación (1,6 l/min.). Mientras que con las pruebas donde se alimenta el jarabe a un caudal de 2,2 l/min se muestra una buena capacidad de predicción de la red neuronal. Es importante mencionar que se trabajó con solo 24 experimentos y la capacidad de predicción mejora al aumentar su número, lo que se debe tener en cuenta para futuras investigaciones (Machón *et al.*, 2007). Por otro lado, la *Figura 10b* muestra que para el caso de la concentración se presentan desviaciones mucho menores a las obtenidas en la *Figura 10a*, comprobando la buena capacidad de predicción del modelo para la concentración final de la solución.

**Figura 10. Flux de permeado (a) y concentración de la solución (b) alcanzado en las pruebas experimentales y el obtenido por el modelo para 2 h, utilizando la técnica de SGMD, con un flujo de aire de arrastre= 3,3 m<sup>3</sup>/min, a las diferentes condiciones de operación (Tabla 1).**

a)

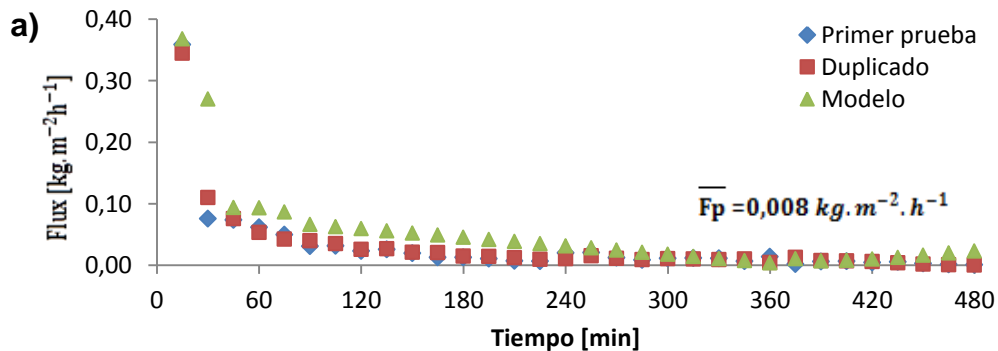


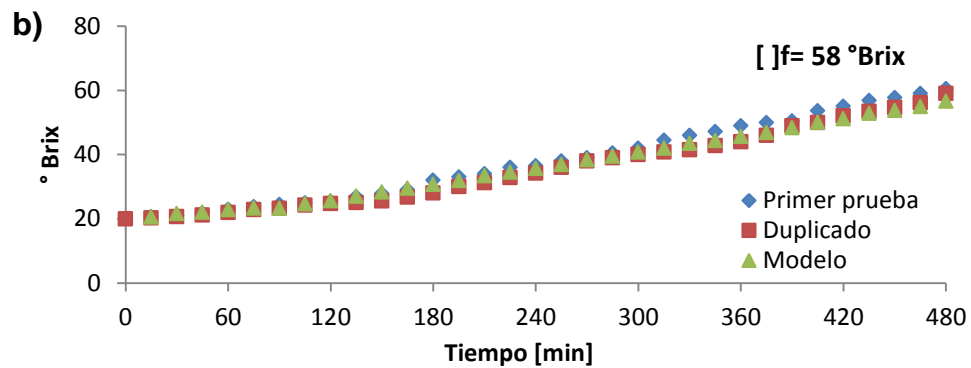
b)



En la *Figura 11a* y *11b* muestran el comportamiento del flux de permeado y la concentración de la solución de alimentación a lo largo del tiempo, obtenidos experimentalmente y por el modelo. En estas pruebas se utilizaron las mejores condiciones encontradas en la fase 1 (40°C, caudal de alimentación de 2,2 l/min y concentración inicial de 20 °Brix). Las pruebas se realizaron durante 8 h.

**Figura 11. a) Perfil de flux experimental y b) perfil de concentración de la solución de alimentación para una concentración inicial= 20 °Brix, T= 40 °C, caudal de alimentación de 2,2 l/min y flujo de aire de arrastre= 3,3 m<sup>3</sup>/min, utilizando una membrana de fibra hueca de PP.**





El comportamiento mostrado en la *Figura 11a*, confirma lo mencionado anteriormente en el análisis de resultados de la primera etapa, sobre la estabilización del flux después de un periodo de flux variable. Estas pruebas muestran que la estabilización se alcanza entre la tercera y la cuarta hora, con un flux promedio de permeado ( $\overline{Fp}$ ) de  $0,008 \text{ kg/m}^2\text{h}$ . Esto se debe a que a medida que el vapor de agua pasa al lado del permeado la diferencia de presiones de vapor de este componente se va reduciendo, llegando a un valor  $\overline{Fp}$  constante y a los sólidos que se acumulan en la superficie de la membrana (colmatación), dificultando el paso del vapor de agua a través de la misma (Cotamo, 2012). Además, al aumentar la concentración de la solución de alimentación es más difícil la evaporación del agua, debido a que su presión de vapor disminuye, necesitando de más energía para la volatilización de este componente, lo que conlleva a que haya un menor flujo hacia el permeado. Como se muestra en la misma *figura 11a*, aunque el flux toma un valor estable muy pequeño, este no es cero, lo que se puede comprobar en la *Figura 11b*, donde se observa que la concentración sigue aumentando en el tiempo. De esta misma figura se observa que se alcanza una concentración de 58 °Brix durante la prueba. En la literatura no se encuentran estudios de concentración de hidrolizados de almidón de yuca utilizando la técnica de destilación con membranas aunque sí hay para otros métodos de separación reportados para periodos cortos (2 h), concentrando de 10 °Brix hasta 38°Brix. Es importante mencionar que las pruebas realizadas en el presente trabajo se finalizaron al alcanzar las 8 h con el fin de evitar daños en la membrana

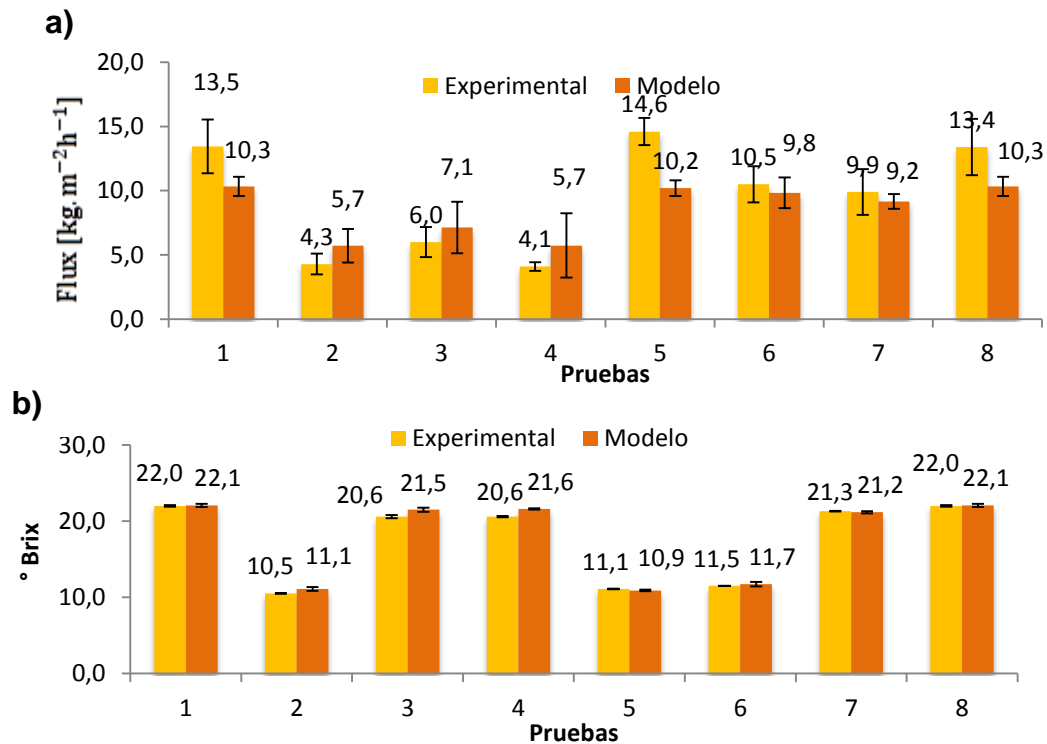
(colmatación irreversible), ya que a esta concentración el jarabe presentaba alta viscosidad, dificultando la fluidez del mismo.

### Resultados del modelo matemático utilizando la técnica de destilación con membranas al vacío

En la *Figura 12* se presenta el flux del permeado y la concentración del jarabe de glucosa obtenidos experimentalmente y por el modelo para la técnica VMD, bajo las condiciones mostradas en la *Tabla 2*. Todas las pruebas consideraron un tiempo de proceso de 2 h.

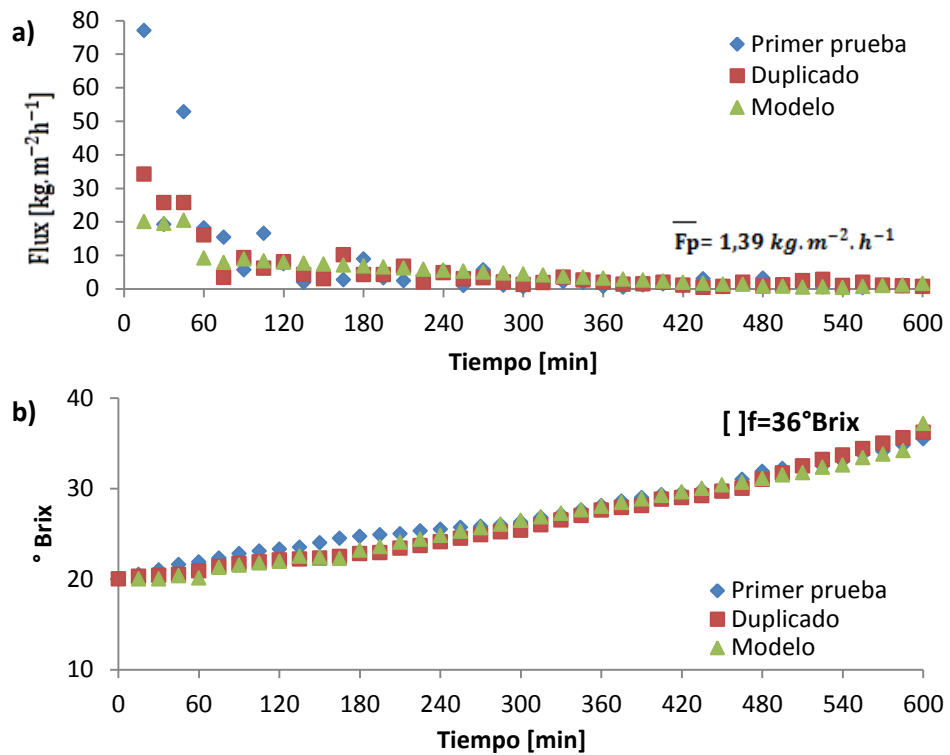
En la *Figura 12a* se observa, que para las pruebas 1, 5 y 8, las desviaciones del modelo se encuentran por fuera de las desviaciones de las pruebas experimentales. Dos de estas tres pruebas están al mayor nivel de caudal y temperatura utilizado, lo que es contradictorio con lo obtenido en SGMD. Este resultado podría explicarse por la falta de entrenamiento de la red, requiriendo mayor número de datos, lo que puede mejorarse al aumentar el número de experimentos (Machón *et al.*, 2007). En la *Figura 12b* se puede observar que las desviaciones obtenidas para el caso de la concentración del hidrolizado de glucosa, tanto de las pruebas como las obtenidas por el modelo, son más pequeñas; lo que permite afirmar que para esta variable existe una mayor capacidad de predicción del modelo que para el flux de permeado.

**Figura 12. Flux de permeado (a) y concentración de la solución (b) alcanzado en las pruebas experimentales y el obtenido por el modelo para 2 h, utilizando la técnica de VMD, a una  $P_{\text{vacío}}=0,1$  atm, a las diferentes condiciones de operación (Tabla 2).**



En la *Figura 13a* y *13b* se muestra el comportamiento del flux de permeado y la concentración de la solución de alimentación a lo largo del tiempo, obtenidos experimentalmente y por el modelo. En estas pruebas se utilizaron las mejores condiciones encontradas en la etapa 1 (60°C, caudal de alimentación de 2,2 l/min y concentración inicial de 20 °Brix). Las pruebas se realizaron por duplicado durante 10 h. Durante esta prueba también se evidenció un periodo para la estabilización del flux de permeado entre la tercera y la cuarta hora (*Figura 13a*). Pero a partir de la tercer hora el flux varía muy poco tomando un comportamiento estable, con un flux de permeado promedio ( $\overline{Fp}$ ) de 1,39 kg/m<sup>2</sup>h. Como se mencionaba anteriormente, esto se debe a que la diferencia de presiones de vapor del agua a cada lado de la membrana se va volviendo cada vez más pequeña, hasta llegar a un valor pequeño y constante, y al ensuciamiento de la membrana.

**Figura 13. a) Perfil de flux experimental y b) perfil de concentración de la solución de alimentación para una concentración inicial= 20 °Brix, T= 60 °C, caudal de alimentación de 2,2 l/min y P<sub>vacío</sub>=0,1 atm, utilizando membranas planas de PP.**



La *Figura 13b* muestra el perfil de concentración a lo largo del tiempo. De esta figura se observa que se alcanzaron concentraciones finales de 36 °Brix al cabo de 10 h de experimentación. Estos valores de concentración, menores si se comparan con la técnica de SGMD (y obtenidas en un mayor tiempo), se debe a que la evolución en el tiempo de la concentración del hidrolizado está directamente influenciada por la superficie membranaria. En esta prueba se requirió la utilización de un módulo con un tipo diferente de membrana, el cual utiliza una membrana plana con una superficie membranaria 620,5 veces más pequeña, comparada con la membrana de fibra hueca utilizada para SGMD. Vale la pena recordar que al trabajar con VMD utilizando el módulo membranario de fibra hueca, había una gran productividad, lo que ocasionaba que no se pudiera retirar el vapor de agua a la misma velocidad con la que se estaba separando, saturándose y condensándose dentro del módulo, deteniendo el proceso de concentración. Por este motivo se decidió trabajar con las membranas planas.

## **2.4. Análisis comparativo entre la destilación con membranas con otras técnicas de separación**

En esta sección se comparan las dos técnicas estudiadas con otros métodos de separación utilizando membranas para concentrar hidrolizados de almidón a condiciones de trabajo similares a los utilizados en nuestro estudio.

Martínez & Peñaranda (2013) realizaron un estudio en el grupo CICTA, sobre la técnica de evaporación osmótica (EO) para concentrar hidrolizados de almidón de yuca con el mismo módulo membranario de fibra hueca utilizado para este estudio con la técnica SGMD. Comparando los resultados obtenidos a las mejores condiciones de operación utilizados en EO (40°C, 10°Brix de alimentación y 1 l/min de caudal) durante 1 h, se alcanzó un flux de permeado de 1,5 kg/m<sup>2</sup>h, concentrando desde 10°Brix hasta 32 °Brix. Mientras que con SGMD (presente estudio) se obtuvo un flux de permeado 38 veces menor (0,0396 kg/m<sup>2</sup>h) y concentraciones finales promedios de 10,3 °Brix, utilizando la misma temperatura y concentración inicial de la solución reportadas por Martínez & Peñaranda (2013). En ambas técnicas de separación se utilizó un litro de alimentación inicial. Esta diferencia de resultados puede deberse a que en evaporación osmótica se utilizó una salmuera en el lado del permeado, lo que facilita y mejora la difusión de las moléculas de agua que atraviesan la membrana; para el caso de SGMD, el vapor de agua tiende a condensarse sobre la superficie membranaria disminuyendo el gradiente de presiones de vapor.

A pesar de que en la técnica de EO se obtiene flux de permeado y concentraciones mayores, en el tiempo el flux va a disminuir ya que a medida que pasa más vapor de agua a través de la membrana, la salmuera va aumentando su contenido en agua, disminuyendo así la diferencia de presiones parciales del agua a lado y lado de la membrana (fuerza impulsora para la EO). Este problema no se presentaría en SGMD, pudiendo alcanzar concentraciones más altas a lo largo del tiempo (*Figura 11b*).

En la técnica de VMD, trabajada en el presente estudio, se utilizaron membranas planas de polipropileno (PP) (área membranaria de  $0,00094 \text{ m}^2$  y volumen inicial de 1 l) concentrando soluciones desde  $10^\circ\text{Brix}$  hasta  $11,2^\circ\text{Brix}$  y un flux de permeado de  $7,84 \text{ kg/m}^2\text{h}$  durante 2 h. Se puede observar que en la técnica de EO, a pesar de que se obtiene concentraciones mayores a las obtenidas en VMD, se trabajan con flux de permeado 5,2 veces menores ( $1,5 \text{ kg/m}^2\text{h}$  para EO). Esto se debe a que en EO se utiliza un área membranaria 620,4 veces más grande que en la VMD. Como se mencionó anteriormente la técnica de EO, requiere que se regenere la salmuera, para poder continuar el proceso de concentración. Este problema no lo presenta la técnica de VMD, alcanzando concentraciones altas a lo largo del tiempo (*Figura 13b*)

Rodríguez & Sandoval (2011) estudiaron la técnica de Ósmosis Inversa (OI) como método de concentración de hidrolizados de almidón de yuca, utilizando membranas planas de PCI-AFC y FILMTEC. En dicho trabajo se escogieron las mejores condiciones de operación de  $35^\circ\text{C}$  y  $37,5 \text{ Bar}$ . Utilizando la membrana de FILMTEC (área membranaria de  $2 \text{ m}^2$  y volumen inicial de 20 l) se obtuvo un flux de permeado de  $0,075 \text{ kg/m}^2 \cdot \text{h}$  y concentrando de  $10^\circ\text{Brix}$  a  $25^\circ\text{Brix}$  en 25 min. Sin embargo, a medida que la concentración aumenta, la presión osmótica también lo hace, igualándose a la presión transmembra y deteniendo el proceso de separación. Por esta razón es considerada una técnica de preconcentración, pues inicialmente es muy productiva pero después el flux de permeado cae a cero. A pesar de que con la técnica de VMD y SGMD se obtienen concentraciones menores, son procesos más productivos a largo plazo, ya que no presentan el limitante de la presión osmótica y la regeneración de soluciones (salmuera). Además, que no necesitan trabajar con presiones elevadas lo que hace que el proceso sea menos costoso.

### 3. CONCLUSIONES

- Por primera vez se presenta el estudio de la influencia de las variables de operación para la concentración de Hidrolizados de Almidón utilizando las técnicas de destilación con membranas al vacío (VMD) y con gas de arrastre (SGMD), donde se encontró que las variables que presentaban una influencia significativa sobre el flujo de permeado fueron la temperatura y el caudal de alimentación. Se lograron obtener aumentos en el flux de 2,4 veces para SGMD y 3 veces para VDM, al realizar un aumento de la temperatura de 10°C en el caso de SGMD y 20°C para VDM; así mismo al aumentar el caudal de alimentación de 1,6 *l/min* a 2,2 *l/min*, el flux de permeado aumento 1,4 para ambas técnicas de concentración. Al comparar los flux obtenidos con las dos técnicas se puede observar que es mucho mayor el presentado con la técnica VMD, siendo esta la más productiva. Sin embargo, debe tenerse en cuenta que la permeabilidad total depende de la superficie membranaria utilizada.
- A partir de los datos experimentales obtenidos, se pudo realizar el modelamiento de las dos técnicas estudiadas utilizando redes neuronales de la herramienta Simulink de Matlab. Los resultados mostraron una buena capacidad para predecir el flux dentro de los rangos de operación estudiados. Mediante la simulación se realizó el seguimiento del proceso durante 600 min, logrando tener una buena predicción del proceso, en especial para valores de permeabilidad de estado estacionario. Sin embargo, es necesario mejorar la predicción de la red a través de la inclusión de un mayor número de datos experimentales.
- En el estudio también se compararon las dos técnicas con otros métodos de concentración, teniendo en cuenta los flujos de permeado y la concentración final obtenida por cada técnica. Se encontró que las técnicas de VMD y SGMD presentan ventajas sobre la OI y la EO, ya que no dependen de la concentración de la solución (caso de la OI), ni requieren la regeneración de los agentes de extracción para mantener su rendimiento durante la separación (caso de la EO).

#### **4. RECOMENDACIONES**

- Se recomienda analizar este proceso con caudales mayores a los trabajados y concentraciones iniciales más altas, ya que en este proyecto las concentraciones utilizadas fueron bajas con el fin de evitar la colmatación en la membrana.
- También se propone utilizar módulos de membranas con mayor superficie para aumentar la eficiencia del proceso.
- En el caso de la simulación con redes neuronales, la predicción es mucho mejor al aumentar los datos suministrados a la red, por esto otra recomendación sería aumentar el número de experimentos realizados para obtener un modelo matemático mucho más ajustado.

## BIBLIOGRAFÍA

- ACEVEDO, María Victoria y PARRA, Carlos Omar. Estudio del proceso de clarificación de hidrolizados de almidón de yuca utilizando membranas cerámicas. Trabajo de grado Ingeniero Químico. Bucaramanga: Universidad Industrial de Santander. Escuela de ingeniería química, 2013. 45p.
- AIDER, Mohammed y HALLEUX, Damien. Cryoconcentration technology in the bio-food industry: Principles and applications. *Food Science and Technology*, 42. 2009. 679–685.
- ALKHUDHIRI, A, DARWISH, N, HILAL, N. Membrane distillation: A comprehensive review. *Desalination*, 287. 2012. 2–18.
- ALKLAIBI, A.M & LIOR, Noam. Transport analysis of air-gap membrane distillation. *Journal of Membrane Science*, 255. 2005. 239–253.
- ANAYA, Camilo y BUENO, Paula. Simulación del proceso de evaporación de película descendente al vacío y con gas de arrastre mediante la técnica Redes Neuronales. Tesis de pregrado Ingeniero Químico. Colombia: Universidad Industrial de Santander. Escuela de Ingeniería Química, 2015. 45 p.
- BARÓN, Fredy. Estudio del método de destilación membranaria al vacío para la extracción de etanol a partir de soluciones acuosas. Tesis de pregrado Ingeniero Químico. Colombia: Universidad Industrial de Santander. Escuela de Ingeniería Química, 2012. 50 p.

BASHEER I.A y HAJMEER M. Artificial neural networks: fundamentals, computing, design, and application. *Journal of Microbiological Methods*, 43. 2000. p 3–31.

COTAMO, Ricardo. Estudio del método de destilación membranaria con gas de arrastre para recuperación de etanol en mezclas acuosas. Tesis de pregrado Ingeniería Química. Colombia: Universidad de Santander. Escuela de Ingeniería Química. 2012. 41 p.

DIAZ, Gloria y RAMOS, Dietmar. Estudio del proceso de producción en continuo de hidrolizados de almidón de yuca integrando hidrólisis enzimática y clarificación con tecnología de membranas. Tesis de pregrado Ingeniero Químico. Colombia: Universidad Industrial de Santander. Escuela de Ingeniería Química, 2015. 47 p.

GRYTA, Marek. Desalination of thermally softened water by membrane distillation process. *Desalination*, 257. 2010. 30–35.

JIAO, B, CASSANO, A, DRIOLI, E. Recent advances on membrane processes for the concentration of fruit juices. *Journal of Food Engineering*, 63. 2004. 303–324.

LEE, Jung-Gil & KIM Woo-Seung. Numerical modeling of the vacuum membrane distillation process. *Desalination*, 331. 2013. 46–55.

MACHON, I, LOPEZ, H, RODRÍGUEZ, J, MARAÑÓN, E. Simulation of a coke waste water nitrification process using a feed-forward neuronal net. *ScienceDirect*, 1382. 2007. 4-6.

MARTÍNEZ, Javier y PEÑARANDA, Alba. Planteamiento de un modelo matemático para la evaluación de la evaporación osmótica como método de

concentración de hidrolizados de almidón de yuca. Tesis de pregrado Ingeniero Químico. Colombia: Universidad de Santander. Escuela de Ingeniería Química. 2013. 53 p.

RODRÍGUEZ, Sonia. & SANDOVAL, Julie. Obtención de jarabes de glucosa a partir de la hidrólisis de almidón de yuca: etapas de preconcentración y concentración. Tesis de pregrado Ingeniero Químico. Colombia: Universidad de Santander. Escuela de Ingeniería Química. 2011. 42 p.

SHAO, F, HAO, F, NI, L, ZHANG, Y, DU, J. MENG, R, LIU, Z, XIAO, C. Experimental and theoretical research on N-methyl-2-pyrrolidone concentration by vacuum membrane distillation using polypropylene hollow fiber membrane. *Journal of Membrane Science*, 452. 2014. 157–164.

SURYANARAYANA, I, BRAIBANTI, A, SAMBASIVA, R, ANANTHA, V, SUDARSAN, D, NAGESWARA, G. Neural networks in fisheries research. *Science Direct*, 115. 2008. 23-27.

TIAN, R, GAO, H, YANGA, X.H, YANA, S.Y, LI, S. A new enhancement technique on air gap membrane distillation. *Desalination*, 332. 2014. 52–59.

TREYBAL, Robert. Operaciones de transferencia de masa. 2da edición, 1988. Pág.377.

TUPUNA, Y y SANTIAGO, D. Obtención de jugo clarificado concentrado de mortiño mediante el uso de tecnología de membrana. Tesis de pregrado Ingeniería Agroindustrial. Colombia: Escuela Politécnica Nacional. 2012. 144 p.

## ANEXOS

### ANEXO A PROTOCOLO DE LAVADO DEL MODULO MEMBRANARIO

Al final de cada prueba se realizó el lavado del módulo membranario de fibra hueca, siguiendo el protocolo mostrado en la siguiente figura:

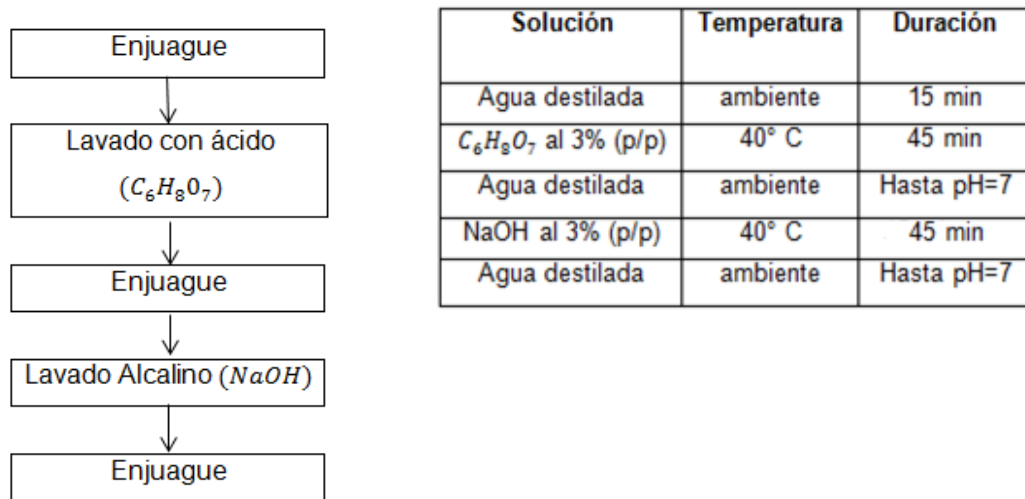


Figura 14. Condiciones de lavado para módulos membranarios. [Fuente: [www.liquicel.com/uploads/documents/Cleaning\\_Guide\\_CG119\\_Rev8\\_7\\_11\\_12.pdf](http://www.liquicel.com/uploads/documents/Cleaning_Guide_CG119_Rev8_7_11_12.pdf)]

**ANEXO B**  
**DIAGRAMA DE FLUJO DEL MODELAMIENTO MATEMÁTICO**

