

376

Señores

Superintendencia de Industria y Comercio

División de Nuevas Creaciones

E. S. D.

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO



No. 06-019254-00012-0000

Fecha: 2008-07-17 14:21:34 Dep: 2020 NUECREACION
Tm: 2 PATENTES Evt: 1 REGDEPOSITO
Act: 529 C/O INFORMACION Folios: 155

Ref: Expediente No. 06-019.254

**Solicitud de registro de patente de invención
denominada “AZÚCAR ENTERA”**

Solicitante: CENTRAL CASTILLA S.A.

INTERCONTINENTAL SUGAR USA, LLC.

Dario Cárdenas Navas, identificado como aparece al pie de mi firma y obrando en mi condición de apoderado de las sociedades **CENTRAL CASTILLA S.A.** e **INTERCONTINENTAL SUGAR USA, LLC**, solicitantes de la patente en referencia, a continuación me permito presentar los argumentos técnicos que demuestran lo irrelevantes que resultan los alegatos contenidos en las oposiciones presentadas en contra de la solicitud de patente de la referencia. En este punto, respetuosamente me permito solicitar a ese Despacho que en vista de los argumentos y pruebas técnicas que a continuación se enumeraran, no se acepten dentro del trámite de evaluación de patentabilidad las argumentaciones contenidas en las oposiciones presentadas por parte de las siguientes compañías:

- (i) **INGENIO RISARALDA S.A.**, representado por la Dra. Helena Camargo Williamson, que se opone a la concesión de la patente de la referencia argumentando falta de claridad, de novedad y nivel inventivo de la materia reivindicada.
- (ii) **INGENIO CARMELITA S.A.**, **CARLOS SARMIENTO L. & CIA.**, **INGENIO SANCARLOS S.A.** e **INGENIO LA CABAÑA S.A.**, representados por el Dr. Sergio R. Cabrera Manríquez, estas oposiciones se fundamentan en una supuesta violación a los artículos 14, 15, 16, 17, 18, 19, 20, 21, 42 y 43 de la decisión 486.

377
281

(iii) MANUELITA S.A., representada por el Dr. Juan Pablo Cadena Sarmiento; que fundamenta su oposición en la supuesta falta de novedad y nivel Inventivo de la materia reivindicada frente al estado de la técnica representado por los documentos **US 2,217,604 (D1), CA528715 (D2), CA724614 (D3), US 4,164,429 (D4) y GB 2,206,293 (D5)**;

(iv) Y finalmente, el INGENIO DEL CAUCA S.A. - INCAUCA S.A., representado por el Dr. Álvaro Correa Ordóñez, quien fundamenta su oposición en una falta de novedad, que sustenta basándose en:

- Libro "Azúcar refinado amorfo: Un antiguo producto, una nueva opción". Autor: A. Becerra. Pag. 277-280.
- Observaciones en la ocurrencia y naturaleza de polisacaridos en caña de azúcar. P. Hidi, K.S. Keniry, V.C. Mahoney and N.H. Paton. CRS Limited, Sidney, Australia.
- Azúcar Refinado Amorfo. PC JAIS. Sugrasoft S/C Ltda.. acucar@ig.com.br.
- Artículo "Producción de azúcar amorfo refinado en Brasil" publicado en "Buss Extrusion Technology" por Francisco M. D. Leao de Cia Uniao dos refinadores, Sao Paulo, Brasil, pag 1246-1254.

I. **En cuanto a la Claridad de la solicitud (Artículos 28 y 30 de la decisión 486).**

En las oposiciones presentadas por parte del INGENIO RISARALDA S.A., se afirma que la solicitud carece de claridad, por lo siguiente:

- A) En primer lugar, se refiere a la claridad del título de la presente solicitud, afirmando lo siguiente: *"La invención tiene como título "Azúcar Entera", el cual no esta acorde con el texto de las reivindicaciones, dado que allí se establece como objeto principal "Un método para producir azúcar entera"*".

En este punto, atentamente me permito manifestar a ese Despacho que **es deseo del solicitante modificar el título de la presente**

solicitud para incluir el método para obtener azúcar entera, el cual también es objeto de interés del solicitante. El nuevo título propuesto por el solicitante es: **"Azúcar Entera y Método para su Obtención"**.

El nuevo título, resulta mucho más ilustrativo de la materia objeto que se reclama en la presente solicitud de patente, y permite mayor claridad para que el lector de la solicitud pueda comprender fácilmente qué es lo que se reclama como novedoso e inventivo en la presente invención, sin que se este ampliando de ninguna manera el alcance original de la solicitud presentada.

- B) En segundo lugar, se refiere a las reivindicaciones de producto, afirmando lo siguiente: *"Las reivindicaciones de producto no son claras dado que no definen los productos reivindicados en términos de sus componentes, como así lo requiere la legislación."*

Sobre este particular, atentamente me permito manifestar que el intento que realiza la sociedad opositora Ingenio Risaralda S.A., para desvirtuar la claridad de las reivindicaciones de producto, de la presente solicitud, resulta del todo equivocado. En efecto, la argumentación presentada por parte de Ingenio Risaralda, resulta inaceptable, en vista de que la caracterización de un producto mediante su proceso de fabricación u obtención, es completamente aceptable en todas las oficinas de propiedad industrial de los países miembros de la CAN, toda vez, que en el numeral **4.6.8** titulado: **"Producto definido por su proceso de fabricación"**, del *"Manual para el Examen de Solicitudes de Patentes de Invención en las Oficinas de Propiedad Industrial de los Países de la Comunidad Andina"*, se establece lo siguiente:

"Las reivindicaciones de producto definidas en términos de un proceso de fabricación son admisibles solamente si los productos como tales cumplen los requisitos de patentabilidad, es decir, cuando entre otras cosas son nuevos e inventivos, y cuando no se pueden definir por sus características estructurales. Un caso típico es de los polímeros."

379
28/3

Preferentemente se deben redactar de la forma "Producto X obtenible por el proceso Y".¹

En conexión con lo anterior, resulta completamente claro que un producto que sea novedoso e inventivo, como el "azúcar entera" reivindicada, puede perfectamente ser caracterizado en la forma en que se hace en las reivindicaciones 5 y 6 de la presente solicitud. Como se demostrará mas adelante, tanto el proceso como el azúcar entera que se obtiene, resultan completamente novedosos e inventivos frente a lo conocido en el estado del arte de la producción de azúcar, debido a que hasta la aparición de la presente invención, no se conocía o se había empleado ningún procedimiento que permitiera obtener partículas de azúcar cristalizadas a partir de materiales con un contenido de sacarosa inferior al 95% preservando los nutrientes y los minerales provenientes de la caña de azúcar, sin necesidad de adicionarlos en una etapa posterior a la obtención del azúcar.

En consecuencia, el nuevo título propuesto, así como la correcta caracterización que se hace del producto, tal y como se establece en el citado Manual de Evaluación de Solicitudes de Patentes, el cual es editado por la misma secretaria de la Comunidad Andina, en colaboración con la Organización Mundial de la Propiedad Intelectual (OMPI), la Oficina Europea de Patentes (EPO), y las mismas oficinas de propiedad industrial de los países miembros de la CAN, permiten establecer por completo que la presente solicitud de patente resulta clara, cumpliendo con los requisitos exigidos en los artículos 28 y 30 de la Decisión 486.

- C) Con el fin de realzar la claridad de la presente solicitud, para evitar que se presenten interpretaciones equivocadas del verdadero objeto de la presente invención, es deseo del solicitante hacer precisión en que el hecho más importante en el cual se encuentra lo novedoso e inventivo de la solicitud de patente Colombiana No. 06-019.254, es que hasta antes de la publicación de la materia objeto de la presente

¹ Secretaria General de la CAN. "Manual para el Examen de Solicitudes de Patentes de Invención en las Oficinas de Propiedad Industrial de los Países de la Comunidad Andina". Quito., Ecuador., Junio de 2004., página 41.

invención, no existía dentro de ninguno de los antecedentes conocidos en el estado de la técnica un proceso de cristalización que permitiera obtener azúcar a partir de mieles, o materiales previamente agotados (ya se les ha extraído sacarosa) con bajos contenidos de sacarosa, para obtener no una masa sólida como la panela, la cual de ninguna manera es un cristalizado como el azúcar, pues corresponde a un sólido compactado gracias a la simple evaporación de su contenido de agua, por el contrario, lo que ahora se ha logrado obtener mediante el proceso ahora reivindicado, son unos cristales que de acuerdo con los principios científicos y técnicos existentes en la industria azucarera, solo se podían obtener cuando se empleaban como materia prima mieles (o jugos de caña) con altos contenidos de sacarosa, que permitían su cristalización.

Específicamente, en el presente caso los inventores han logrado superar esta barrera técnica, al lograr como fruto de su trabajo intelectual y material, proponer un novedoso método, en el cual sin partir necesariamente de materiales de alto contenido de sacarosa, pueden obtener un azúcar en forma de cristales amorfos (el término cristal amorfo, en el contexto de la presente invención, se refiere a la forma y el tamaño del grano obtenido por el método reivindicado, y resulta completamente diferente al azúcar "amorfo", citado por los oponentes, toda vez que dicho azúcar amorfo, que se produce en Brasil y Portugal, corresponde a un azúcar tipo refino, con un 99.9% de sacarosa).

Es precisamente, por lo anterior que es deseo del solicitante, aprovechar la polémica suscitada con la presente invención, para que de acuerdo con la legislación vigente en Colombia en materia de patentes, **se tenga en cuenta a la hora de evaluar la patentabilidad del proceso y del producto ahora reivindicados, que tanto el proceso reclamado que se lleva a cabo a partir de materiales cuyo contenido inicial en sacarosa es bajo**, debido a que son materiales agotados, como el **producto final "azúcar entera", que hereda dicha característica (bajo contenido de sacarosa) de su**

proceso de obtención, resultan nuevos y diferentes a los ya conocidos.

Por lo tanto, es evidente que en el presente caso, se esta reclamando propiedad sobre **un nuevo y diferente tipo de azúcar, cuyo bajo contenido de sacarosa, nunca alcanzará los altos niveles o al menos un nivel igual al contenido de sacarosa de los azúcares conocidos** (los azucares comunes tiene contenidos de sacarosa que siempre serán superiores al 95%), que han sido citados por parte de todas las compañías oponentes.

En conexión con lo anterior, resulta completamente apropiado, **solicitar respetuosamente a ese Despacho se sirva tener en cuenta, las modificaciones mencionadas a continuación, que desea realizar el solicitante dentro del capítulo reivindicatorio actualmente presentado**, específicamente, con el animo de hacer precisión sobre el alcance de la presente invención, para aclarar en forma apropiada, que de ninguna manera se pretende reivindicar un proceso y un producto que se encuentren inmersos dentro del alcance de los procesos y azúcares actualmente disponibles, sino que por el contrario, se limita la presente invención, a unos intervalos de pureza muy particulares, que no habían sido trabajados o aprovechados anteriormente, por ningún fabricante de azúcar.

- La modificación propuesta, consiste en reemplazar la expresión **"por lo menos 95% de sacarosa en peso, otros azúcares reductores, vitaminas y minerales."**, que se encuentra actualmente en la reivindicación 6 originalmente presentada, por la siguiente expresión: **"un porcentaje entre 91.9 y 95% en peso de sacarosa, otros azúcares reductores y minerales."** La anterior modificación propuesta, encuentra su debido sustento, en la precisión realizada por el solicitante, así como en la misma descripción y las reivindicaciones originalmente presentadas, en las cuales se evidencia que tanto el proceso como el producto reclamados, son obtenidos partiendo de materiales con bajo contenido de sacarosa.

- Adicionalmente, se han dispuesto las reivindicaciones originalmente presentadas en un formato de dos parte, que corresponde a un preámbulo, separado de la parte caracterizante por la expresión **“caracterizado por”**, sin modificar de ninguna forma el contenido de las mismas..

Adicionalmente, la precisión propuesta en cuanto que se limite el intervalo de pureza del azúcar entera al intervalo específico entre 91.9 y 95% en peso de sacarosa, es un hecho que se hace evidente a la luz del ejemplo ilustrativo que se encuentra dentro de la descripción originalmente presentada, específicamente en la página 21, tabla 3, en la que se aprecia un contenido máximo de 93% de sacarosa para el producto ejemplificado.

De otra parte, vale la pena llamar la atención de ese despacho, al hecho de que la nueva limitación propuesta, encuentra sustento práctico, hasta en los análisis realizados al producto objeto de la presente solicitud de patente, para ser presentados al Instituto Nacional de Vigilancia de Medicamentos y Alimentos –INVIMA– (ver anexos), con el fin de mostrar que **el producto “azúcar entera” es un producto natural, y que la presencia de minerales proviene de la novedosa producción de esta clase de azúcar y no de una adición (fortificación) posterior**, en el cual se puede apreciar que el contenido de sacarosa, **nuca excede el 95%, sino que se ubica en el intervalo que vas desde un valor de 91.9% hasta el 95% en peso de sacarosa.**

Lo anterior, concuerda con los datos obtenidos del análisis de calidad del producto “azúcar entera”, realizado en los laboratorios del ingenio Castilla, los días 07 de Septiembre de 2007, 30 de Julio de 2007, 25-26 de Abril de 2007, los cuales al ser revisados cuidadosamente, muestran un contenido de sacarosa, que siempre se mantiene en el intervalo ahora reivindicado, **dando purezas de 92.12% 94.08%, 92.56%, etc., pero nunca superiores al 95% del azúcar convencional o inferiores al 91.9%** propuesto como limite inferior de contenido de sacarosa.

Copia de los formatos en los cuales se consignaron los resultados de los análisis de calidad citados, se anexan como soporte al presente documento, con el fin de ilustrar ampliamente la motivación de la modificación propuesta, la cual además de aclarar algunos aspectos técnicos de la invención, también constituye una limitación adicional al alcance de la solicitud original, que se encuentra perfectamente en armonía con las exigencias del artículo 34 de la Decisión 486, toda vez que **no se amplía de ninguna manera el alcance de lo divulgado originalmente, sino que simplemente se aclara la misma materia objeto solicitada, y se limita el producto "azúcar entera" a un intervalo de pureza mucho más específico** que el originalmente reivindicado, permitiendo una mejor diferenciación de lo reivindicado, frente a lo ya conocido en el estado de la técnica..

II. Novedad y Nivel Inventivo de la solicitud No. 06-019.254

En vista de que las oposiciones presentadas, por todas y cada una de las sociedades opositoras, argumentan la falta de novedad y nivel inventivo del método y el azúcar entera que se reclaman en la presente solicitud de patente, atentamente me permito presentar argumentos y pruebas técnicas, que demuestran que tanto el proceso como el producto (azúcar entera) que se reivindican, no sólo resultan novedosos, sino que además son completamente inventivos frente tanto a los procesos ancestrales citados por algunos de los oponentes, como a los procesos mas modernos de obtención de azúcar amorfo, blanco y refinado, que son citados como anterioridades para afectar la patentabilidad de la presente invención.

En este capítulo cobra vigencia el concepto del profesor Breuer²:

«La novedad de los procedimientos, es decir, el invento, puede consistir: a) en la agregación de alguna nueva etapa; d) en tratar materiales en sí conocidos en forma también conocida en sí, pero que no había sido usada para el tratamiento de esos materiales.....En forma general, puede decirse que el nuevo procedimiento puede caracterizarse

² Breuer, C.M. "Tratado de Patentes de Invención". Vol. I. Abeledo-Perrot Editores. Buenos Aires. Argentina. 1957. páginas 158 y 161.

como invención: a) en la manera de operar; b) por los materiales que son operados, y c) por ambas cosas a la vez. En todos los casos – y como ocurre respecto de todas las demás invenciones – la pauta acerca de si existe o no invención nos la dará el resultado....El procedimiento químico puede producir un nuevo resultado y ser, por consiguiente, patentable: [...] (c) cuando mediante una o más reacciones practicadas en forma conocida, se tratan productos que nunca habían sido empleados para obtener el resultado perseguido.» (el subrayado es nuestro para destacar)

1. Novedad y Nivel Inventivo del método:

En cuanto a la supuesta falta de novedad y nivel inventivo del **método reclamado en las reivindicaciones 1 a 4** de la solicitud **No. 06-019.254**, que es argumentada en forma muy similar en cada uno de los seis documentos de oposiciones presentados, atentamente me permito presentar los siguientes argumentos:

En primer lugar, es necesario llamar la atención del señor Examinador al hecho de que si bien es cierto que desde épocas antiguas el hombre que habitaba algunas regiones del Asia, como por ejemplo la región que actualmente se conoce como la India, llevaba a cabo un procesamiento rudimentario de la caña de azúcar para obtener una masa dulce de bajo contenido de sacarosa, y que a partir de dichos procesos rudimentarios se han ido a lo largo de los años, haciendo mejoras hasta llegar a métodos de cristalización de la sacarosa contenida en los jugos de la caña de azúcar para la obtención del azúcar, en partículas de alto contenido de sacarosa, métodos estos que han permitido su industrialización.

Es igualmente cierto que con los procesos conocidos, del jugo de la caña se puede obtener: panela o raspadura por métodos artesanales, o azúcar cristalizada con al menos 95% de sacarosa por métodos industriales, y los expertos en la industria azucarera, **NO habían podido desarrollar un método para la obtención de azúcar cristalizada en forma de partículas, cuando el material de partida**

385

contenía una proporción mayor de elementos nutrientes no sacarosa que implica que el contenido de sacarosa en el material de partida sea menor de 95% [material de partida de baja pureza].

1.1 Diferenciación con la Panela:

Ahora bien, en las oposiciones presentadas por parte de los Ingenios CARMELITA S.A., CARLOS SARMIENTO L. & CIA. INGENIO SANCARLOS S.A. e INGENIO LA CABAÑA S.A., el representante de dichas compañías, intenta en forma completamente equivocada, hacer entender al señor Examinador, que el proceso de obtención de la panela (ver diagrama 1), es idéntico al proceso propuesto en la presente solicitud de patente (ver numeral 3.15. de las citadas oposiciones).

Sin que el señor examinador pierda de vista que la panela se diferencia del azúcar, pues según la definición legal de la Panela esta es: "Producto natural obtenido de la extracción y evaporación de los jugos de la caña de azúcar, elaborado en los establecimientos denominados trapiches paneleros o en las centrales de acopio de mieles vírgenes, en cualquiera de sus formas y presentaciones"³, mientras que el azúcar, que también es un producto obtenido a partir del jugo de la caña, es un producto natural obtenido a partir de la extracción sucesiva de sacarosa de las mieles resultantes del proceso industrial que se lleva en los ingenios azucareros, mediante su cristalización [de la sacarosa], es importante llamarle la atención sobre que existen claras diferencias en las propiedades fisicoquímicas entre la panela y el azúcar entera (tal y como se evidencia en la siguiente tabla), en la solubilidad y en la presencia de sólidos sedimentables al realizar la disolución de ambos productos en agua.

TABLA COMPARATIVA			
	Unidades	Azúcar Entera	Panela
Calcio	mg/100gr	94±30	40 a 100
Sodio	mg/100gr	3.7±0.87	19 a 30
Potasio	mg/100gr	352±44	10 a 13
Hierro	mg/100gr	4.1±1.4	10 a 13
Magnesio	mg/100gr	52.2±5.5	70 a 90
Cobre	mg/100gr	N.A	0.1 a 0.9

³ Resolución número 779 de 2006 del Ministerio de la Protección Social.

Fosforo	mg/100gr	N.A	20 a 90
Vitamina B1 (Tiamina)	mg/100gr	N.D	0,01
Vitamina B2 (Riboflavina)	mg/100gr	N.D	0,06
Vitamina E	mg/100gr	N.D	111,3
Vitamina C	mg/100gr	N.D	7
Vitamina B6	mg/100gr	N.D	0,01
Pol	°S	93± 1,1	min 83
Humedad	%	0,69 ±0,22	4
Calorias	KCal/100 gr	390±2,4	220
Azucares reductores	%	1,8 ±0,66	5,5

Las diferencias entre la panela y el azúcar entera son el resultado del método de fabricación del azúcar entera muy diferente al de la panela, como a continuación explicamos:

Si bien la obtención de panela permite solidificar en una masa el jugo de la caña de azúcar con un contenido menor al 95% de sacarosa, dicho proceso jamás puede tener como resultado una concentración de sacarosa mayor al 91,2%, y NO permite la cristalización de partículas sueltas, como si ocurre con el proceso específico objeto de la presente invención. Por lo anterior, es claro que el proceso de obtención de panela, incluyendo la panela molida, en la cual primero se obtiene la panela en masa y posteriormente se muele, que se consigue comercialmente, es completamente diferente al proceso ahora reclamado, y por lo tanto, no permite que una persona medianamente versada en la materia pueda llegar a obtener un proceso en el cual se produzca azúcar en partículas cristalizadas sueltas, con todas las propiedades nutricionales de la caña de azúcar.

Aún más, otra diferencia técnica completamente esencial entre el proceso reivindicado y el proceso industrial de obtención de panela, que tampoco podría ser derivada en forma obvia del arte de la producción panelera, se encuentra el hecho de que el proceso de la panela emplea como materia prima una miel virgen, mientras que en el proceso ahora reivindicado para la producción de azúcar entera, se emplean materiales provenientes de etapas intermedias de la producción de azúcar tradicional.

Dicha diferencia, implica que el método reivindicado, no emplea materiales vírgenes, sino que son materiales resultado del proceso de

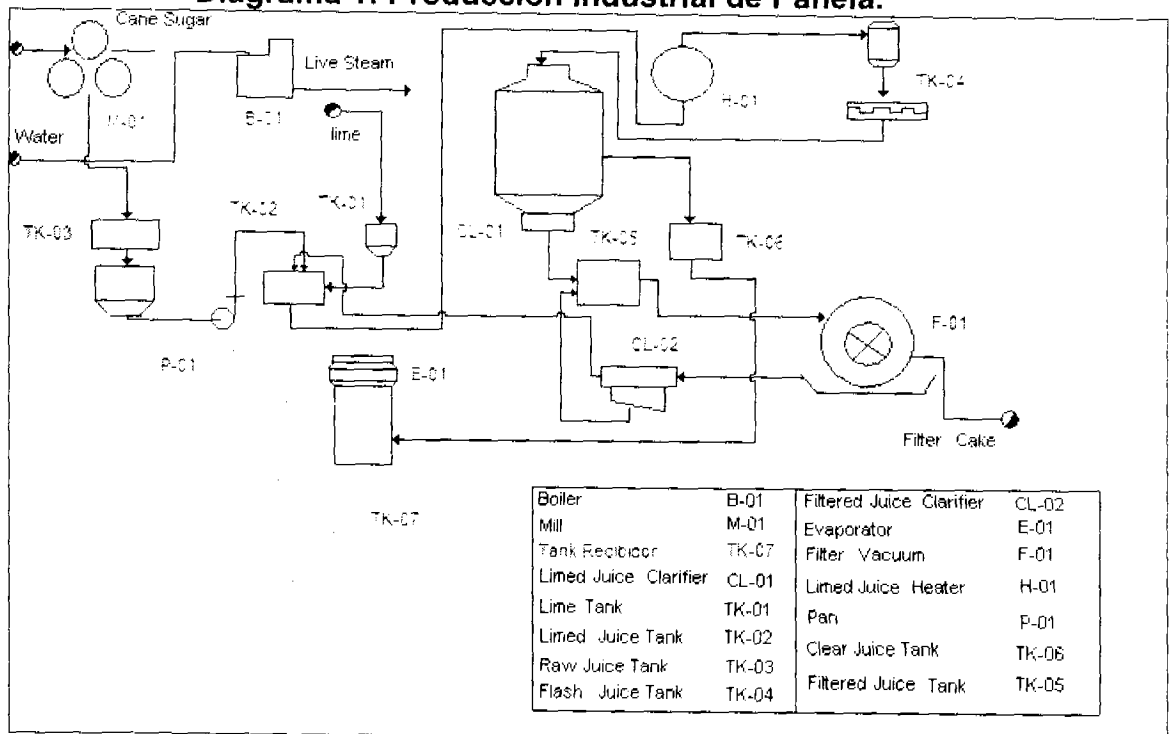
agotamiento de las mieles, lo que quiere decir, que son materiales en los cuales ya se ha hecho extracción de sacarosa, por lo cual, no sería obvio para una persona medianamente versada en la técnica que conoce la producción de panela, pensar en llegar a obtener un azúcar entera, con todas las propiedades nutricionales de la caña de azúcar, mediante un método en el cual los materiales de partida son materiales a los cuales les ha sido extraída previamente parte de la sacarosa, proceso de extracción de sacarosa que no realizan los trapiches paneleros.

En el caso de la panela, no es posible obtener productos con contenido de sacarosa mayor a 91.2% debido a que no hay separación de los otros materiales presentes en el jugo de la caña (elementos no-sacarosa). Solo se presenta una etapa de evaporación del agua para la posterior cristalización de la miel virgen concentrada y al final obtener un producto que contiene todos los materiales sacarosa y no-sacarosa presentes en el jugo. En el caso del azúcar es posible obtener un producto final con contenidos de sacarosa mayores debido a que se realiza separación de la sacarosa de los “elementos nutrientes no-sacarosa”, mediante procesos de agotamiento en los cuales la sacarosa contenida en las mieles se concentra formando cristales para seguirse depositando en los ya formados, enriqueciéndolos, proceso este que se realiza en un medio conocido como masa cocida, proceso del cual resultan los materiales que son utilizados como materia prima en la fabricación de azúcar entera.

Por lo anterior, tanto el método reivindicado como los mismos materiales de partida empleados, son completamente diferentes y NOVEDOSOS frente a los de la producción panelera, sin que nada en la técnica de producción de panela pueda anticipar o sugerir el novedoso método reivindicado, por lo cual también resulta INVENTIVO frente a lo conocido en la industria.

388
392

Diagrama 1: Producción Industrial de Panela.



Para concluir este punto, es importante que el señor Examinador repare que por ser este método de producción de azúcar entera diferente al de producción de la panela, se obtiene como consecuencia de él un producto diferente a la panela, principalmente por su contenido de sacarosa y solubilidad como se indicó anteriormente, y que en las oposiciones de Manuelita S. A. e Incauca S. A. estas sociedades reconocen que el azúcar entera no es panela sino un tipo de azúcar amorfo, en lo que aciertan, aunque yerran al compararla con un azúcar refino amorfo como se explicará más adelante.

1.2 Diferenciación con el Azúcar:

De otra parte, a lo largo de los seis memoriales de oposición a la presente invención, se comentan y muestran diagramas en los cuales se ilustran los procesos tradicionales para obtener azúcar de diferentes tipos, tal como azúcar crudo, blanco, blanco especial, incluyendo los azucares amorfos refinados que se producen ampliamente en Brasil y Portugal, y se pretende con esto demostrar que cualquiera de dichos procedimientos resulta idéntico al propuesto por el solicitante de la presente invención; sin embargo, en ninguna de

las argumentaciones presentadas por parte de las seis compañías opositoras, se tiene en cuenta que existen dos (2) tipos de cristalización: cristalización por semillamiento y cristalización espontánea.

La cristalización por semillamiento consiste en introducir polvo fino de azúcar (tamaño de aproximadamente 0.010 mm) en una zona de sobresaturación conocida como meta-estable, en la cual no hay formación de cristales nuevos, pues los cristales introducidos en forma de polvo fino crecen, al alimentarse con la sacarosa presente en la miel. Esto produce la formación de dos fases definidas, una sólida y una líquida; la sólida esta compuesta solo por cristales de sacarosa, y la líquida (miel) que tiene además de sacarosa, otros componentes como los nutrientes, minerales, etc, que son los aportantes de turbiedad a la solución, por las características físicas y organolépticas de estos tipos de azúcar, es necesario someter el material a un proceso de centrifugación, en el cual se separan los cristales de la miel. Esta separación no es total ya que según el tipo de azúcar que quiera producir, queda un remanente de miel que recubre el cristal. Por ejemplo para el caso de azúcar blanco se lava más el azúcar para quitar más miel, y en el caso del azúcar crudo se lava menos y queda con una película más gruesa de miel, lo cual le aporta el color y la turbiedad al azúcar. En todos estos casos el porcentaje de sacarosa fluctúa entre el 95% y el 99,9%.

En nuestro caso aplica la cristalización espontánea, mientras que en todos los procesos citados por parte de las compañías oponentes, se evidencia la cristalización por semillamiento (ver diagrama anexo a las tres (3) oposiciones presentadas por el Dr. Sergio R. Cabrera Manriquez, así como también los diagramas de proceso presentados en los documentos D1 a D5 de las oposiciones presentadas por el Dr. Juan Pablo Cadena Sarmiento en nombre de Manuelita S.A., y los presentados en los anexos de las oposiciones de INCAUCA S.A.).

Para efectos de entender la operación bajo la cual se fundamenta y se diferencia los métodos de cristalización de los tipos de azúcares

mencionados, es importante y necesario definir que la cristalización es una operación unitaria, propia de cada material y que se presenta bajo ciertas condiciones que permiten mantener las soluciones en un estado de sobresaturación. El nivel de sobresaturación⁴ para la elaboración de cada tipo de azúcar debe ser diferente, y es necesario considerar la pureza del material. Esta última es importante ya que a medida que disminuye la pureza del material en consideración es más difícil alcanzar la saturación de la solución de sacarosa y por tanto la cristalización de la sacarosa, debido a la viscosidad que presentan los materiales al disminuir la pureza.

Otra consideración importante es que los cristales no aparecen con el solo hecho de alcanzar la sobresaturación, ya sea por evaporación o por enfriamiento más allá del punto de saturación, ya que la viscosidad retarda la cristalización, es por esta razón que en una solución sobresaturada no necesariamente hay presencia de cristales de sacarosa. Por otra parte, a menor pureza es necesario llevar los materiales a mas altas temperaturas para alcanzar la sobresaturación, estas altas temperaturas traen consigo la generación de azúcares reductores que son los principales causantes de la alta viscosidad en las soluciones y la baja solubilidad.

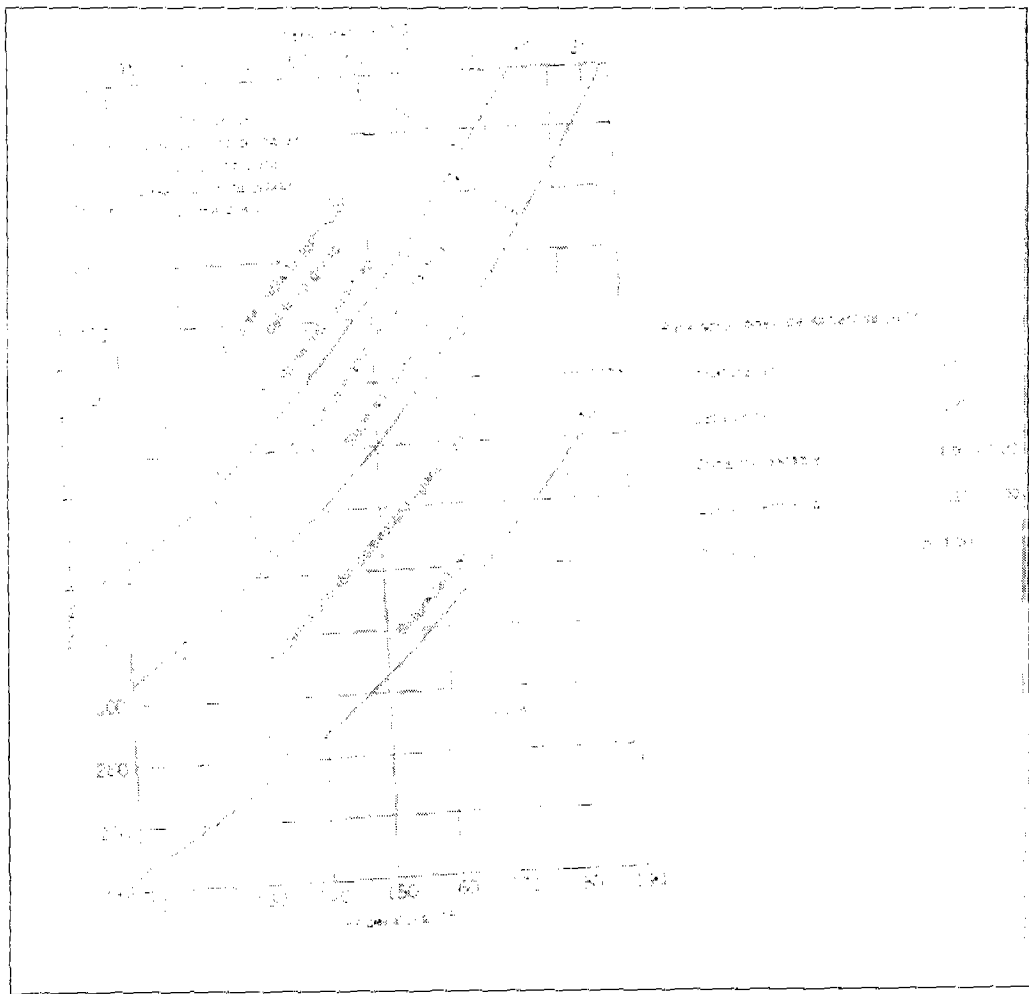
A bajas purezas la zona lábil se alcanza a mayor concentración que a purezas altas y es por esto precisamente, que se dificulta mucho mas la cristalización de forma espontánea; por ejemplo, con purezas entre 75% - 80%, la sobresaturación esta en cerca del 1,25, con purezas del 70% la sobresaturación esta cerca del 1,30 y con purezas del 60% la sobresaturación esta cerca del 1,55. Bajo estas condiciones y teniendo en cuenta que nuestro caso es el de una cristalización espontánea a bajas purezas, se ha creado el nuevo e inventivo proceso de la presente invención, en el cual se han hecho las siguientes consideraciones para lograr el objetivo propuesto:

⁴ La sobresaturación es el estado en el cual hay mayor cantidad de sacarosa que la que el agua contenida en la solución puede disolver y es una condición necesaria para que haya cristalización. Existen dos zonas de sobresaturación: Zona Meta estable: Es aquella en la cual sólo hay crecimiento de cristales y la Zona Lábil: es aquella en la cual hay formación de cristales sin necesidad que otros existan (Ver gráfico tomado del "Manual del azúcar de Caña" de James P. Chen)

391
225

- a) Se ha considerado que la velocidad de cristalización es baja en materiales de baja pureza y que la viscosidad (característica de los materiales de baja pureza) retarda la velocidad de cristalización,
- b) Se ha llevado el material de partida (materiales provenientes de etapas intermedias en la producción de otros azúcares) al grado de sobresaturación requerido en la zona lábil, y
- c) Se disminuye la temperatura de manera violenta con el fin de mantener una velocidad constante de cristalización que a su vez aumenta el grado de sobresaturación y disminuye aun más la solubilidad de la sacarosa, razón por la cual esta tiende a desprenderse de la solución y se cristaliza de forma espontánea.

A continuación copiamos un gráfico que aparece en la página 327 del "Manual del azúcar de Caña" del señor James P. Chen en el que se establece las curvas de supersaturación para la sacarosa pura:

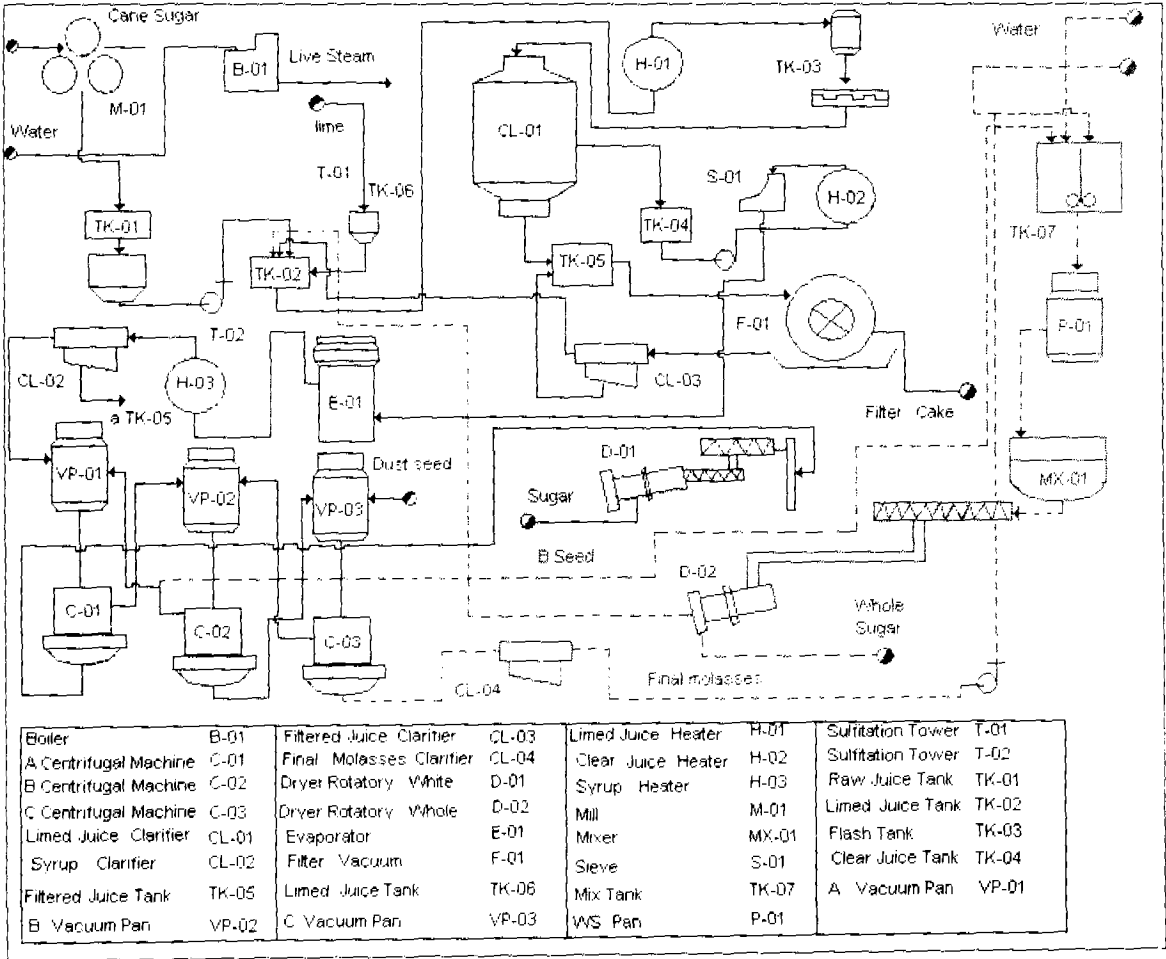


392

Las anteriores consideraciones han llevado a los inventores a proponer el novedoso método presentado en las reivindicaciones 1 a 4 de la presente solicitud, el cual a pesar de emplear materiales agotados (ya se les ha extraído sacarosa), comunes en la industria de la producción de azúcar, permite la obtención de un producto completamente NOVEDOSO e INVENTIVO, toda vez que, dicho producto "azúcar entera", contiene todos los nutrientes y minerales provenientes de la caña de azúcar, sin necesidad de adicionarlos en etapas posteriores al azúcar como se ha hecho hasta el momento.

El **diagrama 2**, ilustra perfectamente las claras diferencias técnicas existentes entre los procesos comunes de obtención de azúcar, que son citados por parte de los oponentes, los cuales se aprecian en líneas continuas oscuras, mientras que el novedoso proceso reivindicado en la solicitud **No. 06-019.254**, esta representado en líneas punteadas mas claras (azules).

Diagrama 2. Producción de azúcar crudo vs. Producción de "azúcar entera".



303
357

En este diagrama es fácil reconocer que no se trata del mismo proceso tradicional de obtención de azúcar como equivocadamente lo han interpretado las seis compañías oponentes, sino que por el contrario, es un proceso alternativo y diferente que a partir de materiales agotados en las etapas del proceso convencional permite obtener un "azúcar entera" de una calidad y propiedades superiores frente a los azúcares obtenidos por los métodos tradicionales.

En vista de lo anterior, es claro que tanto el proceso como el producto solicitados por los inventores de la presente solicitud de patente, son completamente novedosos y de ninguna manera pretenden proteger los procesos ya conocidos en la tradición de la industria azucarera. Por lo tanto, no existe una motivación cierta, que demuestre que la presente invención sea un intento de monopolizar la producción de azúcar, pues a pesar de la concesión del privilegio de patente para la materia objeto ahora reivindicada, es evidente que las compañías opositoras que pertenecen a la industria azucarera podrían seguir desarrollando sus métodos actuales de producción y elaborando sus productos, porque lo que se solicita ahora es referente a un producto y método distintos a los que existen actualmente.

Al comparar el proceso de la presente invención (diagrama 2), con los procesos citados por parte de las compañías opositoras, tanto los tradicionales, como los de la industria del azúcar de Brasil y Portugal, y especialmente, los mencionados dentro de los documentos **US 2,217,604 (D1)**, **CA528715 (D2)**, **CA724614 (D3)**, **US 4,164,429 (D4)** y **GB 2,206,293 (D5)**; citados en las oposiciones de MANUELITA S.A., y los documentos 1) "Azúcar refinado amorfo: Un antiguo producto, una nueva opción. 2) Observaciones en la ocurrencia y naturaleza de polisacaridos en caña de azúcar. 3) Azúcar Refinado Amorfo. PC JAIS. 4) Artículo "Producción de azúcar amorfo refinado en Brasil" publicado en "Buss Extrusion Technology", citados por INCAUCA S.A., una persona con conocimientos medios en la industria, podrá notar que los procesos citados caen dentro de lo ilustrado en líneas

394

la materia pueda deducir en forma obvia o evidente el nuevo método reivindicado, toda vez que en ninguno de los documentos citados por los opositores, se menciona o al menos se sugiere la combinación específica de materiales agotados en las etapas de los procesos convencionales, con una forma de operar completamente diferente, en la cual dichos materiales de bajo contenido de sacarosa, primero se sobresaturan eliminando agua y posteriormente, se cristalizan espontáneamente para obtener partículas sueltas de un azúcar que conserva todos los nutrientes, y minerales de la caña de azúcar.

Después de una atenta lectura de las patentes citadas en las oposiciones de Manuelita S.A e Incauca S.A, se concluye que todas las patentes invocadas como el estado de la técnica tratan sobre la cristalización de la sacarosa pura para maximizar la extracción de sacarosa, buscando producir azúcar a mayores rendimientos. Es así como, todos los métodos revisados buscan trabajar con mieles y masas de alta pureza y baja viscosidad buscando mejores condiciones para la cristalización; lo anterior es opuesto al método que se esta patentando, dado que con él se busca la cristalización con elementos nutrientes no sacarosa, induciendo la cristalización a bajas purezas, lo que a todas luces es una novedad.

Igualmente se puede concluir de la lectura de tales patentes que diferentes oficinas de patentes encontraron nivel inventivo en los métodos novedosos propuestos en ellas, aun cuando se sirvieron de métodos, materiales, herramientas y equipos conocidos para producir un producto igual al hasta el momento producido, azúcar. Mientras que el que ahora se propone está logrando producir un resultado no conocido, ni producido por otro método. Por todo lo anterior, respetuosamente solicito a ese despacho no tener en cuenta las oposiciones presentadas por las seis (6) compañías oponentes, toda vez que como se ha demostrado, ninguno de los argumentos presentados en sus memoriales de oposición resulta relevante para desvirtuar la novedad y la altura inventiva del proceso reivindicado en la presente solicitud de patente, toda vez que se presentan claras

395

continuas (lo conocido) en dicho diagrama 2, mientras que el proceso ahora reclamado es diferente a los anteriores, a pesar de que incluye operaciones unitarias ya conocidas.

A este respecto, nuevamente dirijo la atención de ese Despacho a la lectura de algunos párrafos del profesor Breuer⁵, en donde se establece lo siguiente: **"La novedad de los procedimientos, es decir, el invento, puede consistir: a) en la agregación de alguna nueva etapa; d) en tratar materiales en sí conocidos en forma también conocida en sí, pero que no había sido usada para el tratamiento de esos materiales.....**En forma general, puede decirse que el nuevo procedimiento puede caracterizarse como invención: a) en la manera de operar; b) por los materiales que son operados, y c) por ambas cosas a la vez. En todos los casos – y como ocurre respecto de todas las demás invenciones – la pauta acerca de sí existe o no invención nos la dará el resultado.....El procedimiento químico puede producir un nuevo resultado y ser, por consiguiente, patentable: [...] (c) cuando mediante una o más reacciones practicadas en forma conocida, se tratan productos que nunca habían sido empleados para obtener el resultado perseguido." (El subrayado es nuestro).

En el presente caso, el modo de operar mediante las etapas del procedimiento de la presente invención permite llegar a obtener un nuevo producto de "azúcar entera" de alta calidad y que conserva los nutrientes y minerales de la caña de azúcar, esto es, **el resultado**. Por lo tanto, es evidente que el procedimiento para obtener "azúcar entera" de la presente invención también es novedoso, toda vez que permiten llegar a un resultado nuevo, no conocido hasta el momento en el estado de la técnica.

En este punto, vale la pena llamar la atención de ese despacho al hecho de que lo realmente importante, es que los procesos tradicionales mostrados en el diagrama 2, frente al nuevo método, **no sugieren o permiten que una persona medianamente versada en**

⁵ Breuer, C.M. "Tratado de Patentes de Invención". Vol. I. Abeledo-Perrot Editores. Buenos Aires. Argentina. 1957. páginas 158 y 161.

diferencias técnicas que no habrían podido haber sido anticipadas de manera obvia por una persona medianamente versada en la materia a partir de las enseñanzas de los métodos tradicionales de producción de azúcar, y mucho menos de los métodos específicos que se mencionan en algunos de los diferentes documentos citados en las oposiciones de las seis compañías que han demostrado interés en la negación de un proceso nuevo que NO afectaría sus intereses, pues como se mostró en el diagramado 2, no reivindica de ninguna manera los procesos que dichas empresas emplean actualmente, por lo cual pueden continuar la comercialización de sus productos aún cuando sea concedido el privilegio a la materia objeto de la solicitud **No. 06-019.254**,

2. Novedad y Nivel Inventivo del producto:

Si bien se ha demostrado con los anteriores argumentos presentados que el proceso reclamado en las reivindicaciones 1 a 4 de la presente solicitud sí resulta novedoso e inventivo a pesar de la existencia de diferentes métodos de producción de azúcar empleados en la industria; ahora se hace necesario demostrar que el producto obtenido "Azúcar Entera", también es completamente novedoso e inventivo, y que **NO se trata del mismo azúcar amorfo que actualmente se comercializa**, tal y como en forma equivocada se sugiere en las oposiciones presentadas por las seis compañías interesadas.

En vista de lo anterior, es deseo del solicitante presentar a continuación algunas diferencias existentes entre los azúcares actualmente conocidos y el "Azúcar Entera" reclamada en las reivindicaciones 5 y 6 de la presente solicitud de patente, que hacen que este producto resulte diferente frente a los azúcares comercializados actualmente, por lo cual tampoco sería obvio para una persona medianamente versada en la materia.

- **EI AZUCAR BLANCO**: Es un producto cristalizado obtenido a partir del jugo de caña de azúcar, el cual es **sometido a procesos de purificación, decoloración, concentración,**

397
10/

- cristalización por semillamiento y separación centrífuga, constituido por cristales de sacarosa sueltos.
- **AZUCAR CRUDO**: Es un producto cristalizado obtenido a partir del jugo de caña de azúcar, el cual es sometido a procesos de purificación, concentración, cristalización por semillamiento y separación centrífuga, constituido por cristales de sacarosa sueltos, recubiertos con una película de miel.
 - **AZUCAR REFINO**: Es un producto cristalizado por semillamiento constituido esencialmente por cristales de sacarosa sueltos, **obtenidos a partir de fundición de azúcar crudo o blanco, y sometido de nuevo a procesos de purificación, decoloración y cristalización por semillamiento.**
 - **AZUCAR AMORFO**: Es un producto cristalizado espontáneamente constituido por cristales pequeños de sacarosa, obtenidos a partir de fundición de azúcar blanco o refino y sometido a procesos de purificación, decoloración, concentración y cristalización.
 - **AZUCAR ENTERA**: Es un producto **cristalizado espontáneamente** constituido por cristales pequeños de sacarosa, obtenidos a partir mezclas de materiales de baja pureza (agotados) tomados en puntos intermedios del proceso de elaboración de azúcar blanco o crudo, y sometidos a un proceso de concentración y cristalización.

Además, de las diferencias técnicas existentes entre los productos, desde el punto de vista de su origen, es decir, del proceso de obtención de los mismos, existen claras diferencias técnicas en sus propiedades fisicoquímicas y organolépticas, que son consecuencia del proceso mediante el cual fueron obtenidos, y que de ninguna manera serían fáciles de deducir o anticipar a partir de los conocimientos existentes en el estado de la industria azucarera. Es importante resaltar que además de las diferencias fisicoquímicas y organolépticas de este tipo de azúcar, el azúcar entera contiene minerales con cualidades nutricionales que no son adicionados durante el proceso de fabricación, sino que han sido conservados desde el jugo de la caña mediante el novedoso proceso de

fabricación, que diferencia el azúcar entera frente a los azúcares tradicionales, cuya propiedad nutricional es principalmente su aporte de energía. Queremos advertir que el método y el producto que se reivindican tienen tal nivel inventivo que dentro de las objeciones mismas se comprueba que para personas del oficio versadas en materia técnica de producción de azúcar, esta invención les parece “imposible”; así lo reconoce Manuelita S. A., uno de los opositores cuando en su escrito de oposición (página 4), segundo párrafo del ítem 3.3 que señala:

“Por otro lado la adición de minerales y vitaminas al azúcar cristalizado es una imposibilidad técnica. En primer lugar el proceso de supersaturación se lleva a cabo a temperaturas que destruirían las vitaminas, y el proceso de cristalización separaría los minerales de los cristales de azúcar y los mismos serían arrastrados con las melazas en el proceso de centrifugación” (hemos subrayado para destacar).

Por lo anterior, es importante decir que el proceso que se patenta se realiza de tal forma que se no se separan los minerales de la sacarosa y que en la última reivindicación de la patente se presenta una tabla en la cual se muestra las propiedades físico-químicas del producto y se reivindica el mismo, es decir que sí incluimos estas características en las reivindicaciones.

Por lo tanto, a continuación se presenta un cuadro comparativo en el cual se resumen las características propias de cada uno de los tipos de azúcar conocidos actualmente y las del nuevo producto (azúcar entera) reivindicado:

Cuadro comparativo: Diferentes tipos de azúcares frente al “azúcar entera”

Propiedades Físicoquímicas	Azúcar Blanco	Azúcar Crudo	Azúcar Refino	Azúcar Amorfo	Azúcar Entera
----------------------------	---------------	--------------	---------------	---------------	---------------

Polarización ° S	Min 99.6	Min 96	Min 99.8	Min 99.9	Min 91.9
Color UI	< 400	> 400	<60	<40	>16000
Turbiedad UI	< 400	> 400	NE	NE	> 5000
Humedad %	máx. 0.07	máx. 1	máx. 0.05	máx. 0.05	0.69
Granulometría mm	min 0.50		min 0.60	0.25-0.45	< 0.294
Minerales mg/100gr					
Ca	ND	ND	ND	ND	94
K	ND	ND	ND	ND	352
Na	ND	ND	ND	ND	3.7
Mg	ND	ND	ND	ND	4.1
Fe	ND	ND	ND	ND	52.2

A partir del anterior cuadro, se puede entender que las características fisicoquímicas del nuevo “azúcar entera” son completamente diferentes e inesperadas, frente a las propiedades fisicoquímicas de los productos que según los oponentes serían idénticos al azúcar entera obtenido mediante el proceso ahora reivindicado.

Las diferencias en turbiedad entre los azucares crudo blanco y refino radican en que la película de miel que recubre los cristales (la miel es aportante de turbiedad por el contenido de no-sacarosa) es insignificante, mientras que en el caso del azúcar amorfo, la turbiedad también es baja debido a que se elabora a partir de azúcar blanco o refino fundido, que por sus propiedades fisicoquímicas ya tiene baja turbiedad.

En el caso del nuevo “azúcar entero”, como su obtención se lleva a cabo por un proceso de cristalización espontánea, en una zona lábil (Hay formación de cristales sin necesidad de que haya presencia de semilla) en presencia de “nutrientes no-sacarosa”, lo cual le da al proceso el nombre de co-cristalización, es decir que todos los componentes contenidos en la solución de partida forman parte del cristal, incluidos los elementos presentes en el jugo de la caña de azúcar que en el proceso normal de elaboración de azúcar se desechan.

Claramente, se puede observar que nada dentro de lo conocido en el estado del arte, puede sugerir las características y propiedades del

nuevo producto reivindicado, pues para obtener el "azúcar entera" reivindicada, lo conocido es partir de una solución que presenta dos fase y hacer una cristalización por semillamiento, y posterior centrifugación para obtener los cristales deseados, lo cual no podría motivar a una persona medianamente versada en la materia a obtener un azúcar partiendo de una solución que es homogénea (una sola fase) en donde se encuentra sacarosa, azúcares no-sacarosa, minerales, etc., y todos los materiales, "nutrientes no-sacarosa", se dejan en el azúcar entera, por lo cual el nuevo producto reclamado resulta no solo NOVEDOSO, sino además INVENTIVO frente a lo conocido y aceptado previamente en la fabricación de azúcar.

La tabla de características físico-químicas presentada anteriormente (ver página 23), permite visualizar fácilmente las diferencias técnicas existente entre los diferentes tipos de azúcares producidos actualmente y el nuevo producto reclamado en las reivindicaciones 5 y 6 de la solicitud de patente **No. 06-019.254**, principalmente, se nota que el azúcar entera presenta características de mayor color, humedad y turbiedad, además de presentar contenido de minerales que no tiene el azúcar crudo, dichas propiedades son consecuencia de su método de producción, por lo cual no hubieran podido ser derivadas o anticipadas a partir de lo conocido en el estado de la técnica, toda vez que dentro de dicho estado, no existe ninguna enseñanza o indicación que al menos sugiera la posibilidad de obtener un azúcar entera con propiedades nutricionales superiores a los azúcares tradicionales, a partir de materiales producto del agotamiento de mieles que se realiza en la industria del azúcar, y mucho menos las modificaciones que sería necesario realizar a los procesos tradicionales para poder llegar a obtener el producto específico que se reclama en la presente invención, que en forma completamente equivocada los opositores califican como idéntico al azúcar amorfo tradicional, sin reparar que este azúcar lo produce la industria (en Brasil y Portugal, no en Colombia en donde no se produce azúcar amorfo refino) con contenido de sacarosa siempre superior al 98% mientras que el azúcar entera es un producto con contenidos de sacarosa menores al 95%.

401
205

Adicionalmente, existen claras diferencias en la granulometría de los diferentes tipos de azúcar, que tampoco podrían haber sido anticipadas o previstas en forma obvia o evidente por las personas que trabajan en la industria azucarera, dichas diferencias se deben fundamentalmente a que los azúcares blanco, crudo y refino tiene la mayor cantidad de sus granos en un tamaño mayor a 0.5 mm, al realizar el análisis de granulometría el retenido en malla 30 debe ser mayor al 70%, el retenido en el fondo (cristales con tamaños menor a 0.150 mm) debe ser menor a 0.05%, y el coeficiente de variación debe ser menor al 30%. Ambas condiciones son debidas al método de cristalización utilizado, en el cual se parte de un cristal de aproximadamente 0.010 mm, que crece mediante un sistema de cocimiento que consiste en someter el cristal pequeño a condiciones optimas de presión, temperatura y pureza para que haya transferencia de sacarosa, desde una solución rica en sacarosa, hacia el grano, esto permite que sea un grano fuerte y de disolución lenta.

Debido al control ejercido en el crecimiento del cristal se logra obtener un coeficiente de variación en el tamaño de partícula bajo, lo cual es sinónimo de homogeneidad en el tamaño del grano. Este grano es de forma definida ya que cada grano crece individualmente y es posteriormente separado en un proceso de centrifugación en el cual se pasa una masa cocida (conformada por cristales recubiertos de miel) por el equipo (centrifuga) y se separa de los cristales los "nutrientes no-sacarosa" y sacarosa no cristalizada contenidos en la miel.

En el caso del "azúcar entera", los granos son muy pequeños, el 64.4 % de los granos sometidos a análisis tienen un tamaño de partícula inferior a 0.297 mm y el 14.5 % tiene un tamaño inferior a 0.150 mm, por lo que presentan una alta disparidad en su distribución. El hecho de que los granos del "azúcar entera", sean pequeños, hace que este producto tenga una alta solubilidad, este fenómeno se presenta debido al proceso de cristalización mediante el cual fue formado, en este caso la cristalización se da debido a que en el proceso la solución rica en

sacarosa menor al 95% es sometida a ciertas condiciones de concentración y temperatura que permiten que haya formación espontánea e instantánea de cristales, en la cual el grano se forma de manera que todos los sólidos contenidos en el material de partida hacen parte del producto final (co-cristalización) y por tanto no se presenta el fenómeno de crecimiento de cristales.

La disparidad en la granulometría también es debida al proceso de cristalización utilizado en el cual hay co-cristalización, es decir que todos los elementos contenidos en la solución de sacarosa forman parte de los pequeños cristales. La forma del cristal (observada al microscopio) es debida a que al ser tan pequeños y contener materiales que lo hacen fuertemente aglomerante e higroscópico, los cristales tienden a adherirse unos a otros tomando forma de cristales amorfos, razón por la cual al observarlo al microscopio no se ve una forma definida, como es el caso de los cristales de los otros tipos de azúcar.

Como ejemplo de lo anterior, a continuación se presenta un cuadro, en el cual se resumen los resultados de un análisis de granulometría característico del azúcar entera, en el cual se puede evidenciar la distribución de granulometría mencionada anteriormente.

403
1

GRANULOMETRIA OTROS AZÚCARES DIFERENTES AL AZÚCAR ENTERA:

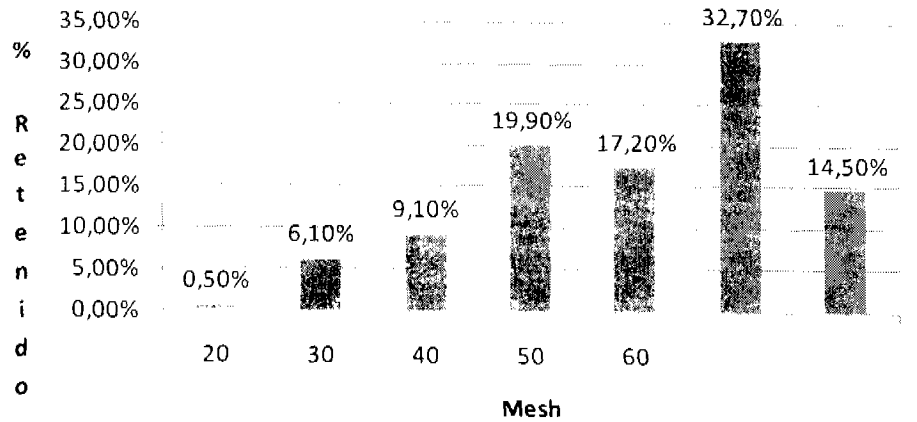
Retenido Malla USA Tyler	Azúcar Refino %	Azúcar Blanco %
Malla 20	39	26
Malla 25	24	33
Malla 30	16	14
Malla 40	14	19
Malla 60	6.4	7
Malla 80	0.4	1
Fondo	0.2	0

Resumen de la granulometría característica del azúcar entera:

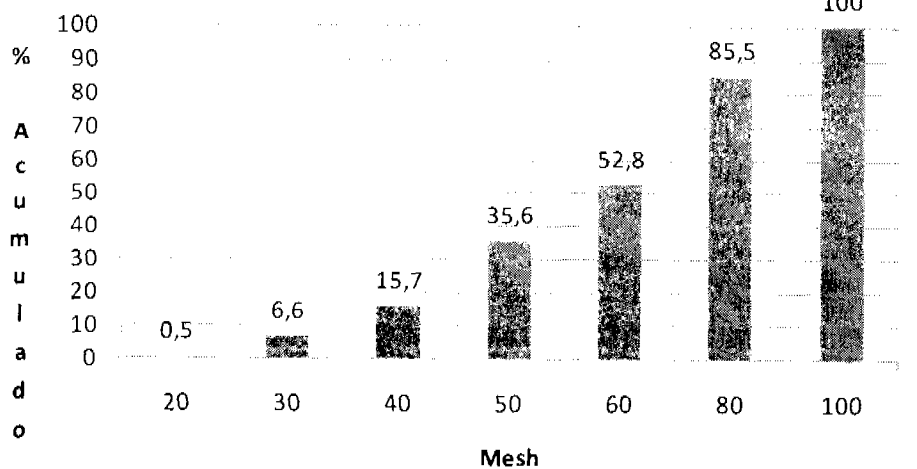
Malla	Díámetro orificio mm USA Number	Peso Retenido	% Retenido	Peso retenido acumulado
20	0.841	0,5	0,50%	0,5
30	0.594	6,1	6,10%	6,6
40	0.420	9,1	9,10%	15,7
50	0.297	19,9	19,90%	35,6
60	0.212	17,2	17,20%	52,8
80	0.150	32,7	32,70%	85,5
Fondo	< 0.150	14,5	14,50%	100
		100	100,00%	

404

Distribución de Granulometría Retenido Azúcar Entera



Distribución de Granulometría Acumulado



En cuanto a las diferencias existentes entre los azúcares blancos, crudo y refino con relación al azúcar amorfo, están basadas en los métodos de cristalización utilizados para la fabricación, ya sea por semillamiento o espontáneamente y la diferencia entre el azúcar amorfo y el azúcar entera, es la pureza del material de partida, lo cual le confiere al producto final propiedades organolépticas y fisicoquímicas diferentes.

Con el fin de demostrar en forma contundente que las diferencias mencionadas anteriormente, que se encuentran resumidas en el

405
7/10

cuadro presentado, permiten que el nuevo producto reivindicado sea completamente novedoso e inventivo frente a los azúcares que actualmente se comercializan, el solicitante a llevado a cabo un estudio técnico comparativo, en el cual se han tomado muestras de los diferentes tipos de azúcares, producidos por diferentes fabricantes, en diferentes ciudades del país, y ha llevado a cabo un completo análisis fisicoquímico y analítico, con el fin de determinar la calidad del azúcar entera frente a los azúcares conocidos ampliamente en el estado del arte.

En efecto, el estudio realizado, que se titula: "**DETERMINACION DE DIFERENCIAS ESTADISTICAS EN LOS ATRIBUTOS DE INTERES EN LOS AZÚCARES SELECCIONADOS EN COLOMBIA. AÑO 2007**", del cual me permito presentar una copia, ha llegado a las siguientes conclusiones:

"Se ha constituido un azúcar especial que se soporta en sus características únicas, especialidad que ingresa como un elemento sustancial para la alimentación, aportando junto con las calorías básicas, elementos constitutivos y formativos para el cuerpo humano.

El azúcar establecido y comparado presenta condiciones de mayor aporte de micronutrientes frente a otros de su misma especie; aporta 7.6 veces más calcio, 27.8 veces más potasio, 9.3 veces más sodio, 3.8 veces más hierro y 19.3 veces más magnesio frente a los comparados, relaciones y diferencias que son estadísticamente significativas, definidas por medio de análisis de varianza para medias (ANOVA) ($p < 0.05$) en todas las comparaciones." (Resaltado fuera de texto).

Adicionalmente, este estudio permitió demostrar al Instituto Nacional de Vigilancia de Medicamentos y Alimentos –INVIMA– que el producto azúcar entera es un producto natural, y que la presencia de minerales proviene de la novedosa producción de esta clase de azúcar y no de una adición (fortificación) posterior.

En consecuencia, los argumentos presentados a lo largo del presente escrito, permiten demostrar de forma completamente irrefutable y sustentada hasta por estudios técnicos comparativos, que tanto el método para producir "azúcar entera" reclamado en las reivindicaciones 1 a 4, como el azúcar entera misma, obtenida a través de dicho método, que se reclama en las reivindicaciones 5 y 6, de la presente solicitud colombiana No. 06-019.254, son completamente NOVEDOSOS e INVENTIVOS frente al estado del arte citado por las seis sociedades opositoras, quedando demostrado que los alegatos presentados por dichas sociedades, de ninguna manera resultan relevantes para desvirtuar la patentabilidad de la presente invención, por lo cual no resultan procedentes ni admisibles las oposiciones presentadas por parte de las sociedades INGENIO RISARALDA S.A., INGENIO CARMELITA S.A., CARLOS SARMIENTO L. & CIA. INGENIO SANCARLOS S.A., INGENIO LA CABAÑA S.A., MANUELITA S.A., y el INGENIO DEL CAUCA S.A. - INCAUCA S.A.

INVESTIGACIÓN Y DESARROLLO: es importante anotar que la sociedad CENTRAL CASTILLA S.A. cuenta internamente con un sólido Departamento de Investigación y Desarrollo, el cual se dedicó precisamente durante mucho tiempo a la investigación profunda que dio origen a la patente cuya solicitud se tramita bajo el presente expediente. Como puede verse, no se trata de un invento originado al azar sino de un juicioso y dedicado estudio. Pruebas de lo anterior son los antecedentes del Laboratorio de Control Procesos Planta Castilla, y las hojas de vida de las personas que permanentemente trabajan allí, las cuales que se adjuntan al presente escrito.

3. CONCLUSION:

En conclusión, queda claramente demostrado que las oposiciones presentadas por parte de las sociedades INGENIO RISARALDA S.A., INGENIO CARMELITA S.A., CARLOS SARMIENTO L. & CIA. INGENIO SANCARLOS S.A., INGENIO LA CABAÑA S.A., MANUELITA S.A., e

INGENIO DEL CAUCA S.A. - INCAUCA S.A., son completamente infundadas y carentes de relevancia para desvirtuar la novedad y el nivel inventivo de la materia objeto de la presente solicitud de patente. De hecho, las oposiciones presentadas, se fundamentan en comparaciones equivocadas con elementos revelados en los documentos citados, que han sido sacadas del contexto original en que se encuentran, y que de ninguna manera son contundentes para desvirtuar la patentabilidad de la presente solicitud.

Adicionalmente, las aclaraciones, y las modificaciones realizadas, junto con los argumentos expuestos en el presente memorial han demostrado en forma perfectamente sustentada hasta con un estudio técnico comparativo, que existen claras diferencias técnicas entre las enseñanzas conocidas en el estado de la técnica de la industria azucarera, y de los diversos documentos citados por las sociedades opositoras, y el método y el producto objeto de la presente invención, por lo cual no es cierto que la presente invención carece de novedad y nivel inventivo como equivocadamente lo afirman las sociedades opositoras en los escritos presentados ante ese Despacho. De otra parte, frente a las enseñanzas del estado de la técnica, resulta completamente claro que la persona versada en la materia no estaría motivada a hacer los cambios necesarios en las enseñanzas de las referencias citadas por los opositores, como para llegar de una manera obvia y evidente al objeto de la presente invención, por lo que tampoco se ve afecta la ALTURA INVENTIVA de la invención reclamada en la solicitud No. 06-019.254.

En efecto, la presente invención cumple a cabalidad con cada uno de los requisitos exigidos por la Normatividad Andina en materia de patentes, para ser considerada como materia patentable, tal y como así lo demuestran los argumentos expuestos anteriormente. Finalmente, la forma de análisis de la novedad y el nivel inventivo llevados a cabo por parte de las sociedades Opositoras son un claro indicio de la intención de desviar la atención de ese Despacho con respecto al objeto real de la presente solicitud de patente.

En consecuencia, los anteriores argumentos demuestran por completo que la presente invención si posee la NOVEDAD y el NIVEL INVENTIVO

requerido sobre las enseñanzas de los documentos citados por las seis (6) sociedades opositoras, y por lo tanto, dichas oposiciones resultan infundadas, como para afectar la patentabilidad del método para producir “azúcar entera” y de la misma azúcar obtenida mediante la presente invención.

4. Anexo me permito presentar:

- Recibo Oficial No. 08-52,969 de fecha 3 de Julio de 2.008, por concepto de la modificación a que haya lugar.
- Copia de la página 22 correspondiente a las reivindicaciones, en la cual se ha modificado la reivindicación 6 tal y como se mencionó anteriormente;
- Copia autenticada ante Notario Público, del estudio titulado **“DETERMINACION DE DIFERENCIAS ESTADISTICAS EN LOS ATRIBUTOS DE INTERES EN LOS AZÚCARES SELECCIONADOS EN COLOMBIA. AÑO 2007”**.
- Copia de la presentación del estudio titulado **“DETERMINACION DE DIFERENCIAS ESTADISTICAS EN LOS ATRIBUTOS DE INTERES EN LOS AZÚCARES SELECCIONADOS EN COLOMBIA. AÑO 2007”**, realizada por parte de Central Castilla S.A.
- Copia de los formatos en los cuales se encuentran los resultados de los análisis de calidad realizados por el ingenio Castilla, los días 07 de Septiembre de 2007, 30 de Julio de 2007, 25-26 de Abril de 2007.
- Hoja de vida del Doctor Andrés José Alvarez Amézquita, quien realizó el Estudio denominado **“DETERMINACION DE DIFERENCIAS ESTADISTICAS EN LOS ATRIBUTOS DE INTERES EN LOS AZÚCARES SELECCIONADOS EN COLOMBIA. AÑO 2007”**, y copias autenticadas ante Notario Público de sus diplomas como Médico y Cirujano, Magister en Epidemiología, y certificados de cursos en los que participó.
- Hoja de vida del Señor Alberto Juan Barrios y sus diplomas como Microbiólogo con Énfasis en Alimentos, y certificados de cursos en los que participó.

- Hoja de vida del Señor Víctor Alfredo Orozco Meza y sus diplomas como Bachiller en Ciencias Naturales, y certificados de cursos en los que participó.
 - Copia autenticada ante Notario Público de los antecedentes del Laboratorio de Control Procesos Planta Castilla.
5. En vista de todo lo anterior, ruego a ese Despacho, no tener en cuenta las oposiciones presentadas por parte de las sociedades INGENIO RISARALDA S.A., INGENIO CARMELITA S.A., CARLOS SARMIENTO L. & CIA. INGENIO SANCARLOS S.A., INGENIO LA CABAÑA S.A., MANUELITA S.A., y el INGENIO DEL CAUCA S.A. - INCAUCA S.A., toda vez que se ha demostrado que ninguno de los argumentos presentados por dichas sociedades, resulta relevante para afectar la patentabilidad de la presente invención.

Atentamente,



Darío Cárdenas Navas
C.C. 17.066.629 de Bogotá
T. P. 1.250 del Consejo Superior de la Judicatura

410 ~~24~~

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO



No. 06-019254- -00012-0000

Hoja 2006-07-17 14:21:34 Dep 2020 NUECREACION
 Hoja 2 PATENTES Hoja 1 REGDEPOSITO
 Act 329 CION-INFORMACION Folios 155

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO

RECIBO 0001740889-2

CERTIFICACION DE EXCEDENTE : 06 - 52.939
 FECHA : JULIO 3 DE 2006

***** CONSIGNACION *****

DEPOSITANTE	TIPO PAGO	BANCO	CUENTA	No. PAGO	FECHA PAGO	VR. PAGO
CARDENAS Y CARDENAS P.I.	CONSIGNACION	BANCO DE BOGOTA	062754387	79539106	03/07/2006	3,093,000.00

***** C O N D E P T O *****

DANT.	RENTISTICO	CONCEPTO	TOTAL CONCEPTO
1	50005-01-09	OTROS SERVICIOS DE PROPIEDAD	103,000.00
		99 OTROS SERVICIOS ADMINISTRATIVOS	103,000.00
		TOTAL	103,000.00

SON: CIENTO TRES MIL PESOS

RESPONSABLE :

RECIBO DE CAJA APLICADO AL EXPEDIENTE No.

06-019.754.

Retente "Cartera ENTREGA."

411 36

REIVINDICACIONES

1. El método para producir azúcar entera, caracterizado porque comprende las etapas de:

remover el agua de un jarabe base de una 'massecuite' o masacocida supersaturada, donde el jarabe base tiene una concentración de sólidos disueltos en el rango entre cerca de 68% a cerca de 74% y contiene una Semilla-B y por lo menos otro producto del paso de purga, evaporación o molienda del proceso de producción de azúcar convencional; y

cristalizar el azúcar entera a partir de la 'massecuite' o masacocida.

2. El método reivindicado en la Reivindicación 1, caracterizado porque por lo menos uno de los productos se selecciona del grupo consistente en jugo de caña de azúcar concentrado, un jugo de caña de azúcar clarificado, un jarabe, una 'massecuite' o masacocida A, una 'massecuite' o masacocida B, una 'massecuite' o masacocida A, melaza A, melaza B y melaza fina! clarificada.

3. El método reivindicado en la Reivindicación 1, caracterizado porque el jarabe base se supersatura a través de un método llevado a cabo a presión atmosférica.

4. El método reivindicado en la Reivindicación 1, caracterizado porque el jarabe base se supersatura a través de un método llevado a cabo al vacío.

5. Un azúcar entera caracterizada porque esta hecha de conformidad con las reivindicaciones 1-4.

6. Un azúcar entera caracterizada porque comprende un porcentaje entre 91.9 y 95% en peso de sacarosa, otros azúcares reductores y minerales.

(Ampliación
ver pág. 5
memoria)

472

DR ANDRÉS JOSÉ ALVAREZ AMÉZQUITA
Médico y Cirujano General, U Corpas
Master en Epidemiología, U de Antioquia
Geógrafo (AU)
Docente Investigador Posgrado
Universidad del Valle

34

DRA LUZ STELLA RIOS MARIN
Médica y Cirujana General, U Corpas
Master en Epidemiología, U de Antioquia
Docente Investigadora Posgrado
Universidad del Valle

Aseorías y consultorías en Salud Pública, Geografía Médica e Investigación

DETERMINACION DE DIFERENCIAS ESTADISTICAS EN LOS ATRIBUTOS DE
INTERES EN LOS AZÚCARES SELECCIONADOS
EN COLOMBIA. AÑO 2007

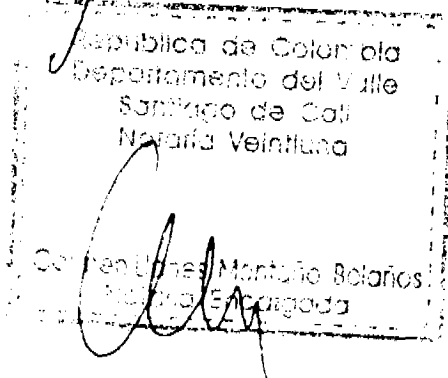
DILIGENCIA DE PRESENTACION PERSONAL
17 JUL 2008
En Santiago de Cali el 17 JUL 2008
Nuestro Arturo (E)
del circuito de Santiago de Cali, ante el cual que el
escrito que antecede fue presentado y reconocido
por Andrés José Álvarez Amézquita
Identificado con la C.C. 19.491.908
Expedida en bagueta quien además
Declara que es colombiano, de legal y verdadero y que la
firma y la huella que en él aparecen son suyas.

Firma Declarante



Solicitado por:
OLGA LUCIA BOTERO M
Ingeniera
Departamento de Mercadeo
Ingenio Central Castilla

Elaborado por
ANDRÉS JOSÉ ALVAREZ AMÉZQUITA
MD, Master en Epidemiología



Santiago de Cali, Junio 27 de 2007

413 38
217

TABLA DE CONTENIDO

1. RESUMEN EJECUTIVO	3
1.1 Descripción	3
1.2 Metodología y Descripción de las fuentes de Información	3
1.3 Hallazgos	3
1.4 Conclusiones y Recomendaciones.	3
2. OBJETIVO	5
3. PROCESO METODOLÓGICO	5
3.1 Obtención del Tamaño Muestral	5
3.2 Plan de recolección de la información.....	6
3.3 Control de calidad y validez de la información	7
3.4 Códigos de identificación:	7
4. ANALISIS.....	8
5. RESULTADOS GENERALES.....	9
5.1 Descripción general por fábrica, color, ciudad de procedencia y sitio de comercialización.....	9
5.2 Mediciones físicas y químicas de los azúcares analizados.....	10
5.3 Relación de mediciones físicas y químicas resumidas en tablas agrupadas y gráficos de dispersión	12
5.4 Análisis de correlación de los atributos físicos y químicos.....	42
5.5 Análisis de Varianza (ANOVA), para los atributos de interés en los azúcares..	43
5.6 Promedios de las características físicas y químicas del azúcar de interés y los demás analizados	44
5.7 Relacion de promedios del aporte del azúcar de interés con relación a los otros azúcares	65
CONCLUSIONES:.....	65
6. REFERENCIAS	67

414

39
414

1. RESUMEN EJECUTIVO

1.1 Descripción

Se lleva a cabo una investigación para determinar las diferencias en las características físico químicas de un azúcar frente a azúcares que se encuentran en el mercado, elaborado con las mismas técnicas de producción al que se readicionan melazas en todo el momento de la cristalización para constituirse en un azúcar nutricional.

1.2 Metodología y Descripción de las fuentes de Información

Se realizó una medición físico química a 88 libras (500 gramos) de azúcar, 66 de estas recogidas de expendios comerciales en 4 diferentes ciudades de Colombia y 22 muestras del azúcar de interés en el proceso final de producción y empaque por medio de un muestreo simple aleatorio, para establecer las diferencias del azúcar referente siguiendo un análisis de varianza (ANOVA). Se tomaron las muestras en dos diferentes tipos de comercio y fábrica, se midieron los minerales en miligramos por 100 gramos y características físicas dadas en porcentajes y partes por millón, ph y humedad. Se asignaron los azúcares según grupos predefinidos como son fábrica, color, ciudad y comercio. Los análisis físicos los realizó el Laboratorio de Procesos del Ingenio azucarero y los químicos de minerales un laboratorio de reconocido alto prestigio técnico científico en la ciudad bajo protocolos y normas estándares. La información recolectada y procesada tuvo controles de validez interna, utilizado como herramienta analítica softwares de alta capacidad como el SPSS 11.5 para Windows y Epiinfo versión 2005.

1.3 Hallazgos

Se detectan características específicas en el azúcar novedoso que sugiere capacidades especiales para el aspecto nutricional, sin perder características de endulzamiento y de aporte calórico adicionales a las establecidas en las estructuras legales y naturales. Se encuentran condiciones de minerales significativamente más altos ($p < 0.05$) en el azúcar, 7.6 veces más calcio, 27.8 veces más potasio, 9.3 veces más sodio, 3.8 veces más hierro y 19.3 veces más magnesio. Presenta adicionalmente 33 veces más azúcares diferentes a sacarosa, 17.4 veces más de cenizas, es 19.4 más humedad y presenta un valor similar en ph y pureza en glucosa.

1.4 Conclusiones y Recomendaciones.

Se ha constituido un azúcar especial que aporta elementos constitutivos de principal importancia, tanto desde el punto de las observaciones nutricionales, como del aporte de la industria que ayudará eliminar deficiencias de micronutrientes en la población con un alimento esencial, situación que es más relevante desde la visión de salud pública, políticas publicas de seguridad alimentaria y de aporte básico alimentario especialmente en la población infantil, lo que permite abrir espacios de prioridad y pertinencia para la investigación nutricional a través de un alimento esencial de la canasta familiar de la población.

415
415

Se estableció a modo general, que las propiedades físicas y mineralológicas establecidas en el azúcar de interés son diferentes a las propiedades observadas en los azúcares de las otras agrupaciones que fueron establecidos para el análisis realizado.

Con este ensayo se define que el azúcar de interés es diferente a los otros presentes en el mercado y producidos por la industria azucarera del Valle del Cauca, y esta diferencia es debida a condiciones específicas de la producción del azúcar misma, y no debidas a condiciones de azar o por condiciones de la aleatoriedad establecidas en la investigación.

El azúcar nuevo presenta parámetros físico químicos con referencia en nutrición, diferentes en cada una de las características de observación, parámetros mas altos en el azúcar de interés con relación a la determinación de la humedad, azúcares reductores, cenizas, color, turbiedad y en los minerales, y más bajos en Pol Pureza, Ph, calorías, con referencia a los otros azúcares enfrentados.

4/16
24
220

2. OBJETIVO

Establecer diferencias estadísticamente significativas con relación al aporte en minerales y demás atributos por parte de los azúcares analizados objeto de interés del estudio.

3. PROCESO METODOLÓGICO

Se instaló una investigación descriptiva de tipo cuantitativa que estableció la existencia de diferencias en los contenidos promedio de los minerales presentes en los productos (azúcar) de una fábrica de interés (d: CENTRAL CASTILLA) frente a lo observado en algunos productos similares (azúcares) de otras fábricas (a, b, c,...) ¹, presentes en el mercado común y concluir que dichos contenidos mineralógicos son significativamente mayores en el azúcar d.

Se definió la conformación de grupos de materiales de análisis por medio de un plan de muestreo de unidades de análisis (elementos a investigar), definidos como 500 gramos de azúcar como producto por cada fábrica.

Las fábricas seleccionadas siguieron el criterio de similitud técnica conocida por el equipo de ingenieros de la fábrica interesada, amplitud de comercio, presencia en las ciudades de Colombia de gran consumo y que se conoce, producen el material de análisis con materia prima procedente del mismo sector de la fábrica Central Castilla.

3.1 Obtención del Tamaño Muestral

Cálculo:

Los parámetros utilizados en la obtención y cálculo de la muestra para garantizar diferencias estadísticamente significativas tuvieron en cuenta dos situaciones de inicio, primero que se asumió que la distribución del mineral no se conoce, pero lo consideramos semejante en las distintas fábricas, y una desviación estándar estimada entre los grupos analizados de al menos en 20 miligramos en los minerales a estudiar (1, 2).

Los demás parámetros quedaron fijados de la siguiente manera:

Nivel de confianza de 95% (significancia 5%) y un error de muestreo del 5%, lo que definió que se requerirán por cada grupo de fábrica, hasta 22 elementos definidos (n), de al menos 4 grupos independientes de fábricas (a, b, c, d), para un total de un n= 88 unidades de análisis, considerado este dato como el estimador mínimo requerido (3). El proceso se siguió con el software EPIDAT3.0.

¹ La notación de fábrica cambia en el análisis a números. Esta notación en letras se realizó para la consecución de la muestra e identificación en el proceso técnico de medición.

417
42

3.2 Plan de recolección de la información

La recolección de las muestras siguió una selección por medio de un muestreo simple aleatorio. Para la identificación de la fábrica, se conocerá esta con el emblema de comercio con que se presenta y con este mismo logo se tomaron las muestras en las distintas fases. Se seleccionaron tres ciudades de Colombia donde existen características de mercado del azúcar y se escogieron tres tiendas grandes representativas y tres tiendas pequeñas de sectores de conveniencia del muestrista y en cada tienda, se recogió las unidades de análisis distribuidas como se enseña en la tabla siguiente. La ciudad 4 referencia al lugar de asiento de la Fábrica que aporta en nuevo azúcar.

LUGAR	COMERCIO GRANDE	GRUPO	MUESTRA	LUGAR	COMERCIO PEQUEÑO	GRUPO	MUESTRA
ciudad 1	tienda 1	fábrica b	1	ciudad 1	tienda 1	fábrica b	1
		fábrica c	1			fábrica c	2
		fábrica d	1			fábrica d	1
	tienda 2	fábrica b	1		tienda 2	fábrica b	1
		fábrica c	1			fábrica c	1
		fábrica d	1			fábrica d	2
	tienda 3	fábrica b	2		tienda 3	fábrica b	2
		fábrica c	1			fábrica c	1
		fábrica d	1			fábrica d	1
ciudad 2	tienda 1	fábrica b	2	ciudad 2	tienda 1	fábrica b	1
		fábrica c	1			fábrica c	2
		fábrica d	1			fábrica d	1
	tienda 2	fábrica b	1		tienda 2	fábrica b	1
		fábrica c	1			fábrica c	1
		fábrica d	1			fábrica d	2
	tienda 3	fábrica b	1		tienda 3	fábrica b	2
		fábrica c	1			fábrica c	1
		fábrica d	1			fábrica d	1
ciudad 3	tienda 1	fábrica b	1	ciudad 3	tienda 1	fábrica b	1
		fábrica c	1			fábrica c	2
		fábrica d	1			fábrica d	1
	tienda 2	fábrica b	1		tienda 2	fábrica b	1
		fábrica c	1			fábrica c	1
		fábrica d	2			fábrica d	2
	tienda 3	fábrica b	1		tienda 3	fábrica b	2
		fábrica c	1			fábrica c	1
		fábrica d	1			fábrica d	1
total			30				36
total muestras							66

El muestrista que se encargó de recoger las muestras en las tiendas, siguió la toma de las muestras en mención de los estantes de comercio que se encuentre en el centro en la oferta al público general, según el diagrama siguiente, para garantizar criterios de aleatoriedad.



4/8
22

3.3 Control de calidad y validez de la información

Se realizó mediante reuniones de trabajo con el equipo coordinador, técnico y operativo responsable de la recolección de la información, la estandarización de procesos, unidad de criterios en los códigos de lectura tanto manuales como en base de datos y afinamiento en las prácticas de recolección para no perder la condición de aleatoriedad del estudio.

Aquellos datos extremos o fuera del rango de los límites del 75% de la distribución, se procedió a su nueva medición y corroboración técnica.

3.4 Códigos de identificación:

Cada muestra se marcó para su identificación en el proceso de análisis químico y físico, según como esta definida en la tabla anterior, así: muestra 1= c1cgt11, muestra 2 = c1cgt12 y así hasta la 66 = c3cpt366.

Para la selección de los azúcares de la fábrica de interés, se siguió el proceso de selección de los productos a analizar en una producción rutinaria del producto, con definición de momentos de producción, que estuvo constituido desde el inicio de producción del azúcar de interés, hasta su consideración técnica, química y física de comercialización y consumo final, incluido empaque.

Después de establecer estos momentos de producción, se seleccionaron tres de estos de forma que agrupó 22 momentos en máximo 2 semanas.

Definidos estos procesos de producción, se tomaron al menos 500 gramos del producto del proceso de producción terminado asignando un seguimiento interno de muestreo así (n1p1(producción 1)fecha1, n2p2(produccion2)fecha1, n3p3(producción 3)fecha1...etc), siguiendo en lo posible el volumen selección máximo así:

Producción	Cantidad muestra
1	3
2	3
3	3
4	2
5	3
6	3
7	3
8	3

Para garantizar la selección aleatoria de la muestra, se tomaron 11 libras separadas en cada momento de producción, las que se numeraron de 0 a 10 en paquetes individuales; se multiplico el número de la fecha de producción (día) por momento de producción de donde se extrae la muestra dividido por el total de días que presente el mes de trabajo (30), tomando la bolsa cuyo primer numero decimal fue anterior al resultado; ejemplo: 7 (día) * 3 (tercer momento de producción) / 30 (días mes) = 0.7, entonces toma la bolsa numero 6. En caso de selección de numero 0, se escogió la nueve.

419 ~~44~~
~~422~~

4. ANALISIS

Definidos los grupos según fábricas, se les realizó las mediciones específicas físicas como químicas, generando valores por cada muestra determinada, con asignación de valores 0 en caso de ausencia de medición o cuando los valores obtenidos no alcanzaron los umbrales de detección del elemento definido.

Los análisis se realizaron con medios técnicos especializados bajo las técnicas del laboratorio de control de procesos del Ingenio Castilla, tal como se detallan en el anexo 1 para los atributos presentes en todos los azúcares en el aspecto de:

- Humedad residual
- Glucosa
- Azúcares reductores
- Cenizas presentes
- Ph
- Color en UI
- Turbiedad UI

Los análisis de minerales de los azúcares se realizaron en un laboratorio de procesos químicos y determinó bajo técnicas estandarizadas de lectura tal como se detallan en el anexo 2, entidad en la ciudad de Cali, externa al laboratorio de Control de Procesos para todos los elementos:

- Calorías
- Sulfitos
- Calcio
- Potasio
- Sodio
- Hierro
- Magnesio

Los resultados específicos se expresaron en miligramos por 100 gramos de azúcar, las calorías en kilocalorías y algunos parámetros en porcentajes y partes por millón (ppm).

Con los resultados obtenidos se construyó una base de datos en un formato electrónico Excel, para llevar a un análisis resumido y científico en el software SPSS versión 11,5 para Windows siguiendo un análisis de varianza (ANOVA), previa descripción de los datos; toda la información se presentan en forma gráfica los resultados obtenidos, adicionales a las características propias que se acompañen a los elementos muestrales.

420 45
227

5. RESULTADOS GENERALES

Se examinaron bajo las técnicas definidas, 88 muestras de azúcar, que se clasificaron en cuatro categorías diferentes básicas; estas categorías de agrupación fueron:

- Fábrica: definida con los números "1" al "4", donde el "4" es la fábrica de interés.
- Color: Según la característica básica de reconocimiento, así: Blanca, Morena y Nueva castilla, que es el azúcar de interés.
- Ciudad: Lugar de procedencia del azúcar, numeradas de 1 a 4, siendo la ciudad 4, la que identifica la fábrica de interés.
- Comercio: definida donde se comercializa el tipo de azúcar, reconocido como: pequeño, grande y fábrica, que representa el azúcar de interés.

5.1 Descripción general por fábrica, color, ciudad de procedencia y sitio de comercialización

Las tablas 1 a 4 muestran las distribuciones específicas por cada uno de las características agrupadoras antes mencionadas, donde se repartieron en forma diferente en cada agrupación definida, siendo equilibrada en caso de fábrica y variable en ciudad, en donde la ciudad 1 aportó la mayor cantidad, 34.1%, por color se escogió en mayor cantidad la blanca 50%, que representa la mayoría en el mercado y por comercio, fue algo mayor la disponibilidad del producto de las tiendas pequeñas 40.9%.

TABLA 1: Azúcares según Fábrica.

FABRICA				
		Frecuencia	Porcentaje	Porcentaje acumulado
Válidos	1	20	22.7	22.7
	2	24	27.3	50.0
	3	22	25.0	75.0
	4	22	25.0	100.0
	Total	88	100.0	

TABLA 2: Azúcares según ciudad.

CIUDAD				
		Frecuencia	Porcentaje	Porcentaje acumulado
Válidos	1	30	34.1	34.1
	2	22	25.0	59.1
	3	14	15.9	75.0
	4	22	25.0	100.0
	Total	88	100.0	

421

TABLA 3: Azúcares según color

COLOR			
	Frecuencia	Porcentaje	Porcentaje acumulado
Válidos Blanca	44	50.0	50.0
Morena	22	25.0	75.0
Nueva Castilla	22	25.0	100.0
Total	88	100.0	

TABLA 4: Azúcares según comercio

COMERCIO				
		Frecuencia	Porcentaje	Porcentaje acumulado
Válidos	Pequeño	36	40.9	40.9
	Fabrica	22	25.0	65.9
	Grande	30	34.1	100.0
	Total	88	100.0	

5.2 Mediciones físicas y químicas de los azúcares analizados

En la tabla 5 se presentan las características resumidas del análisis físico y químico con su descripción y lugar de análisis, se presentan tablas agrupadas por las características de agregación, donde se expresan las medidas estadísticas de resumen básicas, como son media, intervalo de confianza del 95% de la media, desviación típica, mediana, varianza, valor mínimo, valor máximo, rango.

TABLA 5: Relación de mediciones físicas y químicas realizadas al azúcar y lugar de análisis.

DEFINICIÓN	DESCRIPCION	LUGAR DE ANALISIS
phumedad	Porcentaje de humedad residual	LABORATORIO FÁBRICA
polpurez	Porcentaje de sacarosa que aporta el azúcar	LABORATORIO FÁBRICA
pareduct	Porcentaje de azúcares reductores que aporta el azúcar	LABORATORIO FÁBRICA
pceizaz	Porcentaje de cenizas presentes y que aporta el azúcar	LABORATORIO FÁBRICA
ph_inici	Grado de acidez o alcalinidad que aporta el azúcar	LABORATORIO FÁBRICA
colorm	Característica numérica del color dado en UI	LABORATORIO FÁBRICA
turbieda	Característica numérica de la turbiedad dado en UI	LABORATORIO FÁBRICA
calorias	Aporte energético que aporta el azúcar en mención; se da en Kilocaloría por 100 gramos	LABORATORIO PRIVADO
calcio	Aporte en calcio que aporta el azúcar en mención; se da en miligramos por 100 gramos	LABORATORIO PRIVADO
potasio	Aporte en potasio que aporta el azúcar en mención; se da en miligramos por 100 gramos	LABORATORIO PRIVADO

422 ~~28~~


DEFINICIÓN	DESCRIPCIÓN	LUGAR DE ANALISIS
sodio	Aporte en sodio que aporta el azúcar en mención; se da en miligramos por 100 gramos	LABORATORIO PRIVADO
hierro	Aporte en hierro que aporta el azúcar en mención; se da en miligramos por 100 gramos	LABORATORIO PRIVADO
magnesio	Aporte en magnesio que aporta el azúcar en mención; se da en miligramos por 100 gramos	LABORATORIO PRIVADO

Las características de sulfitos no se incorpora a la descripción de las agrupaciones específicas; no se encontraron trazas o valores umbrales este elemento químico en alguna de las azúcares muestreadas, tal como se muestra en la tabla siguiente.

TABLA 6: Relación de sulfitos analizados en partes por millón (ppm)

Sulfitos (ppm)				
	Frecuencia	Porcentaje	Porcentaje válido	Porcentaje acumulado
Válidos	0	88	100.0	100.0

Por cada una de las características analizadas, como se observan en las tablas 7 a 10 que siguen, y con énfasis en la fábrica de interés, se aprecia que el azúcar según la fábrica, color, ciudad y comercio, presenta parámetros diferentes en cada una de las características medidas, y estos valores relacionalmente con referencia a los otros azúcares enfrentados, (valores definidos del azúcar de interés / otros valores menores de referencia) fueron más altos en el azúcar de interés con relación a la determinación de la humedad, azúcares reductores, cenizas, color, turbiedad y en los minerales y más bajos en Pol Pureza, Ph, calorías, con intervalos de confianza del 95% que no superan a los límites mínimo y máximo de resultados obtenidos, que nos garantiza precisión de la información.

423
427

5.3 Relación de mediciones físicas y químicas resumidas en tablas agrupadas y gráficos de dispersión

Se presenta a continuación la relación de las mediciones físicas y químicas de los azúcares analizados mediante tablas agrupadas y gráficos de dispersión para cada una de las categorías básicas definidas de procedencia de fábrica y ciudad, color y sitio de comercio, detallando en cada categoría los atributos de % de humedad, P. de pureza, para reductores, P. de cenizas, ph inicial, color en U.I, turbiedad en U.I, calorías Kcal /100 gramos, calcio, potasio, sodio, hierro y magnesio.

TABLA 7: Relación de características del azúcar analizadas según fábrica.

Descriptivos		Estadístico									
		Intervalo de confianza para la media al 95%									
	FABRICA	Media	Límite inferior	Límite superior	Mediana	Varianza	Desv. tip.	Mínimo	Máximo	Rango	
HUMEDAD	1	03285	02354	04216	02750	000	019898	018	090	072	
	2	03338	02514	04161	02650	000	019498	017	090	073	
	3	03850	02518	05182	02750	001	030033	016	130	114	
	4	68909	58022	78798	65000	050	222988	370	1.150	780	
P.pureza	1	99.46350	99.15776	99.76924	99.75500	427	653261	98.000	99.920	1.920	
	2	99.33167	99.01839	99.64495	99.73000	550	741911	98.000	99.920	1.920	
	3	99.36955	99.04845	99.67064	99.70500	492	701648	98.000	99.910	1.910	
	4	93.06818	92.57387	93.56239	92.99000	1.242	1.114858	91.460	95.180	3.700	
PAReductores	1	04945	03260	06630	03850	001	036002	015	183	168	
	2	05533	04340	06727	04250	001	028265	024	125	101	
	3	05750	04068	07432	04350	001	037929	028	178	152	
	4	1.79364	1.50128	2.08599	1.54000	435	859390	1.040	3.360	2.320	
PCENIZAS	1	06620	02594	10646	03950	007	086016	002	330	328	
	2	07854	03065	12643	03700	013	113406	002	390	388	
	3	06873	03617	10128	04100	005	073423	002	260	258	
	4	1.24364	1.14372	1.34355	1.31000	051	225358	490	1.530	1.040	
pH Inicial	1	7.37000	7.06874	7.65126	7.20000	361	600964	6.500	9.100	2.600	
	2	7.38333	7.08744	7.67922	7.10000	491	700724	6.400	9.000	2.600	
	3	7.16818	6.97353	7.36284	7.10000	193	439032	6.400	8.400	2.000	
	4	6.17727	6.14395	6.21060	6.20000	008	075162	6.000	6.300	300	
Color U.I	1	886.00	197.95	1174.05	172.50	1087472.421	1042.819	14	2708	2694	
	2	831.83	298.10	1407.57	176.00	1858995.797	1363.450	13	5721	5708	
	3	833.18	248.54	1617.83	178.00	2384451.203	1544.187	12	5298	5256	
	4	16045.86	14909.80	17182.13	16387.00	6587720.695	2562.758	10044	20809	10765	
Turbiedad U.I	1	267.55	71.26	463.84	82.50	175805.208	419.411	11	1601	1590	
	2	286.88	95.28	478.47	73.50	205881.158	453.741	8	1655	1647	
	3	286.41	96.02	480.79	97.50	188277.587	433.910	5	1408	1401	
	4	5123.45	4601.64	5645.27	5199.50	1385128.355	1176.915	2796	7199	4403	
Calorias (Kcal/100gr)	1	389.40650	388.60821	390.21079	388.95500	2.939	1.114245	385.890	393.340	7.450	
	2	389.76706	389.07607	390.45806	389.71000	2.678	1.636445	386.770	393.320	6.550	
	3	389.81045	388.46200	391.15891	388.95000	9.250	3.041346	382.990	399.710	16.720	
	4	382.78455	381.81778	383.71132	382.73000	4.560	2.135370	378.090	388.870	10.780	
Calcio (mg/100g)	1	11.97868	3.82245	20.13490	5.59500	303.711	17.427302	002	64.011	64.010	
	2	13.45925	5.87345	21.24505	5.24750	339.870	18.438272	002	66.842	66.841	
	3	11.56543	4.75751	18.37335	6.58200	235.769	15.354758	002	68.990	68.989	
	4	94.00000	80.72411	107.27589	91.00000	896.571	29.942803	31.000	152.000	121.000	
Potasio (mg/100g)	1	11.58755	3.83974	19.53536	5.39950	288.387	18.981871	001	59.159	59.158	
	2	13.89835	4.98147	22.41523	4.83900	426.144	20.643249	001	86.570	86.569	
	3	12.51421	5.19432	19.83410	5.17100	272.563	16.509476	001	63.414	63.413	
	4	352.31364	332.75706	371.87021	369.05000	1945.552	44.108410	265.000	421.340	156.340	
Sodio (mg/100g)	1	60585	-01093	1.22263	00130	1.737	1.317965	001	4.475	4.474	
	2	33808	-05202	72419	00130	845	819106	001	3.454	3.453	
	3	28858	-03968	61883	00130	548	740355	001	3.060	3.059	
	4	3.74282	3.35718	4.12847	3.72550	757	869814	2.467	5.831	3.364	
Hierro (mg/100g)	1	57330	34227	80433	41850	244	493631	039	2.344	2.305	
	2	86767	50710	1.22823	63850	729	853884	082	3.856	3.594	
	3	1.82145	1.08857	2.57434	1.17750	2.883	1.698070	098	5.960	5.904	
	4	4.11805	3.50483	4.73346	3.95500	1.820	1.385778	1.591	7.509	5.918	
Magnesio (mg/100g)	1	2.06430	1.40085	3.92775	1.58300	7.288	2.699589	085	9.078	8.983	
	2	2.82525	1.65458	3.99594	1.45700	7.686	2.772415	163	10.005	8.842	
	3	2.58677	1.55579	3.61776	1.63800	5.437	2.325314	320	9.374	9.054	
	4	52.18182	49.76248	54.60116	54.30000	29.775	5.456637	40.000	60.000	20.000	

TABLA 8: Relación de características del azúcar analizadas según ciudad.

Descriptivos										
CIUDAD		Estadístico								
		Intervalo de confianza para la media al 95%			Mediana	Varianza	Desv. tip.	Mínimo	Máximo	Rango
		Media	Límite inferior	Límite superior						
PHUMEDAD	1	03710	02640	04780	02300	001	028655	018	130	112
	2	03450	02611	04289	02850	000	018933	017	090	073
	3	03093	02090	04096	02250	000	017371	016	070	054
	4	68909	59022	78796	65000	050	222986	370	1150	780
Polpureza	1	9930433	9902452	9958415	9972000	562	749366	98000	99910	1910
	2	9935091	9905139	9965043	9972000	456	675552	98000	99920	1920
	3	9959214	9924786	9993643	9976000	356	596286	98200	99920	1720
	4	9306818	9257397	9356239	9299000	1242	1114658	91460	95160	3700
PAReductores	1	05853	04253	07454	03950	002	042888	015	183	168
	2	05323	04310	06336	04300	001	022851	026	112	086
	3	04679	03218	06140	04000	001	025305	026	125	099
	4	79964	150128	208599	154000	435	659390	1040	3360	2320
PCENIZAS	1	06410	03585	09235	04050	006	075655	003	370	367
	2	09564	04548	14579	04300	013	113120	002	390	388
	3	04957	00006	09909	03700	007	085758	002	330	328
	4	124364	114372	134355	131000	051	225358	490	1530	1040
pH Inicial	1	734333	711850	758817	710000	363	602113	6500	9000	2500
	2	727727	697410	758044	705000	468	683779	6400	9100	2700
	3	727857	702825	752890	720000	188	433552	6700	8600	1800
	4	617727	614395	621060	620000	006	075162	6000	6300	300
Color U.I.	1	85227	39911	130543	18600	1472783651	1213583	12	4725	4713
	2	89682	29526	149838	18850	1840848918	1356779	14	5268	5254
	3	63686	27096	154467	12950	2472113055	1572295	14	5721	5707
	4	1604586	1490980	1718213	1638700	6567720695	2562756	10044	20809	10765
Turbiedad U.I.	1	30977	13508	48447	9100	218906944	467875	5	1655	1650
	2	30155	10997	49312	9000	186688736	432075	8	1594	1586
	3	18957	1406	39321	8250	124387956	352687	6	1324	1316
	4	512345	460164	564527	519950	1385128355	1176915	2796	7199	4403
Calorias (Kcal/100gr)	1	38970733	38918870	39022597	38971000	1929	1388934	387620	392930	5310
	2	38968864	38891353	39046374	38924000	3056	1748192	386770	393340	6570
	3	38957429	38734730	39180127	38912000	14877	3857041	382990	399710	16720
	4	38276455	38181778	38371132	38273000	4560	2135370	378090	388870	10780
Calcio (mg/100g)	1	1438745	766687	2110803	579250	323929	17998040	002	68990	68989
	2	1227652	486145	1969159	650800	279697	16724139	002	66842	66841
	3	823771	47144	1694687	547350	227522	15083843	002	59581	59579
	4	9400000	8072411	10727589	9100000	896571	29942803	31000	152000	121000
Potasio (mg/100g)	1	1496409	704556	2288263	626050	449704	21206234	001	86570	86569
	2	1318789	567136	2070442	557700	287404	16952986	001	59279	59278
	3	691197	103040	1279355	275300	103767	10186611	001	38074	38073
	4	35231364	33275706	37187021	36905000	1945552	44108410	265000	421340	156340
Sodio (mg/100g)	1	41442	08316	74568	00190	787	887132	001	3214	3213
	2	48272	105415	101960	00130	1466	1210877	001	4475	4474
	3	24852	128417	78122	00130	851	922601	001	3454	3453
	4	374282	335718	412847	370550	757	869814	2467	5831	3364
Hierro (mg/100g)	1	90887	54177	127597	63000	967	983109	039	3580	3541
	2	102955	55989	149920	66150	1122	1059278	212	3982	3770
	3	160329	54223	266435	70350	3377	1837705	093	5960	5867
	4	411905	350463	473346	395500	1920	1853828	1591	7509	5918
Magnesio (mg/100g)	1	319243	213948	424538	164550	7952	2819851	243	9374	9131
	2	261032	148744	373325	160800	5414	2532569	163	10005	9842
	3	177150	70113	284187	119150	3437	1853828	095	7114	7013
	4	5218182	4976248	5460116	5400000	29775	5456637	40000	60000	20000

TABLA 9: Relación de características del azúcar analizadas según comercio

		Descriptivos								
		Estadístico								
	COMERCIO	Media	Intervalo de confianza para la media al 95%		Mediana	Varianza	Desv. tip	Mínimo	Máximo	Rango
			Límite inferior	Límite superior						
PHUMEDAD	Pequeño	.03606	.02691	.04520	.02650	.001	.027022	.016	.130	.114
	Fabrica	.68909	.59022	.78796	.65000	.050	.222966	.370	1.150	.780
	Grande	.03357	.02664	.04049	.02750	.000	.018547	.018	.090	.072
Polpureza	Pequeño	99.37611	99.13524	99.61699	99.74000	.507	.711908	98.000	99.920	1.920
	Fabrica	93.06818	92.57397	93.56239	92.99000	1.242	1.114658	91.460	95.160	3.700
	Grande	99.38667	99.13123	99.64211	99.72000	.468	.684082	98.000	99.920	1.920
PAReductores	Pequeño	.05550	.04240	.06860	.04050	.001	.038717	.022	.183	.161
	Fabrica	1.79364	1.50128	2.08599	1.54000	.435	.659390	1.040	3.360	2.320
	Grande	.05280	.04267	.06293	.04150	.001	.027134	.015	.125	.110
PCENIZAS	Pequeño	.06306	.03664	.08947	.03600	.006	.078075	.002	.330	.328
	Fabrica	1.24364	1.14372	1.34355	1.31000	.051	.225358	.490	1.530	1.040
	Grande	.08170	.04172	.12168	.04100	.011	.107072	.003	.390	.387
pH Inicial	Pequeño	7.32222	7.12032	7.52412	7.10000	.356	.596711	6.400	9.100	2.700
	Fabrica	6.17727	6.14395	6.21060	6.20000	.006	.075162	6.000	6.300	.300
	Grande	7.29000	7.06674	7.51326	7.10000	.357	.597899	6.400	8.800	2.400
Color U.I.	Pequeño	764.36	368.62	1160.10	169.00	1368006.123	1169.618	12	4725	4713
	Fabrica	16045.86	14909.60	17182.13	16387.00	6567720.695	2562.756	10044	20809	10765
	Grande	889.90	326.59	1453.21	182.00	2275807.541	1508.578	17	5721	5704
Turbiedad U.I.	Pequeño	276.06	126.51	425.60	73.50	195339.254	441.972	5	1801	1596
	Fabrica	5123.45	4601.64	5645.27	5199.50	1385128.355	1176.915	2796	7199	4403
	Grande	288.10	130.02	446.18	101.00	179230.438	423.356	8	1655	1647
Calorias (Kcal/100gr	Pequeño	389.65611	388.76681	390.54541	389.12500	6.908	2.628334	382.990	399.710	16.720
	Fabrica	382.76455	381.81778	383.71132	382.73000	4.560	2.135370	378.090	388.870	10.780
	Grande	389.69300	389.10507	390.28093	389.58000	2.479	1.574502	387.110	393.320	6.210
Calcio (mg/100g)	Pequeño	11.53017	5.95729	17.10305	6.21000	271.284	16.470688	.002	68.990	68.989
	Fabrica	94.00000	80.72411	107.27589	91.00000	896.571	29.942803	31.000	152.000	121.000
	Grande	13.39830	6.80748	19.98912	5.55050	311.541	17.650530	.002	66.842	66.841
Potasio (mg/100g)	Pequeño	12.96239	7.16586	18.75892	4.86400	293.494	17.131681	.001	63.414	63.413
	Fabrica	352.31364	332.75706	371.87021	369.05000	1945.552	44.108410	265.000	421.340	156.340
	Grande	12.30593	5.10845	19.50341	4.15300	371.533	19.275204	.001	86.570	86.569
Sodio (mg/100g)	Pequeño	.45316	.09034	.81599	.00130	1.150	1.072339	.001	4.475	4.474
	Fabrica	3.74282	3.35716	4.12847	3.70550	.757	.869814	2.467	5.831	3.364
	Grande	.34059	-.00404	.68523	.00130	.852	.922942	.001	3.454	3.453
Hierro (mg/100g)	Pequeño	1.15422	.68018	1.62827	.62350	1.963	1.401039	.056	5.960	5.904
	Fabrica	4.11905	3.50463	4.73346	3.95500	1.920	1.385778	1.591	7.509	5.918
	Grande	1.02700	.63920	1.41480	.66150	1.079	1.038547	.039	3.982	3.943
Magnesio (mg/100g)	Pequeño	2.75375	1.87179	3.63571	1.61550	6.795	2.606654	.163	9.374	9.211
	Fabrica	52.18182	49.76248	54.60116	54.00000	29.775	5.456637	40.000	60.000	20.000
	Grande	2.62887	1.66953	3.58821	1.58300	6.601	2.569159	.095	10.005	9.910

TABLA 10: Relación de características del azúcar analizadas según color.

426

		Descriptivos								
		Estadístico								
		Intervalo de confianza para la media al 95%			Mediana	Varianza	Desv. tip.	Mínimo	Máximo	Rango
	COLOR	Media	Límite inferior	Límite superior						
PHUMEDAD	Blanca	.02389	.02209	.02568	.02200	.000	.005899	.016	.040	.024
	Morena	.05700	.04400	.07000	.05000	.001	.029321	.018	.130	.112
	Nueva Castilla	.68909	.59022	.78796	.65000	.050	.222986	.370	1.150	.780
Polpureza	Blanca	99.79068	99.76508	99.81628	99.76000	.007	.084203	99.690	99.920	.230
	Morena	98.56136	98.27367	98.84906	98.40000	.421	.648877	98.000	99.920	1.920
	Nueva Castilla	93.06818	92.57397	93.56239	92.99000	1.242	1.114658	91.460	95.160	3.700
PAReductores	Blanca	.03780	.03508	.04051	.03800	.000	.008925	.015	.060	.045
	Morena	.08723	.06921	.10524	.07700	.002	.040633	.026	.183	.157
	Nueva Castilla	1.79364	1.50128	2.08599	1.54000	.435	.659390	1.040	3.360	2.320
PCENIZAS	Blanca	.02870	.02313	.03428	.03400	.000	.018336	.002	.056	.054
	Morena	.15718	.10464	.20973	.12100	.014	.118514	.003	.390	.387
	Nueva Castilla	1.24364	1.14372	1.34355	1.31000	.051	.225358	.490	1.530	1.040
pH Inicial	Blanca	7.10227	7.03493	7.16962	7.10000	.049	.221505	6.600	7.700	1.100
	Morena	7.71818	7.34131	8.09505	7.90000	.723	.850006	6.400	9.100	2.700
	Nueva Castilla	6.17727	6.14395	6.21060	6.20000	.006	.075162	6.000	6.300	.300
Color U.I.	Blanca	125.16	102.18	148.14	155.50	5711.346	75.573	12	228	216
	Morena	2213.95	1530.50	2897.41	2329.50	2376156.903	1541.479	15	5721	5706
	Nueva Castilla	16045.86	14909.60	17182.13	16387.00	6567720.695	2562.756	10044	20809	10765
Turbiedad U.I.	Blanca	66.23	52.51	79.94	69.50	2035.575	45.117	5	157	152
	Morena	712.14	478.51	945.76	582.50	277642.314	526.918	17	1655	1638
	Nueva Castilla	5123.45	4601.64	5645.27	5199.50	1385128.355	1176.915	2796	7199	4403
Calorias (Kcal/100g)	Blanca	390.17000	389.49239	390.84761	389.71000	4.967	2.228773	385.890	399.710	13.820
	Morena	388.67864	387.88386	389.47342	388.61500	3.213	1.792567	382.990	391.390	8.400
	Nueva Castilla	382.76455	381.81778	383.71132	382.73000	4.560	2.135370	378.090	388.870	10.780
Calcio (mg/100g)	Blanca	4.69082	3.22088	6.16076	4.86200	23.376	4.834877	.002	26.170	26.169
	Morena	27.75632	18.18876	37.32387	25.99800	465.649	21.578911	.582	68.990	68.408
	Nueva Castilla	94.00000	80.72411	107.27589	91.00000	896.571	29.942803	31.000	152.000	121.000
Potasio (mg/100g)	Blanca	3.23532	2.33597	4.13467	2.81850	8.750	2.958116	.001	15.031	15.030
	Morena	31.52136	22.37186	40.67086	20.74850	425.845	20.636023	12.762	86.570	73.808
	Nueva Castilla	352.31364	332.75706	371.87021	369.05000	1945.552	44.108410	265.000	421.340	156.340
Sodio (mg/100g)	Blanca	.00214	.00167	.00262	.00130	.000	.001560	.001	.009	.007
	Morena	1.20170	.55954	1.84387	.57300	2.098	1.448353	.001	4.475	4.474
	Nueva Castilla	3.74282	3.35716	4.12847	3.70550	.757	.869814	2.467	5.831	3.364
Hierro (mg/100g)	Blanca	.98530	.64033	1.33026	.62850	1.287	1.134640	.039	4.560	4.521
	Morena	1.31859	.68224	1.95494	.73550	2.060	1.435233	.254	5.960	5.706
	Nueva Castilla	4.11905	3.50463	4.73346	3.95500	1.920	1.385778	1.591	7.509	5.918
Magnesio (mg/100g)	Blanca	1.16261	.97430	1.35092	1.20900	.384	.619388	.095	2.901	2.806
	Morena	5.76573	4.78752	6.74394	6.25750	4.868	2.206281	2.616	10.005	7.389
	Nueva Castilla	52.18182	49.76248	54.60116	54.00000	29.775	5.456637	40.000	60.000	20.000

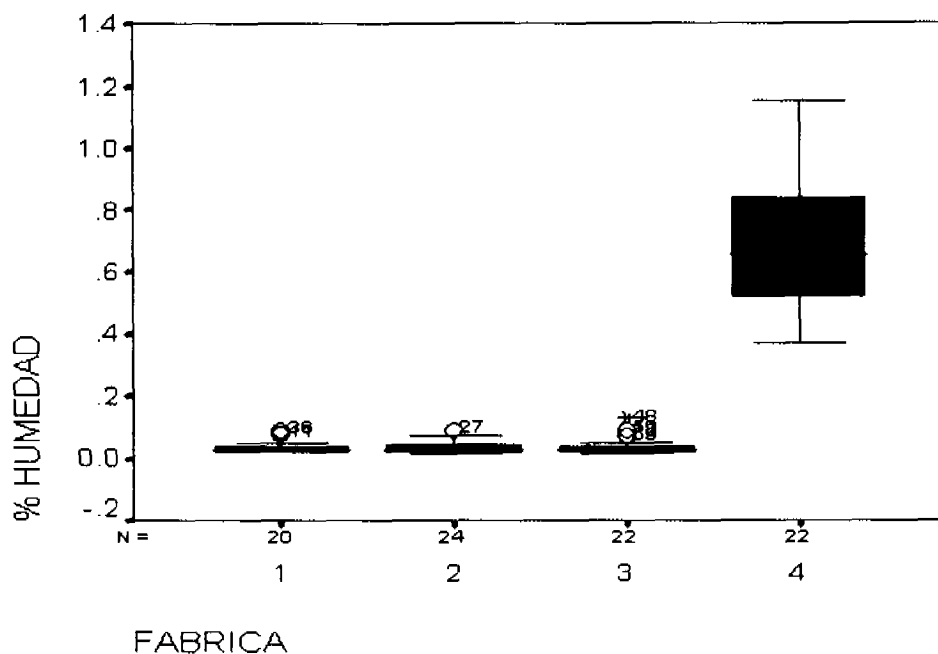
427 ~~62~~
~~42~~

El conjunto general de imágenes definidas como gráfica 1, muestran las distribuciones de cada uno de las propiedades físicas y de minerales analizados en los azúcares, agrupados por las definiciones antes descritas, mostrándose las distribuciones de los datos obtenidos con las diferencias entre las agrupaciones predeterminadas y la relación obtenida con el azúcar de interés.

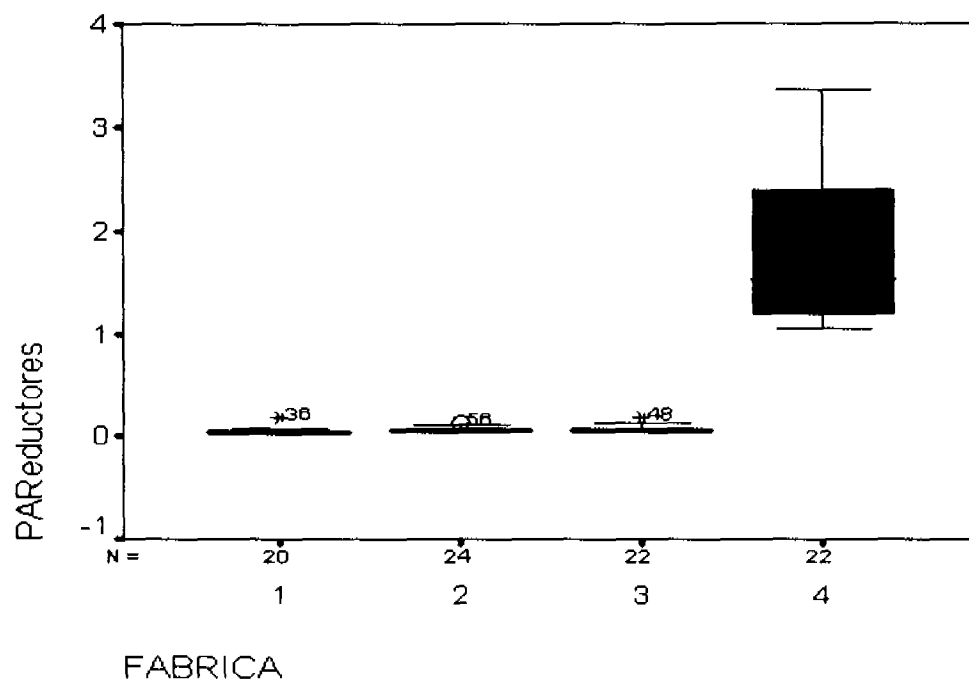
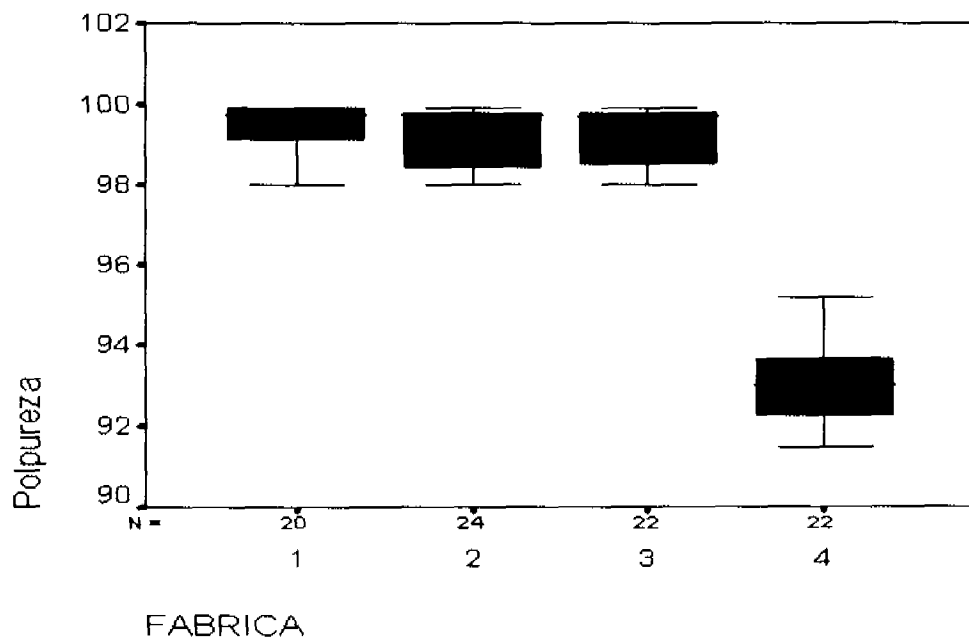
Se observa en general, que las propiedades físicas y mineralológicas establecidas en el azúcar de interés son diferentes a las propiedades observadas en los azúcares de las otras agrupaciones que fueron establecidos para el análisis realizado.

A continuación se presenta de forma gráfica las relaciones de interés analítico por cada una de las condiciones básicas y sus atributos ya mencionados

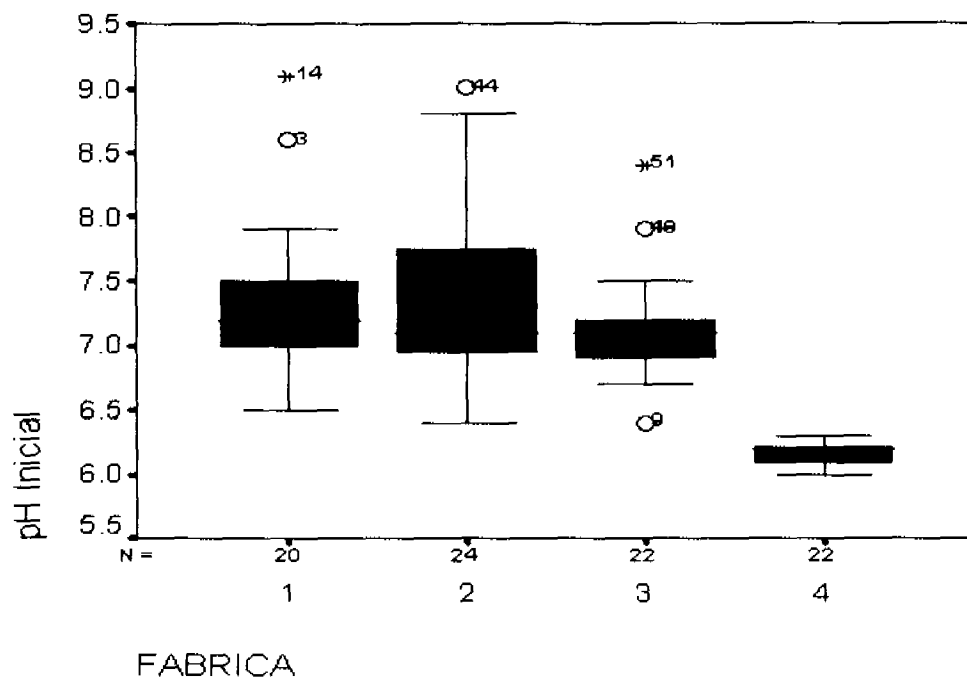
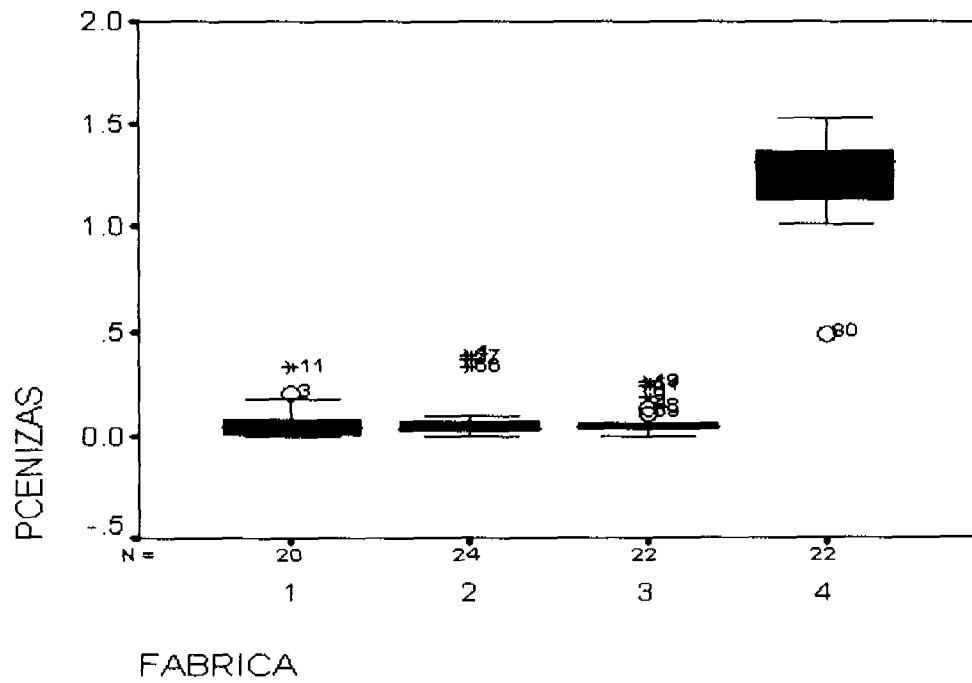
GRÁFICA 1: Graficas de Caja de cada interés analítico agrupadas por fábrica, ciudad, comercio y color.



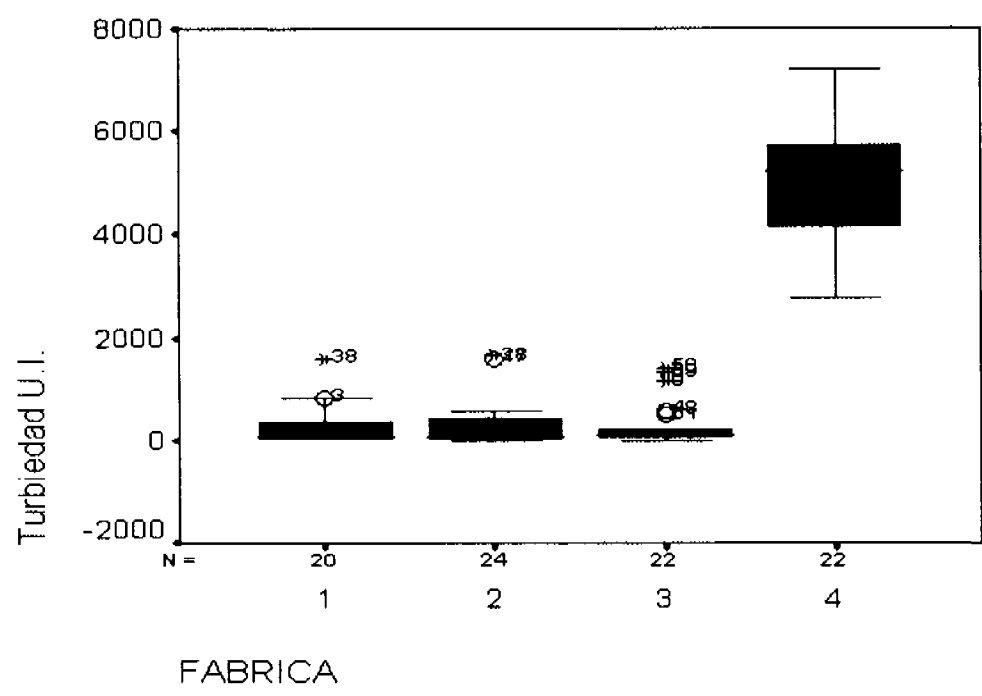
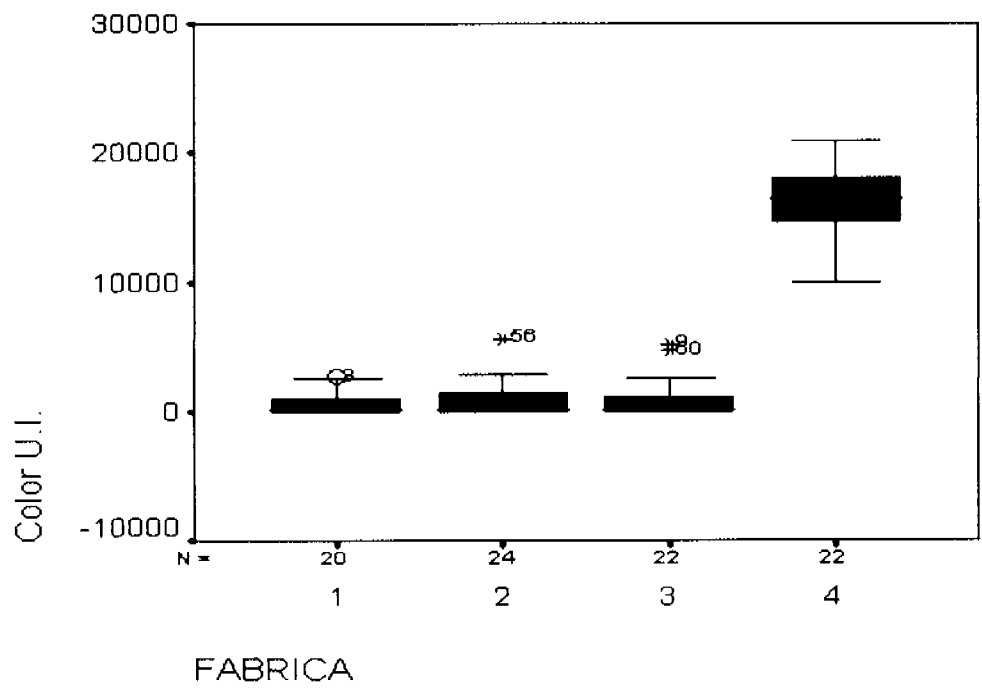
428 53
~~428~~



429 ~~84~~
~~133~~

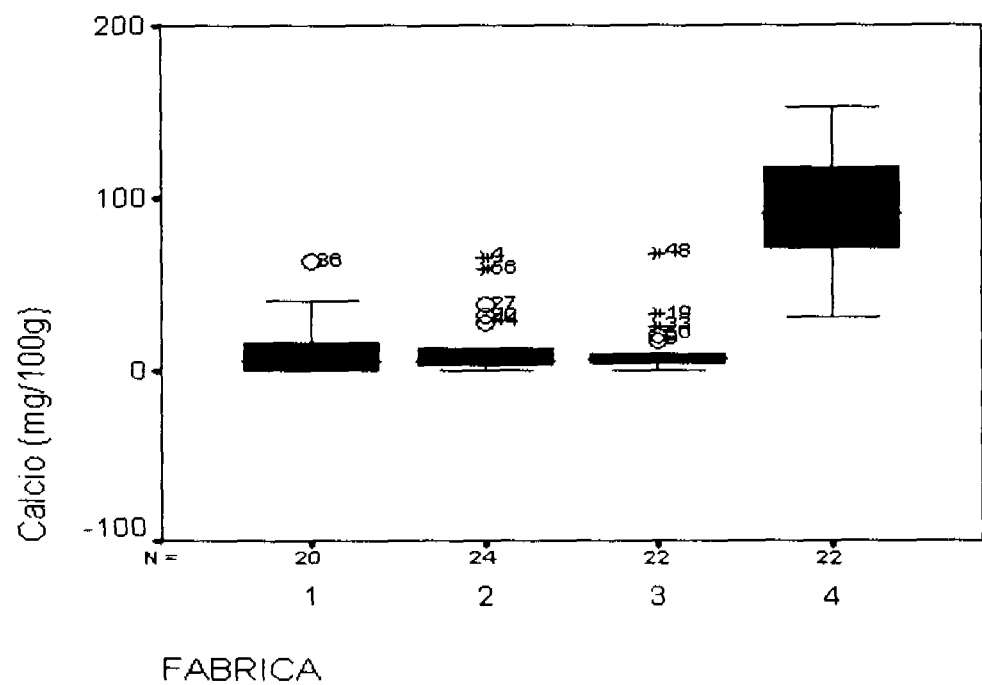
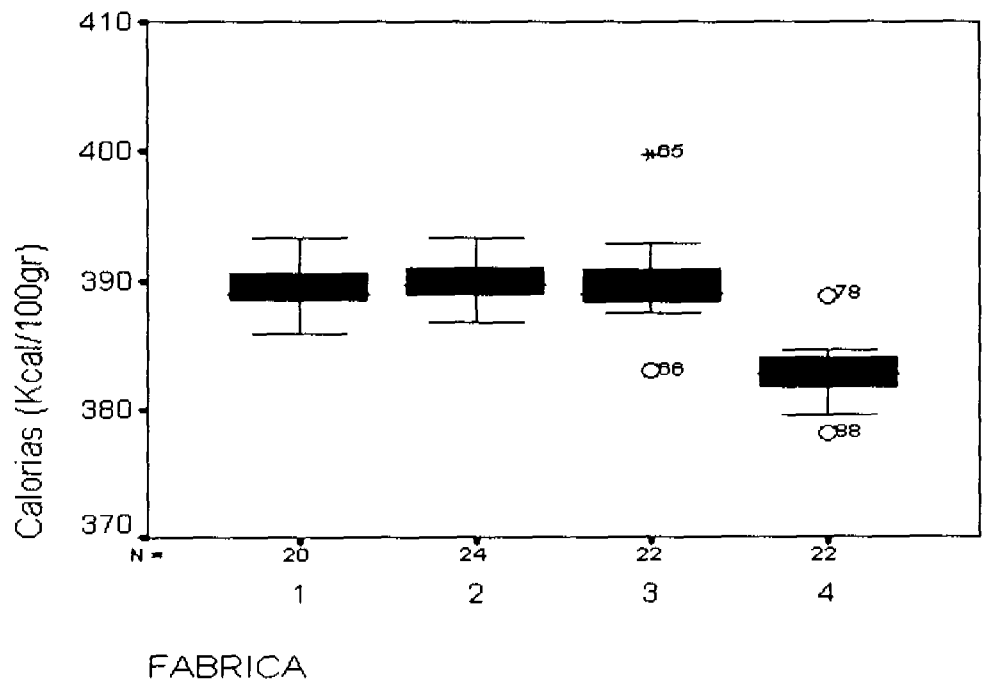


430 ~~434~~

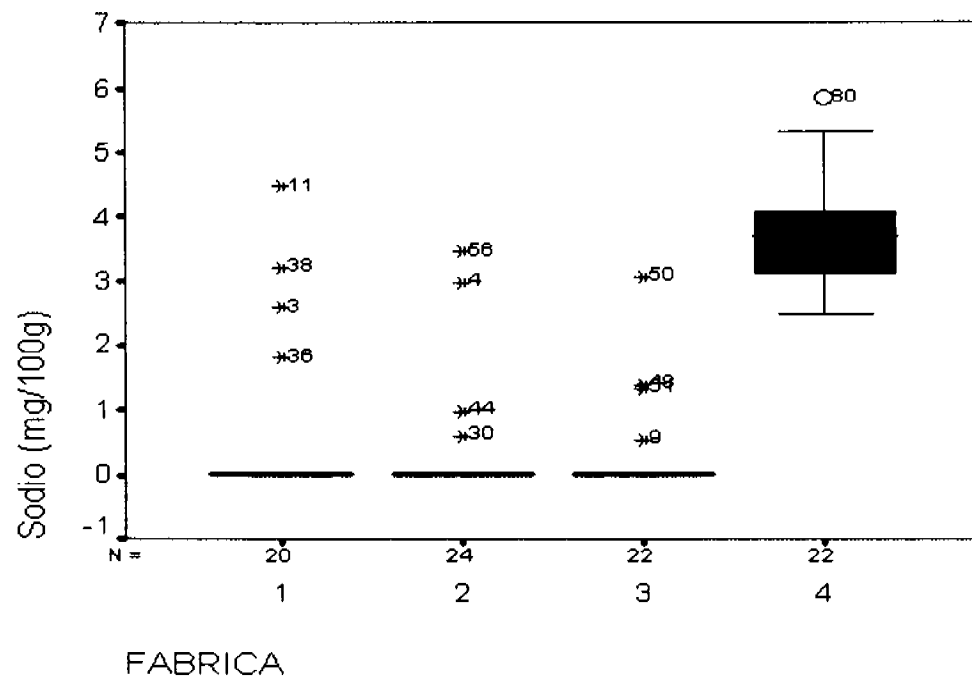
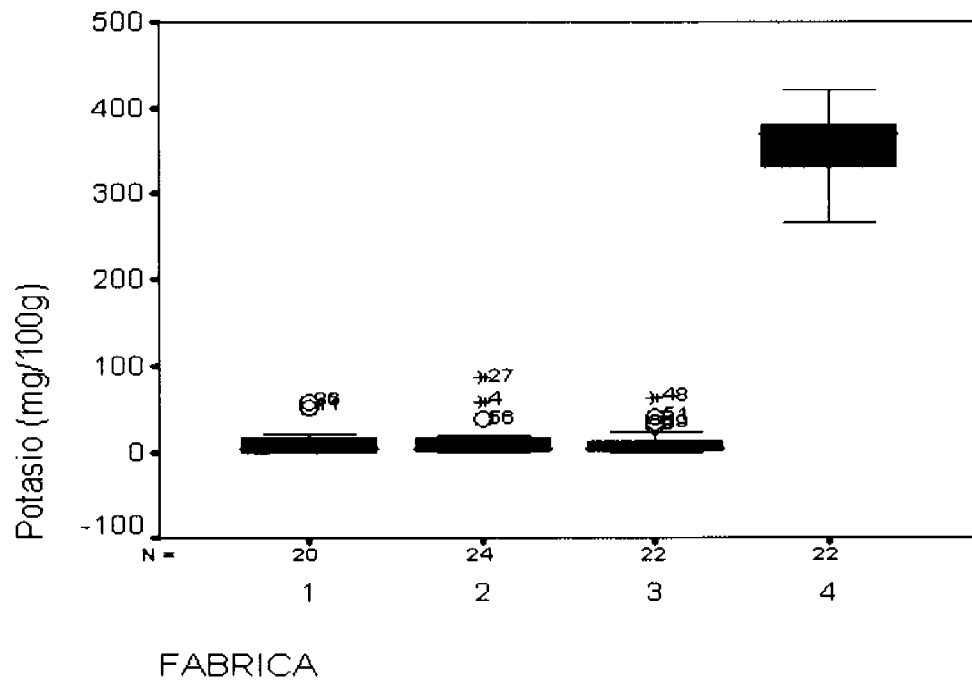


431

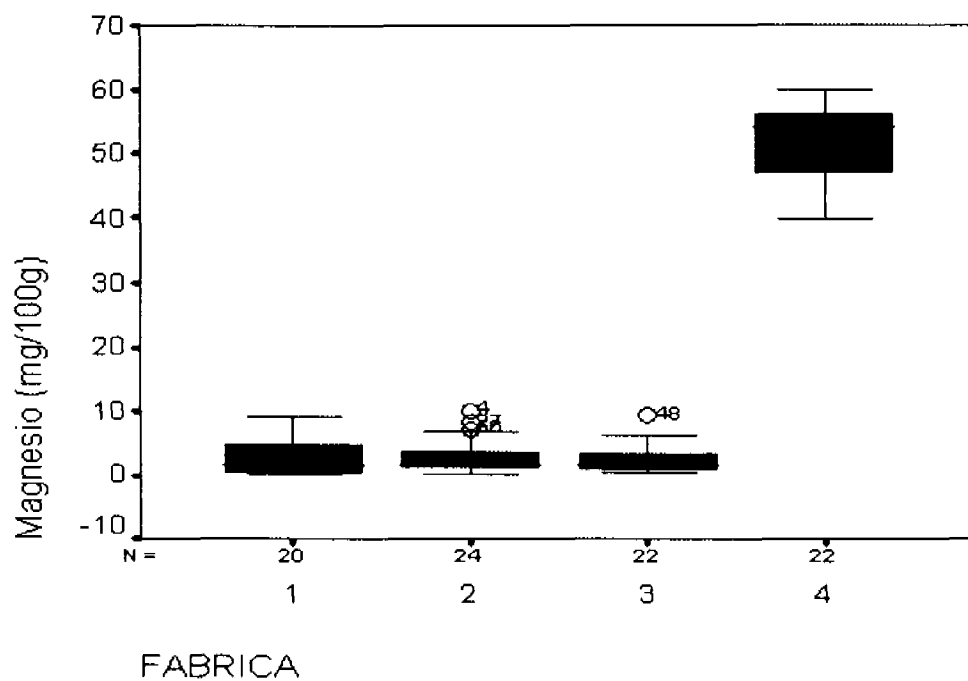
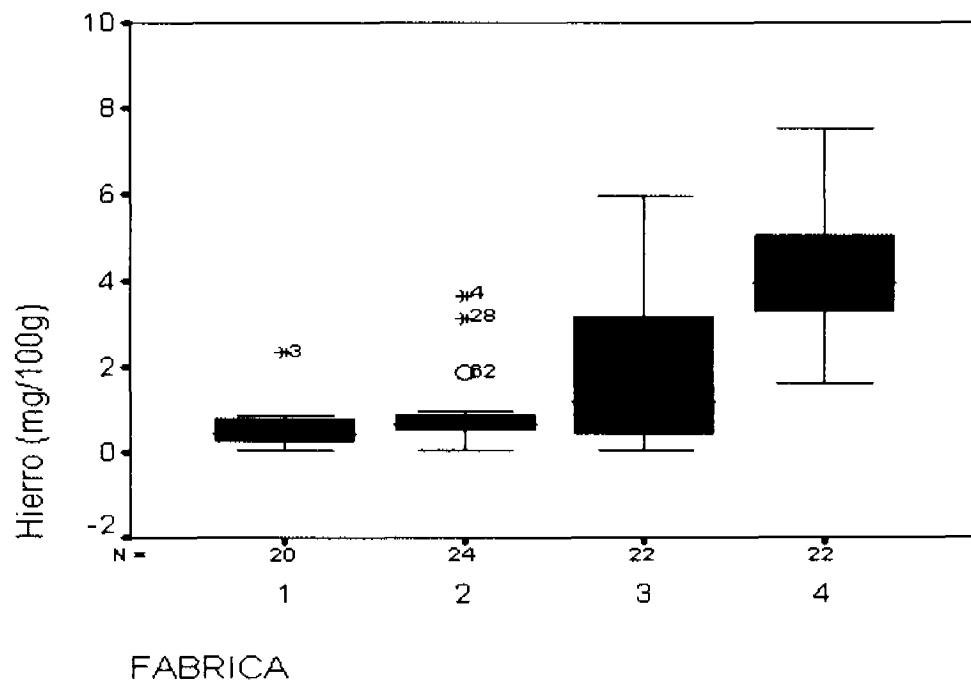
[Handwritten signature]



432 ~~54~~ ~~100~~

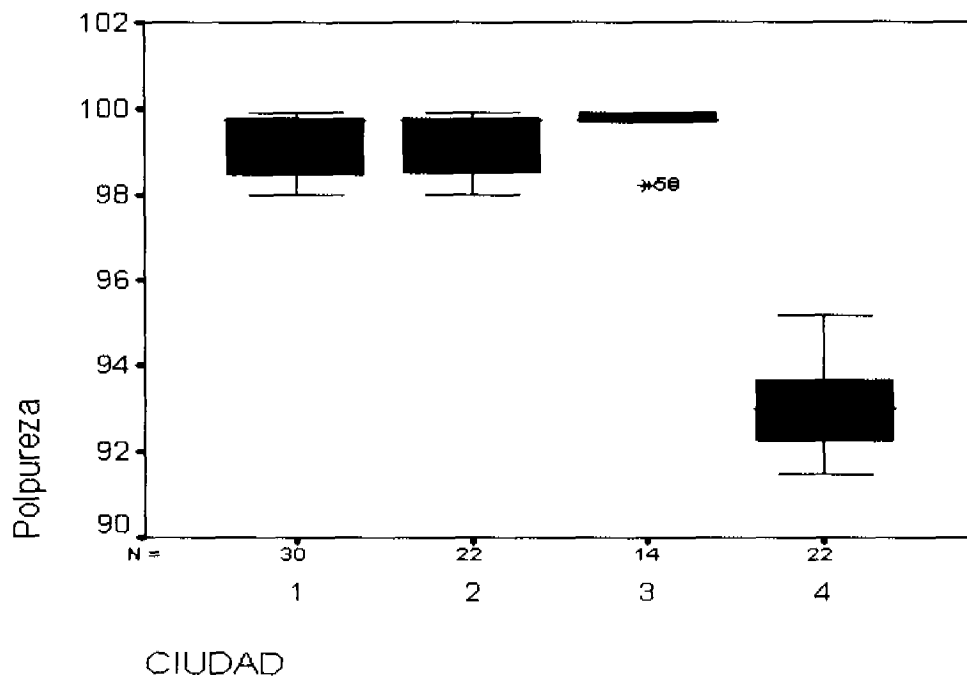
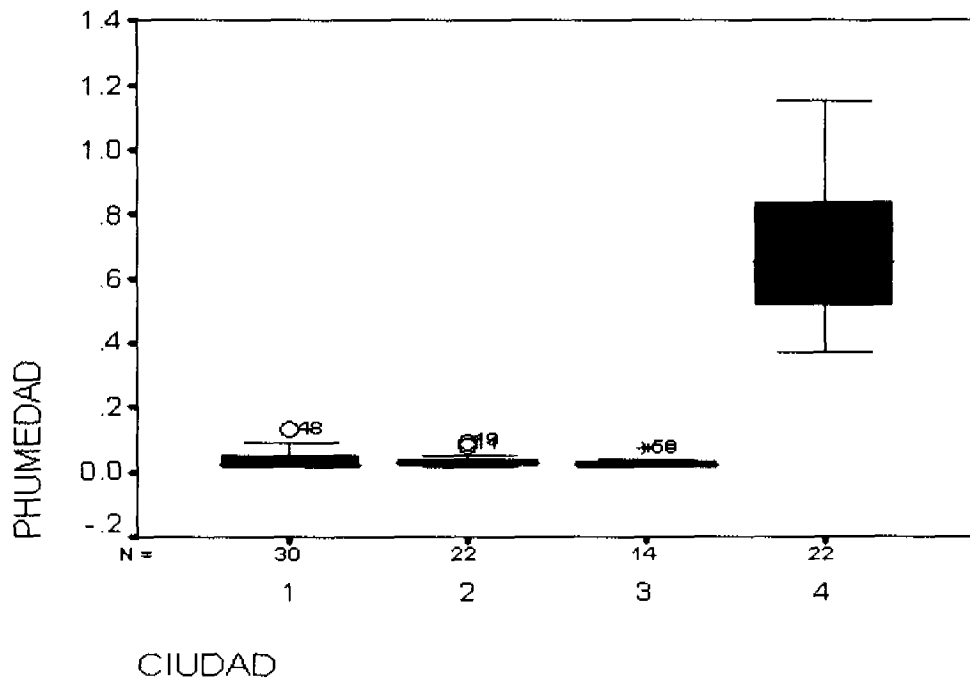


433 ~~58~~
~~437~~

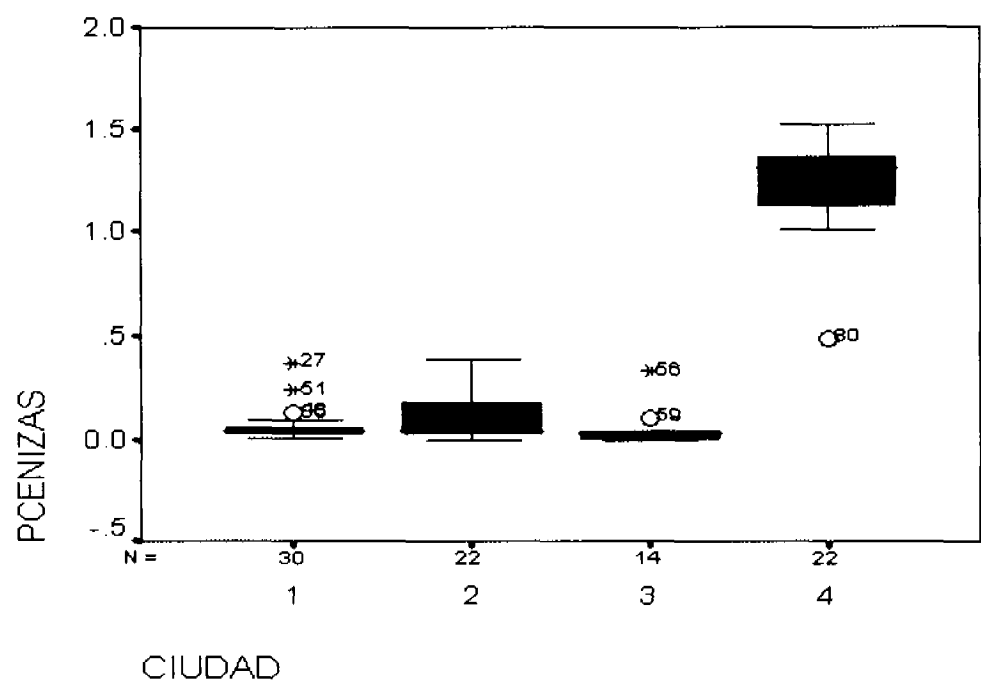
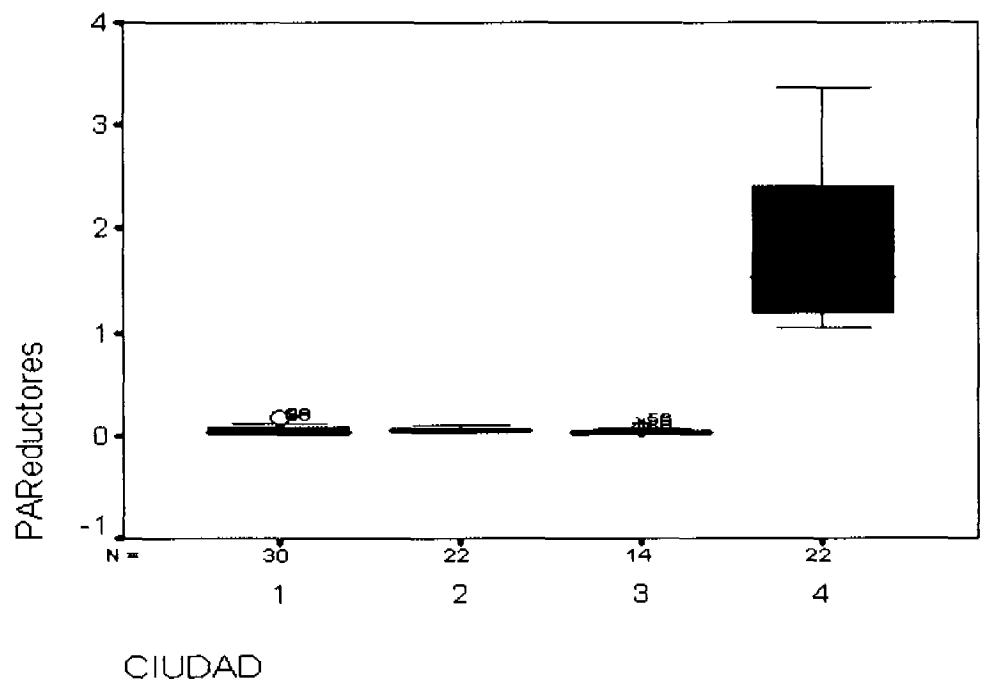


434

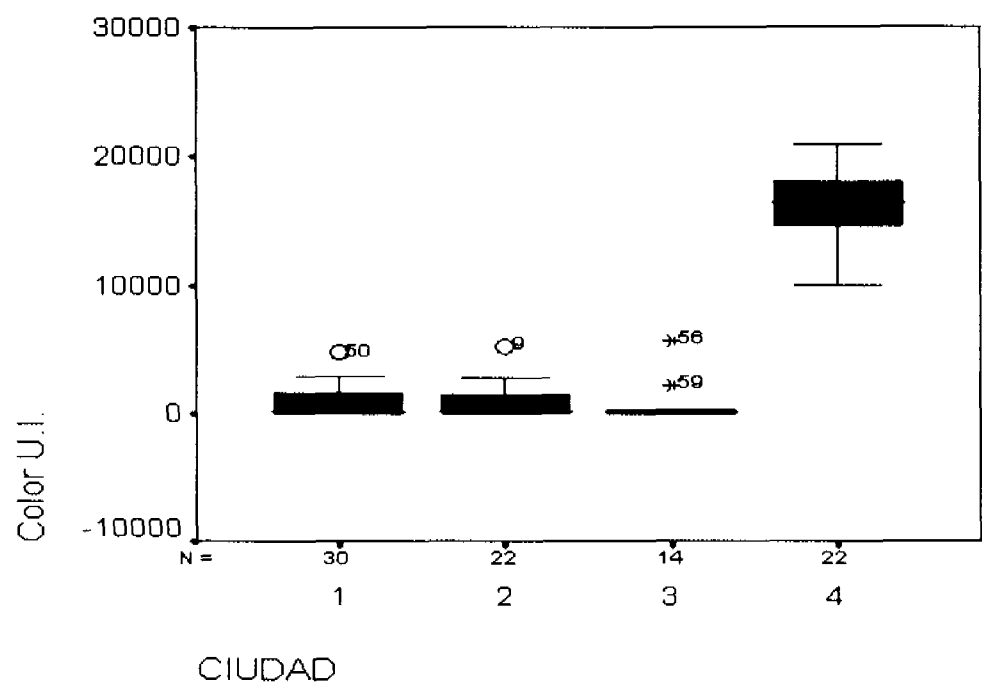
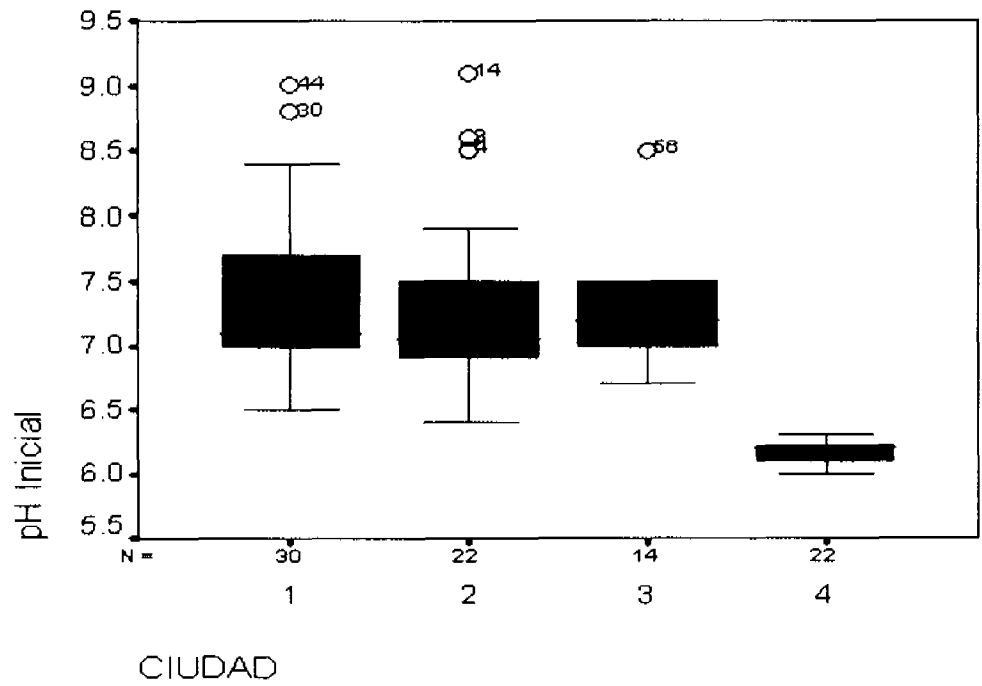
57
28



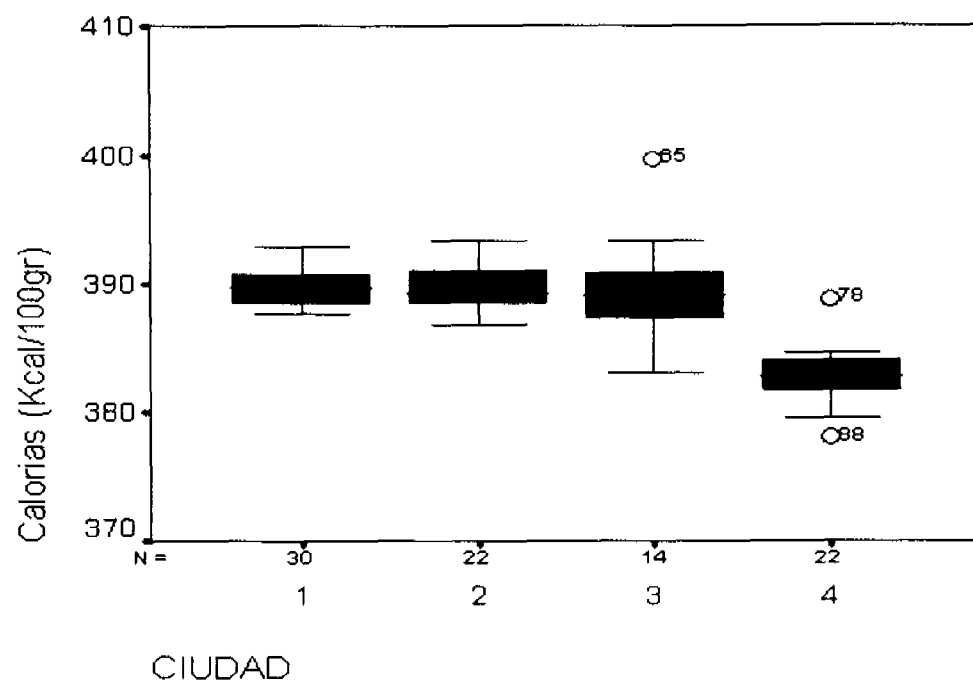
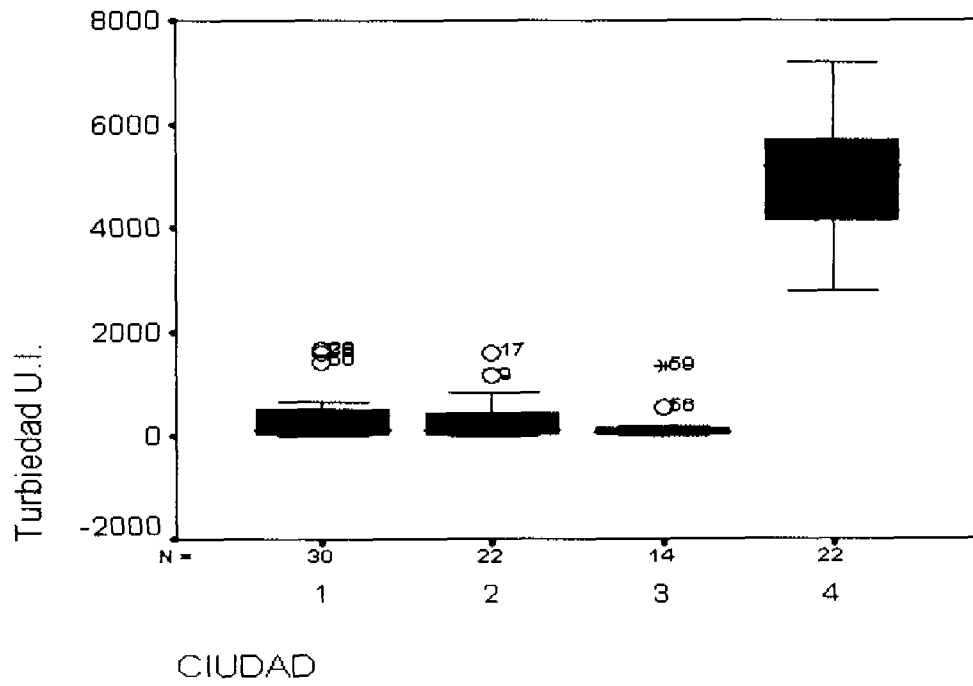
435
60
20



436 ~~436~~

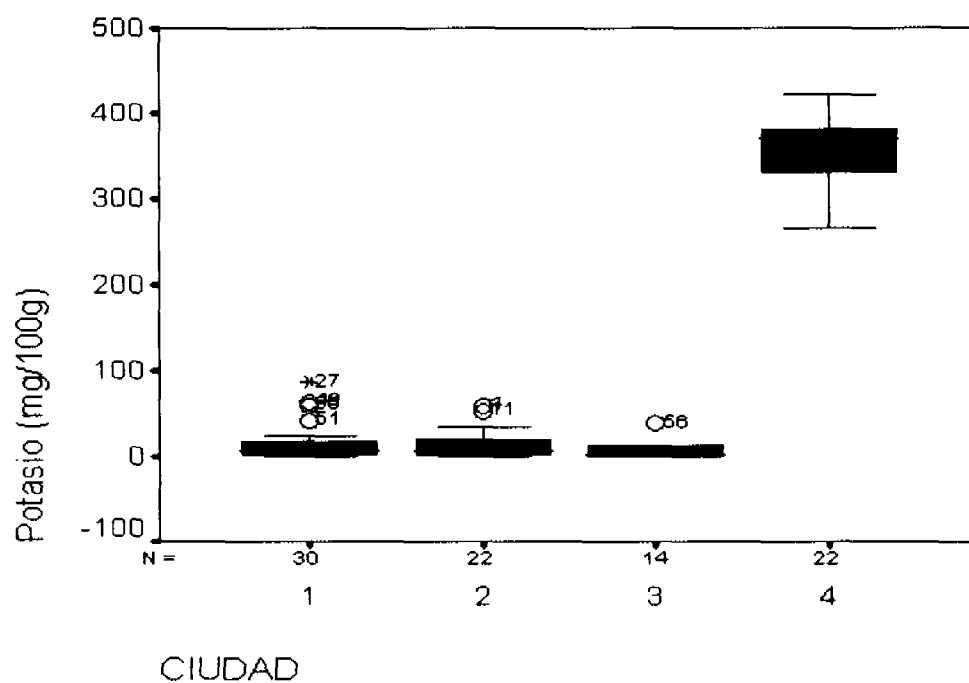
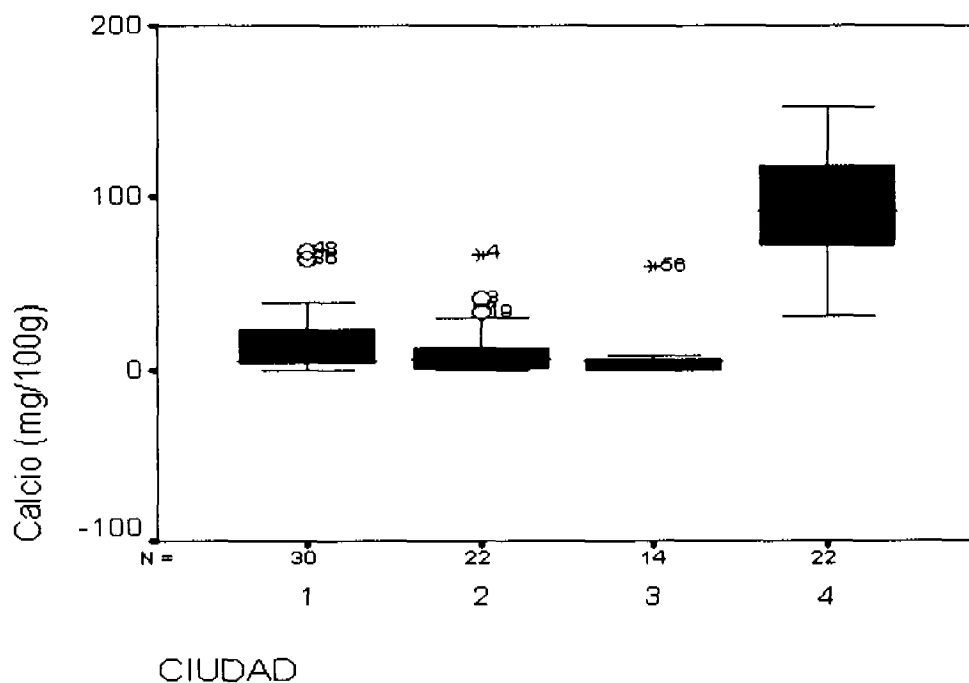


437 ~~62~~
~~1041~~



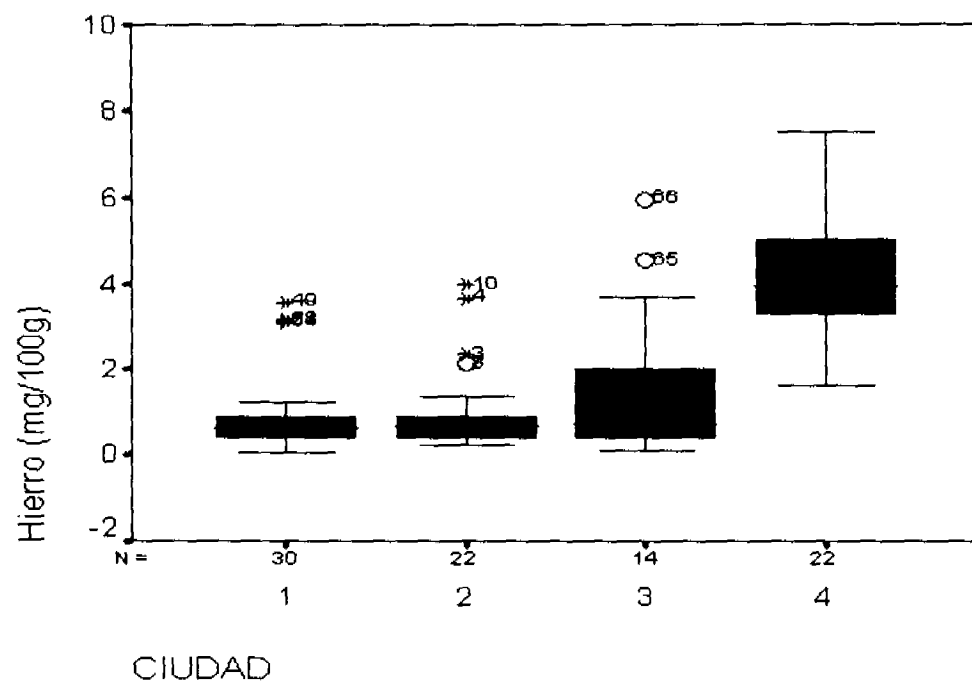
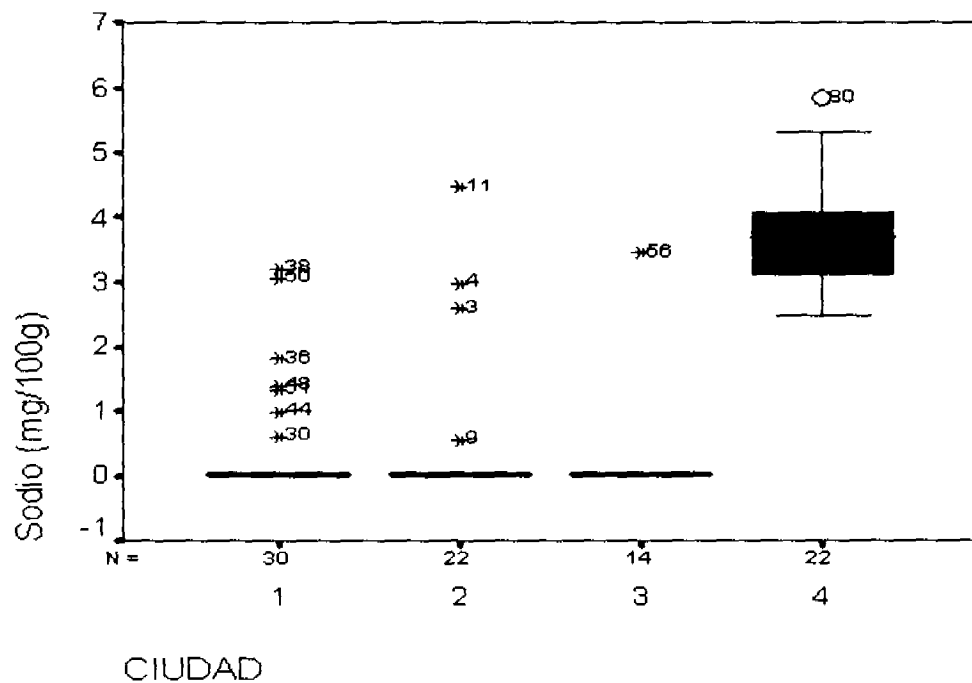
438

63
222
/

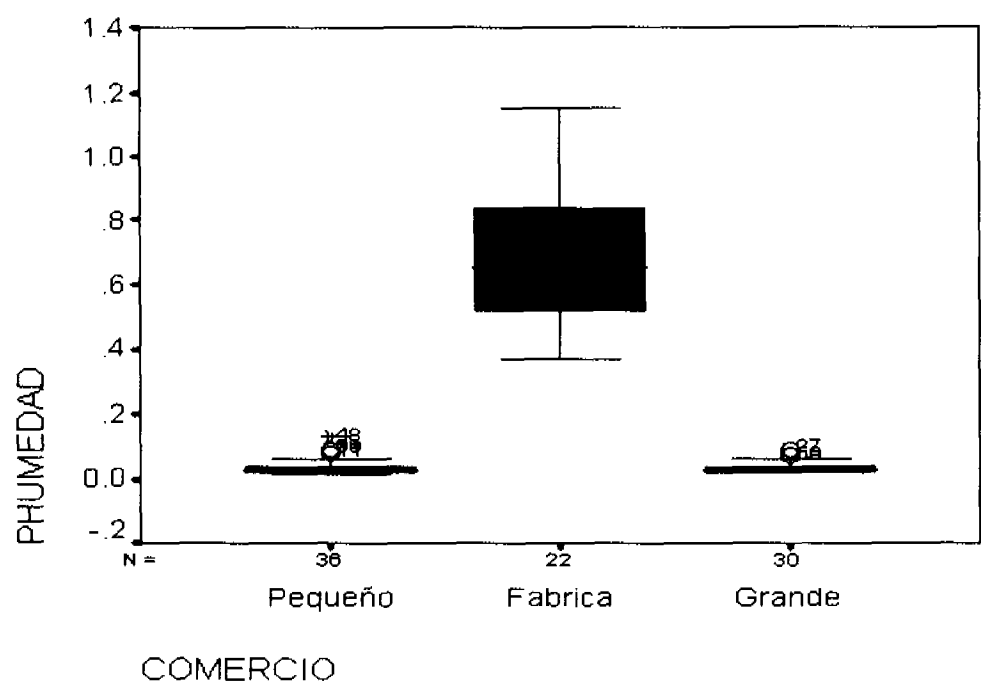
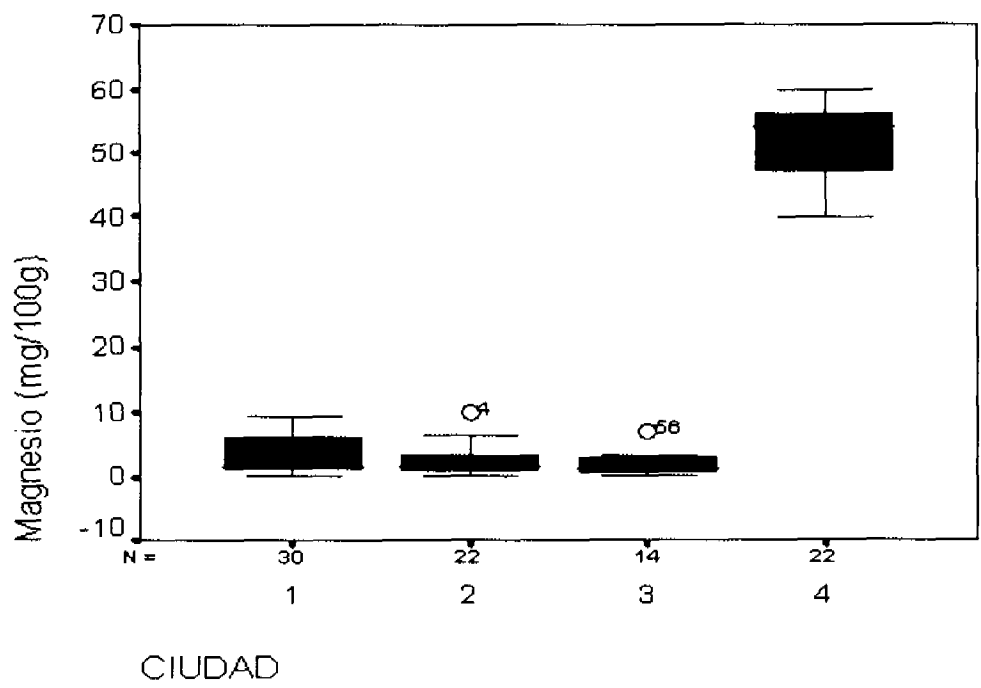


439

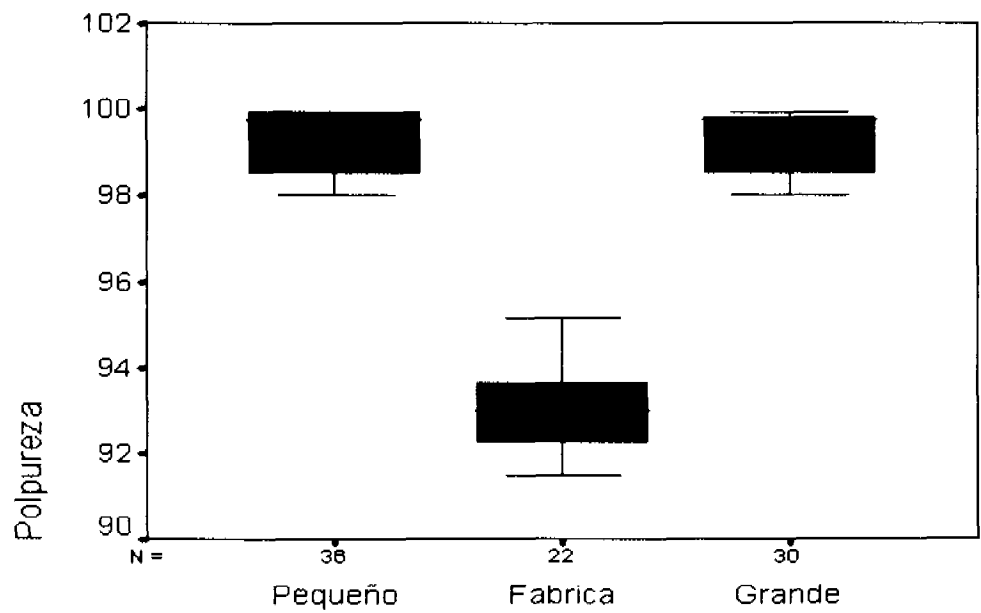
64
443



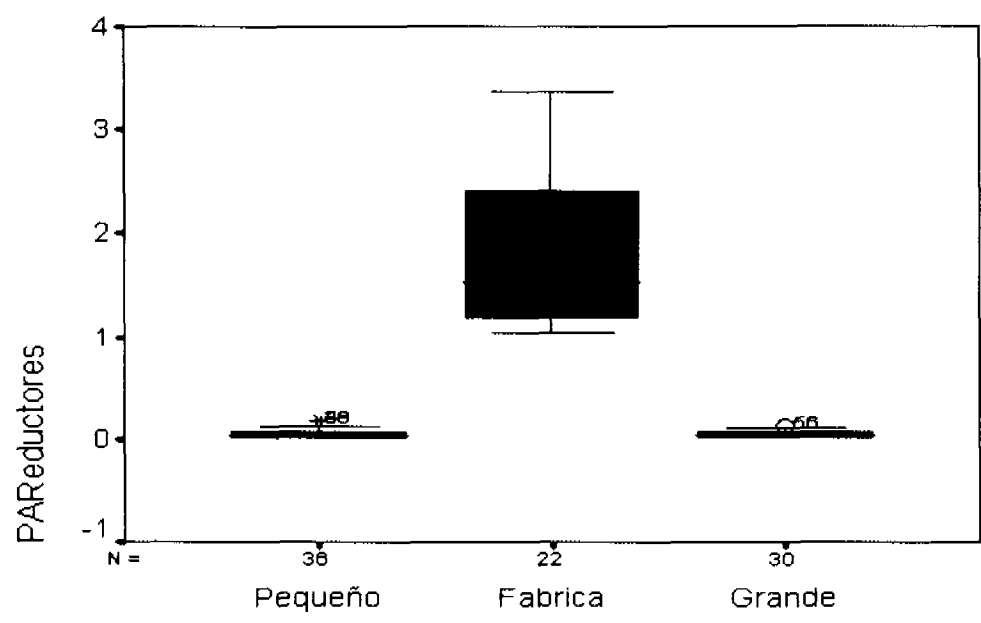
440 ~~65~~
~~444~~



441
 66
 44

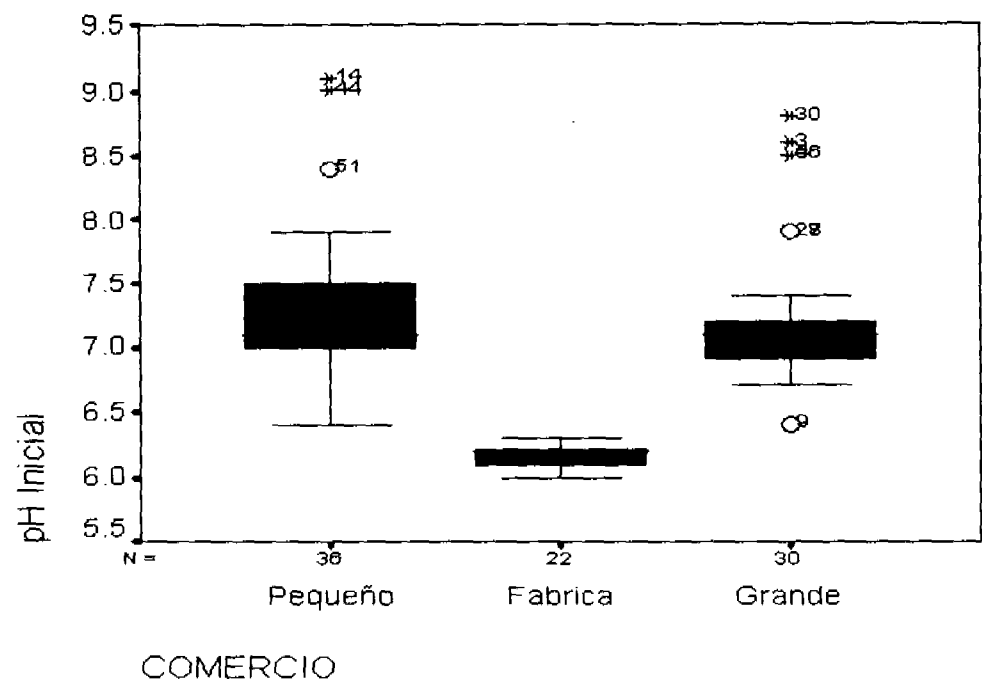
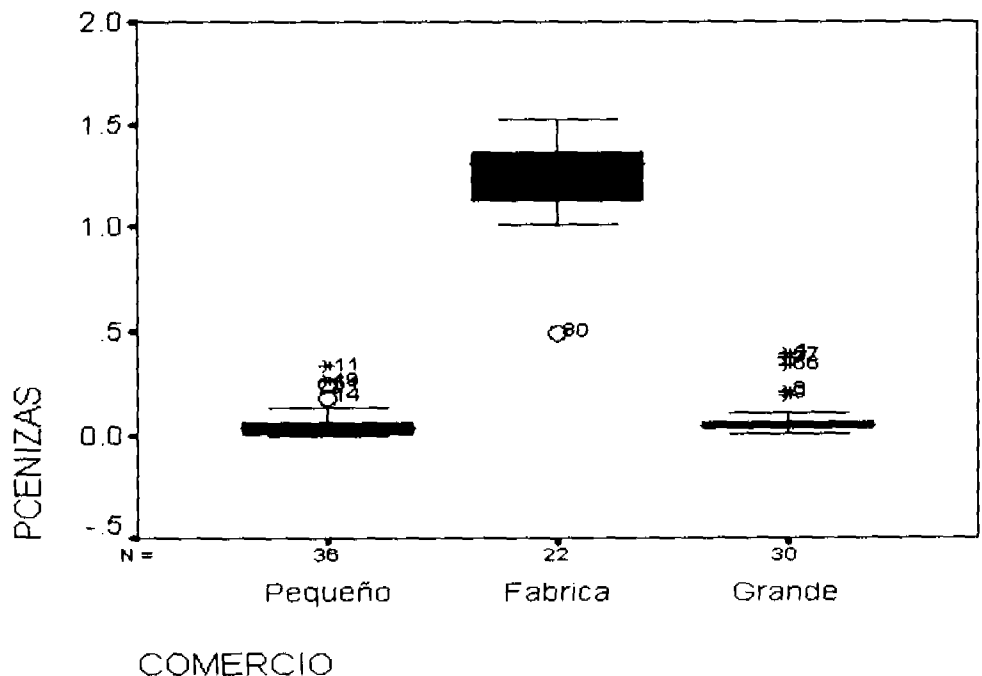


COMERCIO



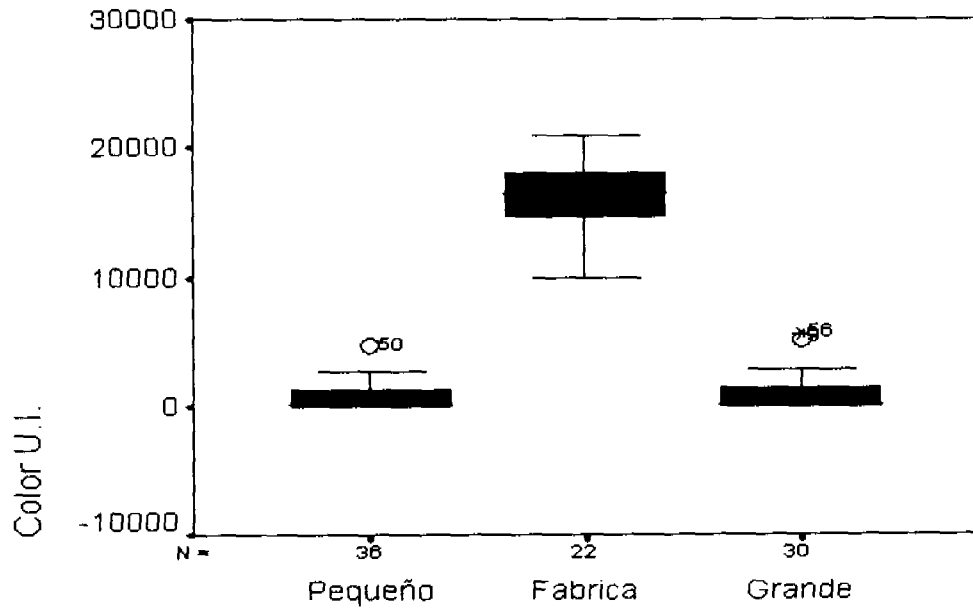
COMERCIO

442
~~446~~

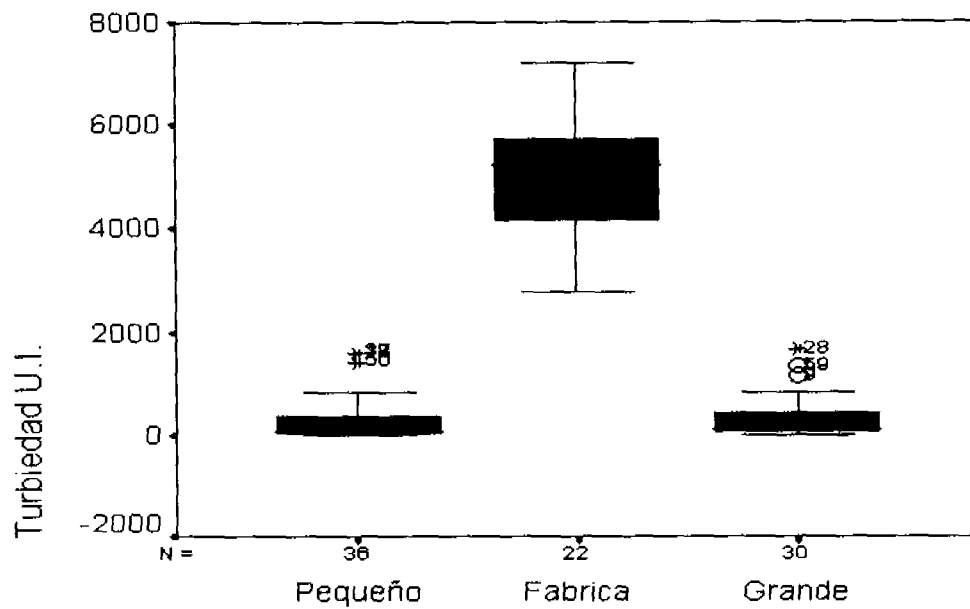


443

~~68~~
~~77~~

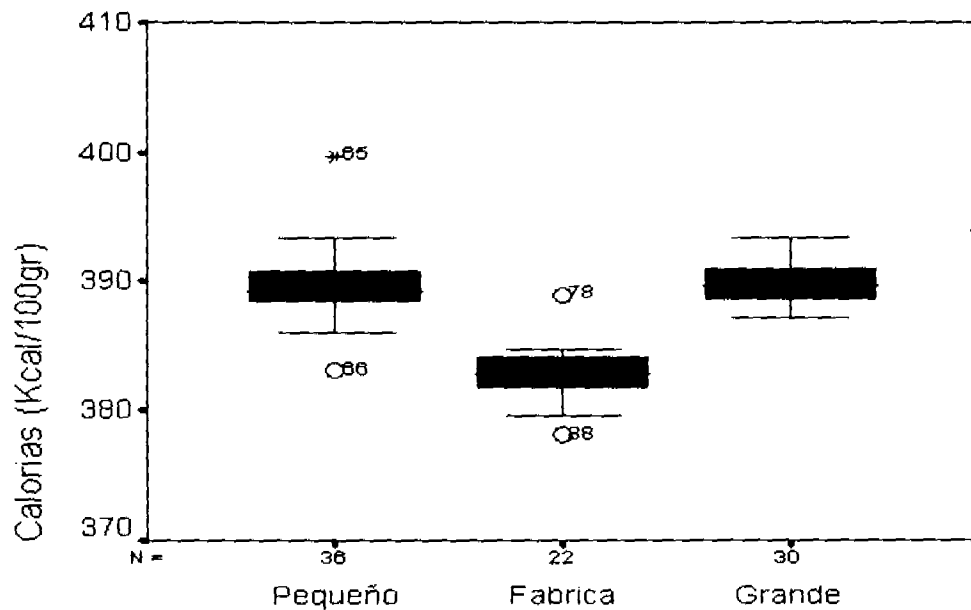


COMERCIO

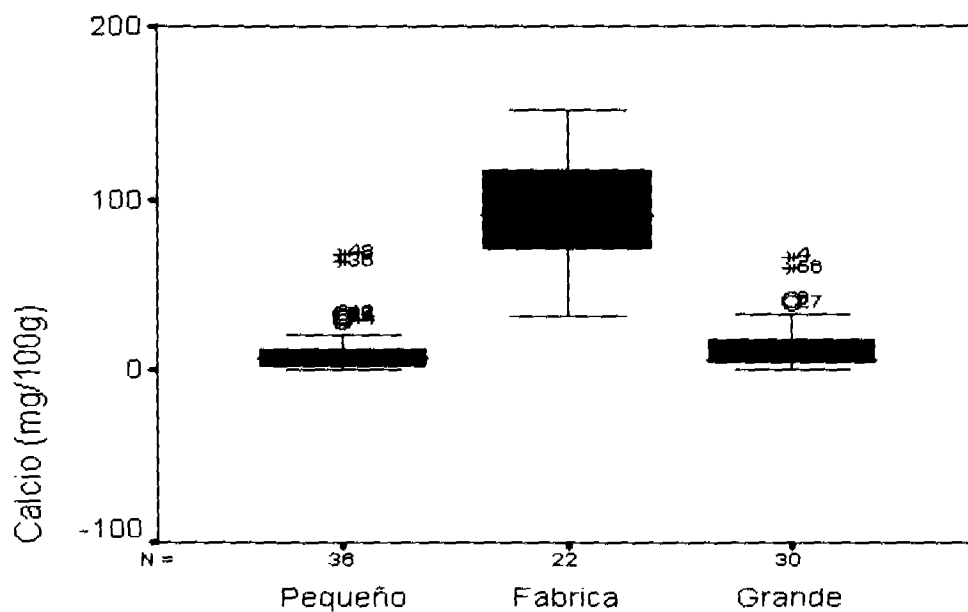


COMERCIO

444 ~~62~~
~~210~~

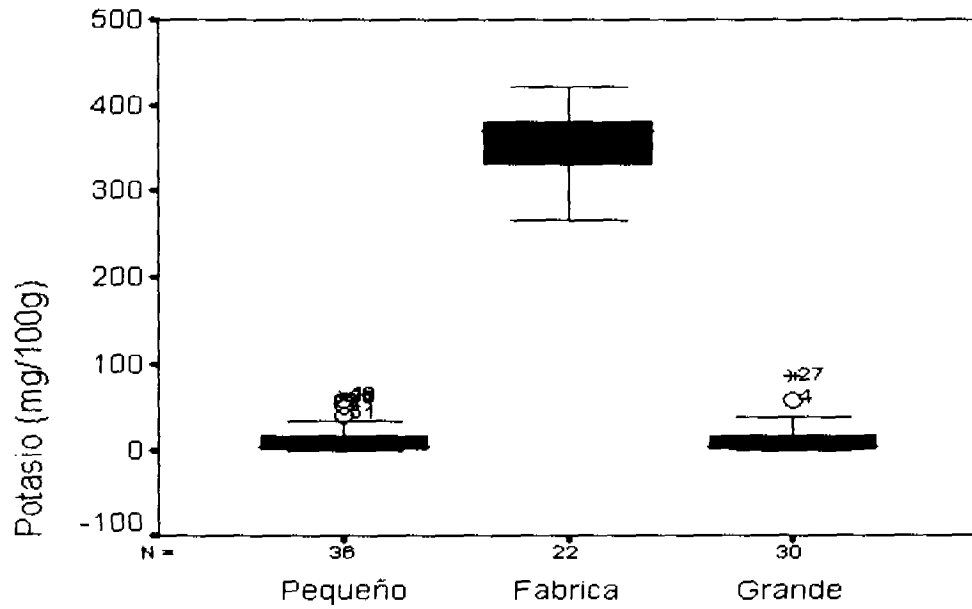


COMERCIO

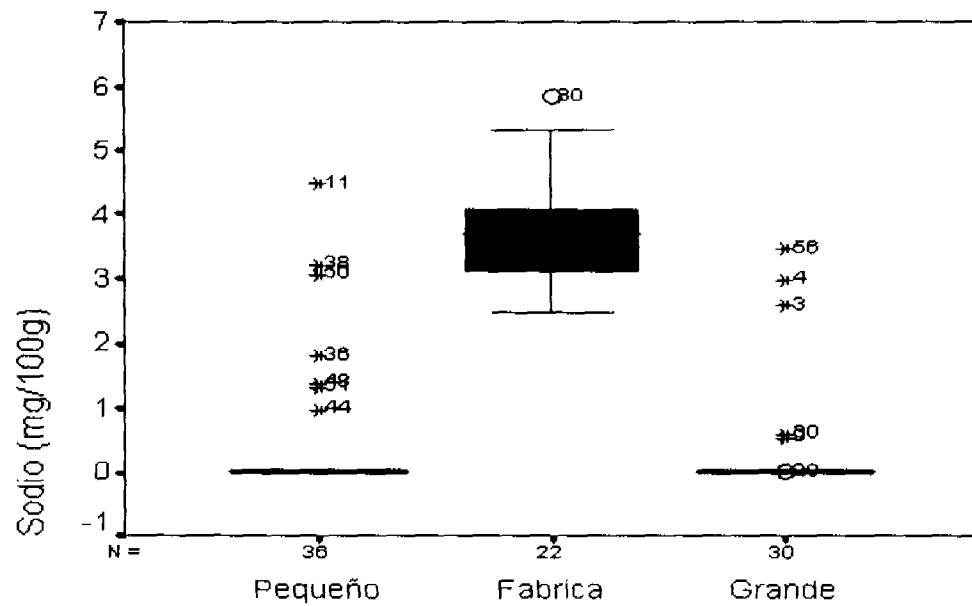


COMERCIO

245 ~~75~~
~~249~~

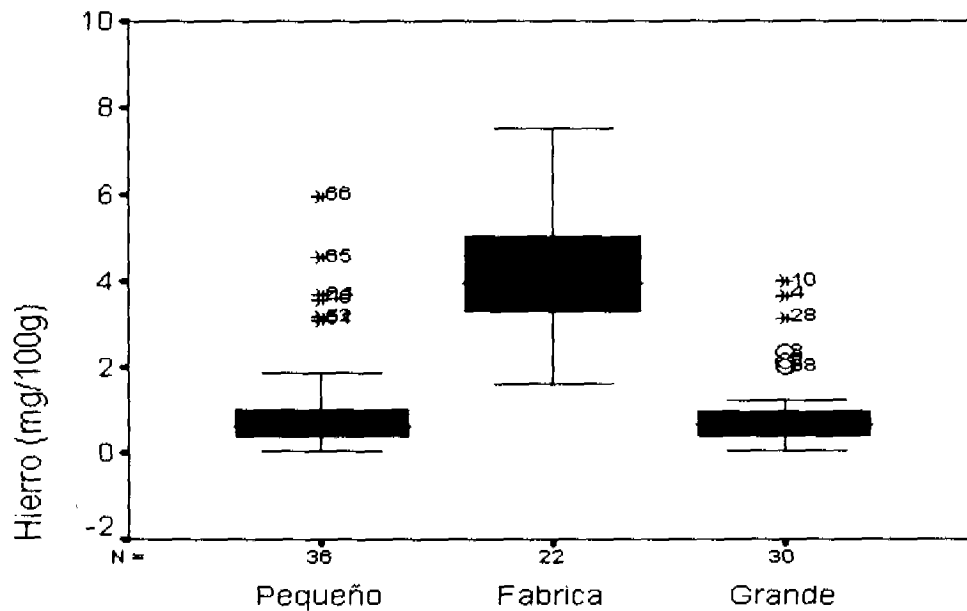


COMERCIO

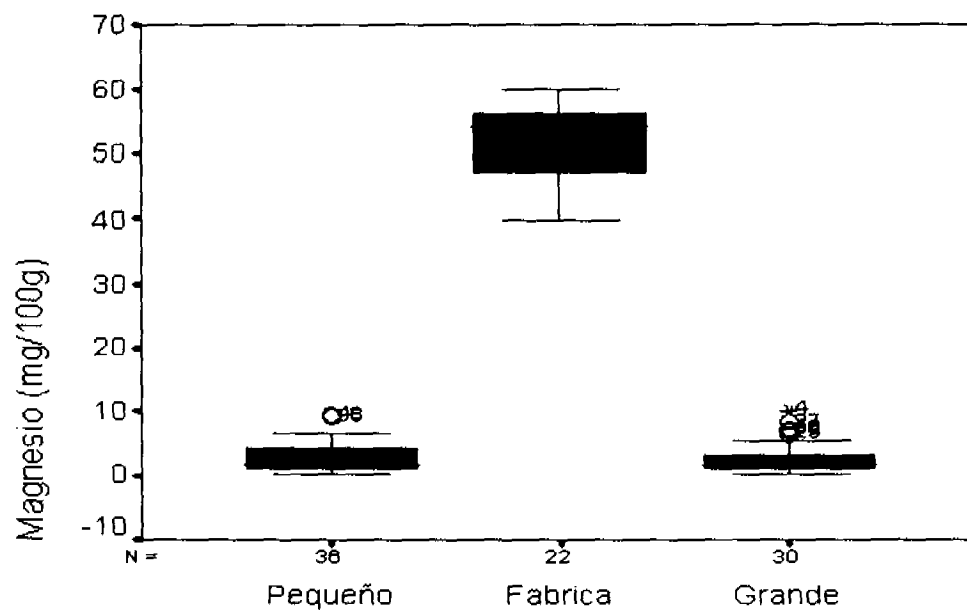


COMERCIO

446 ~~7/~~
~~8/~~

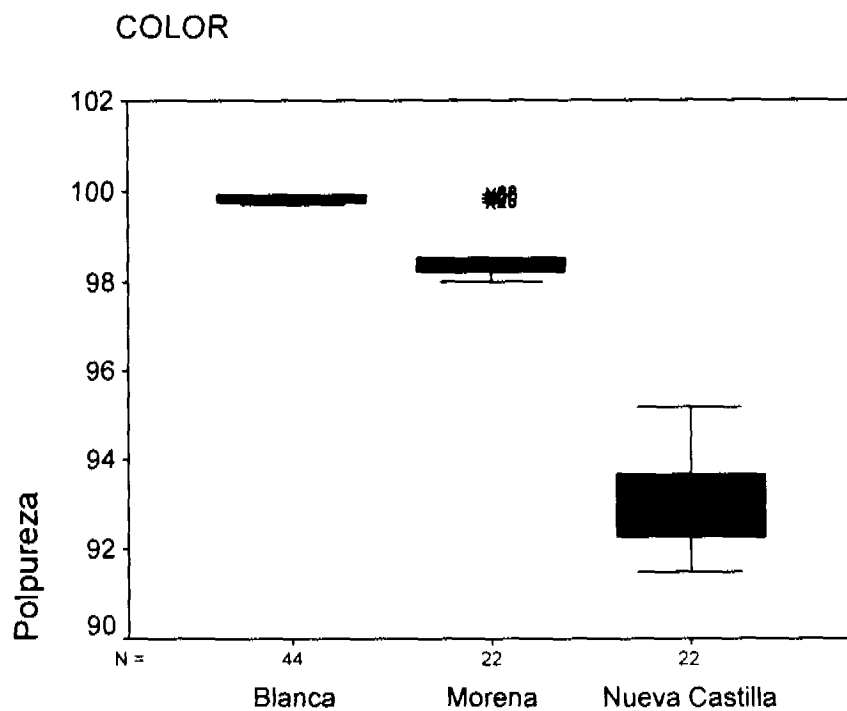
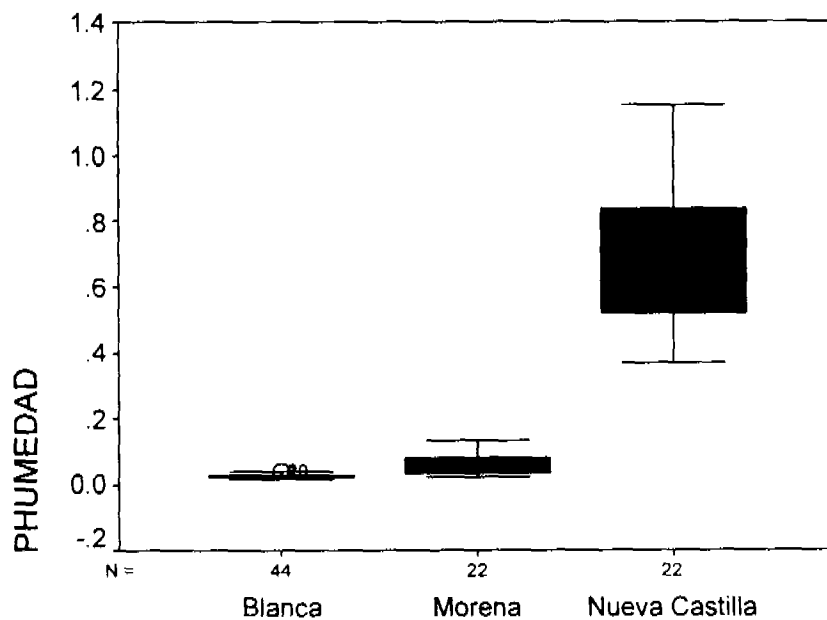


COMERCIO

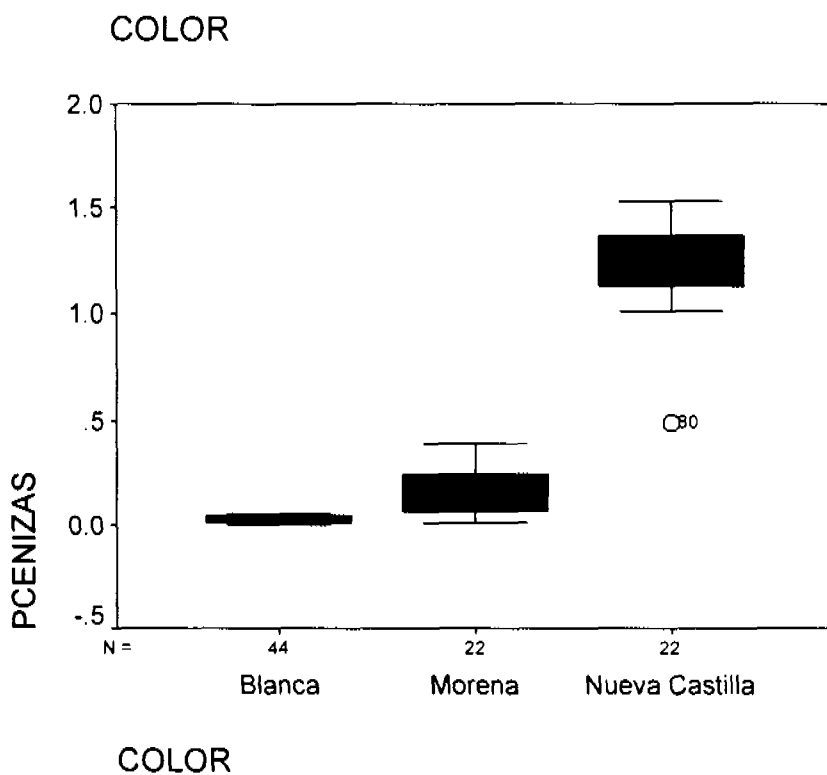
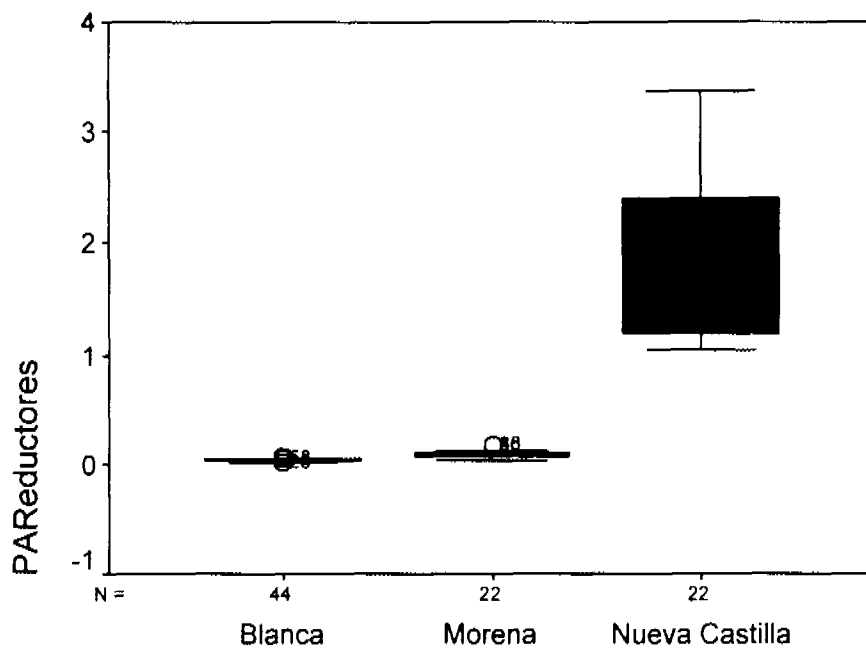


COMERCIO

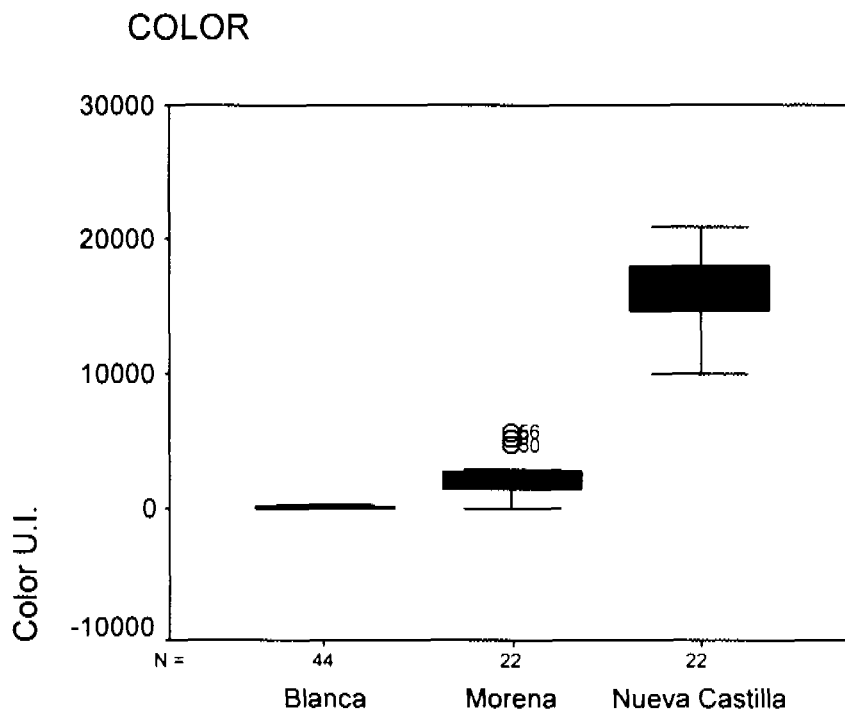
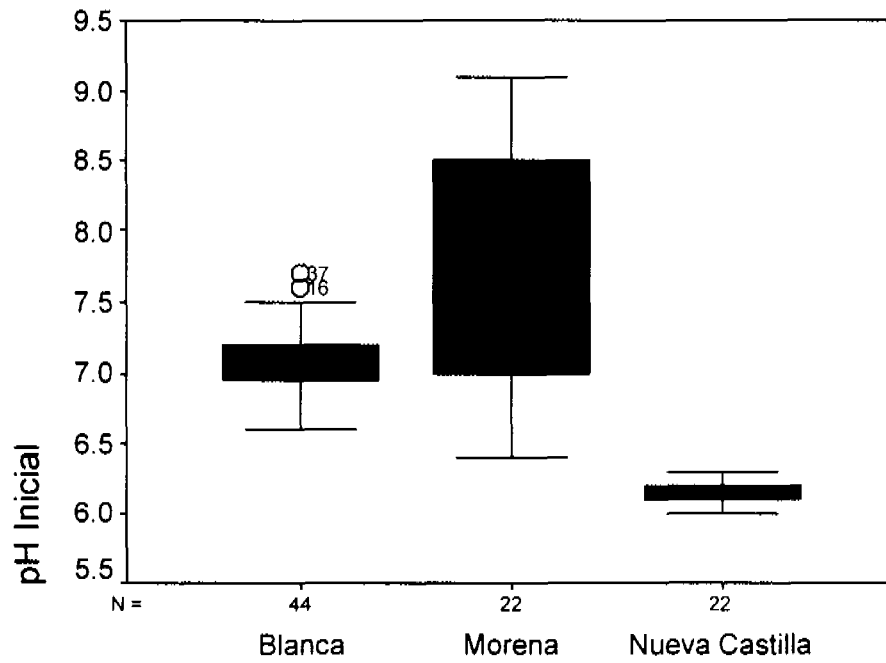
447 72
AS



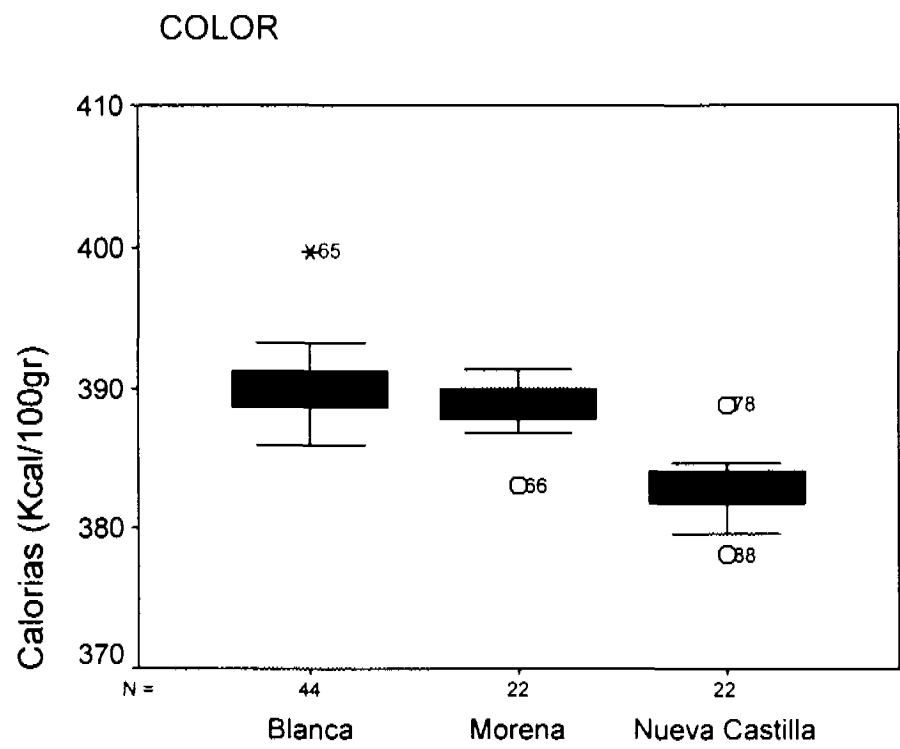
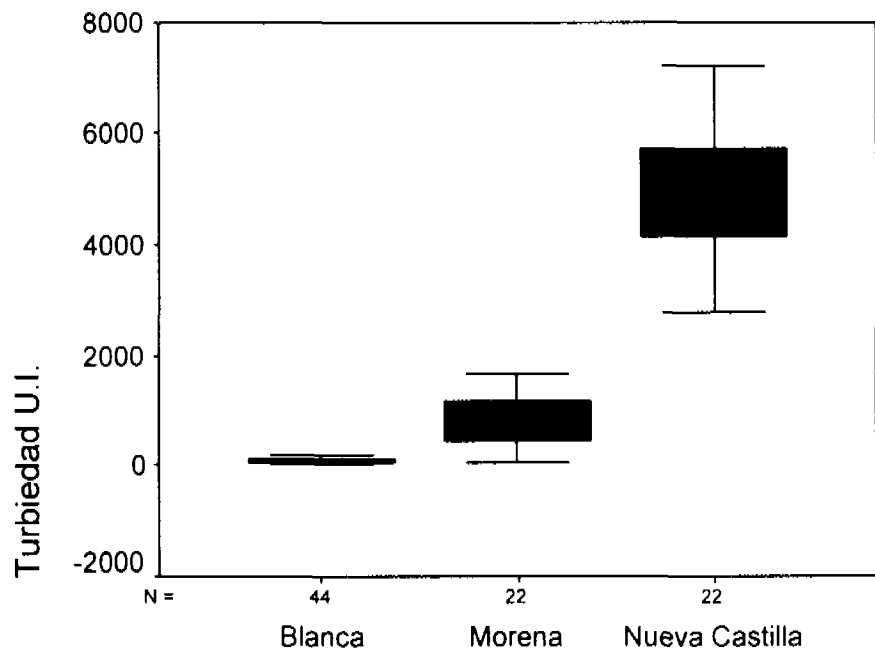
448 ~~73~~
~~72~~



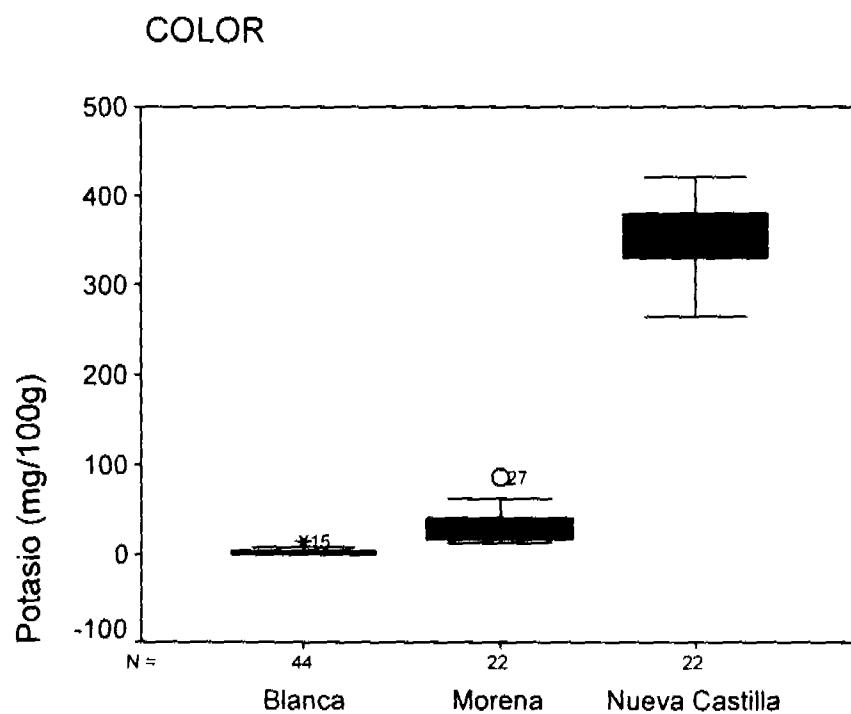
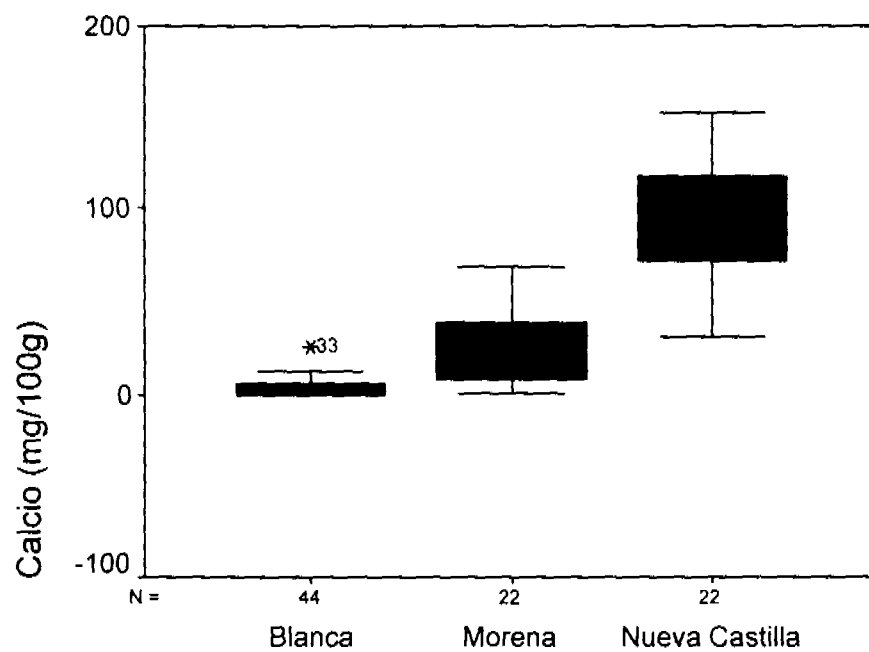
4419 74
 83



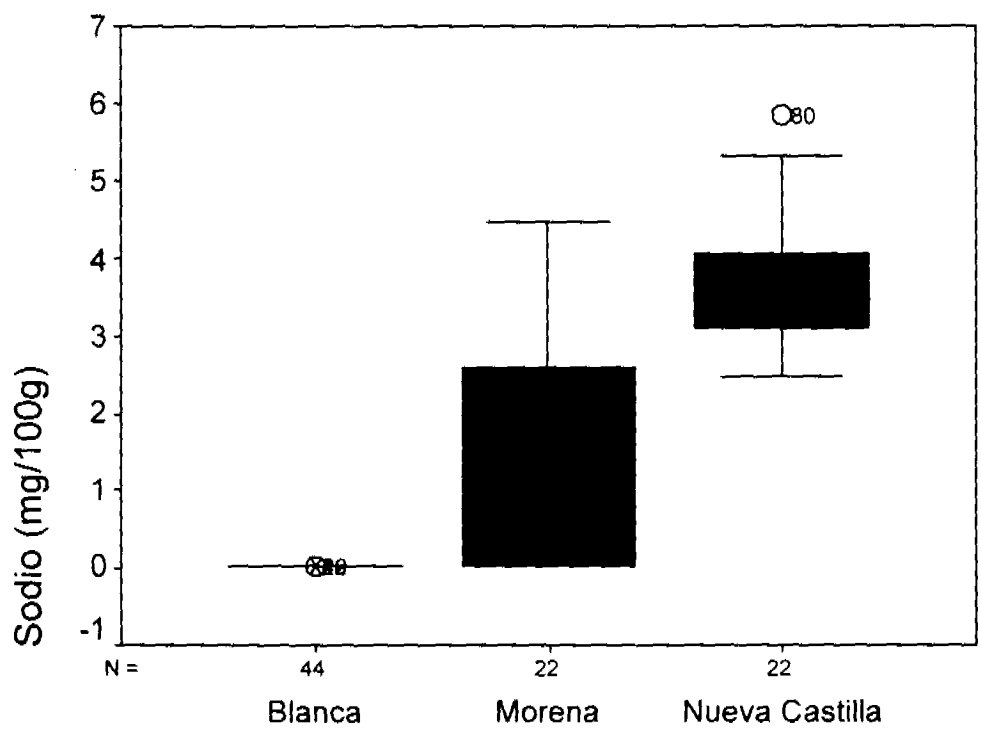
450



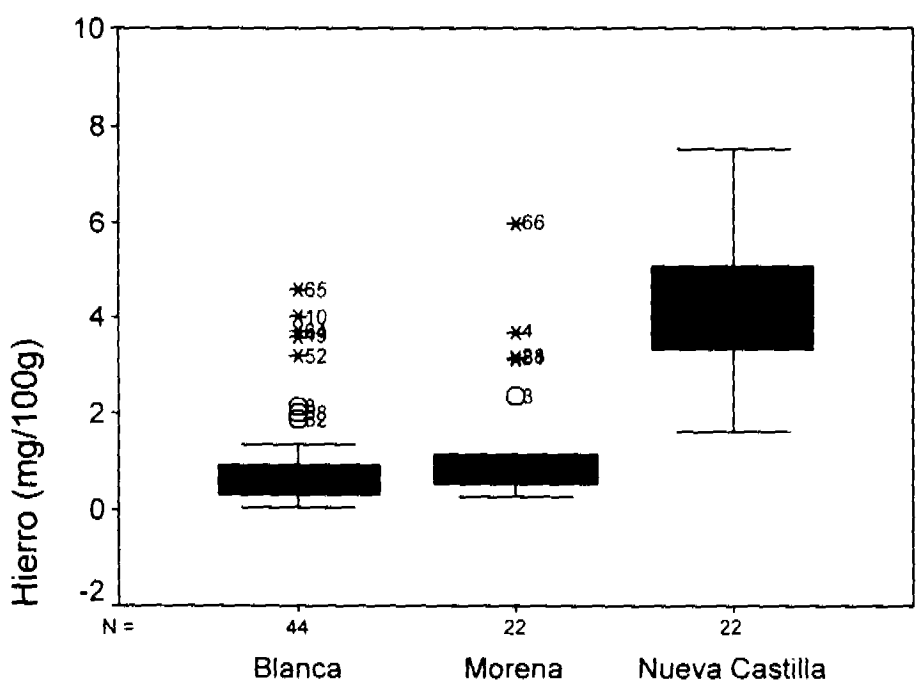
451 ~~76~~
~~75~~



452 23
~~456~~

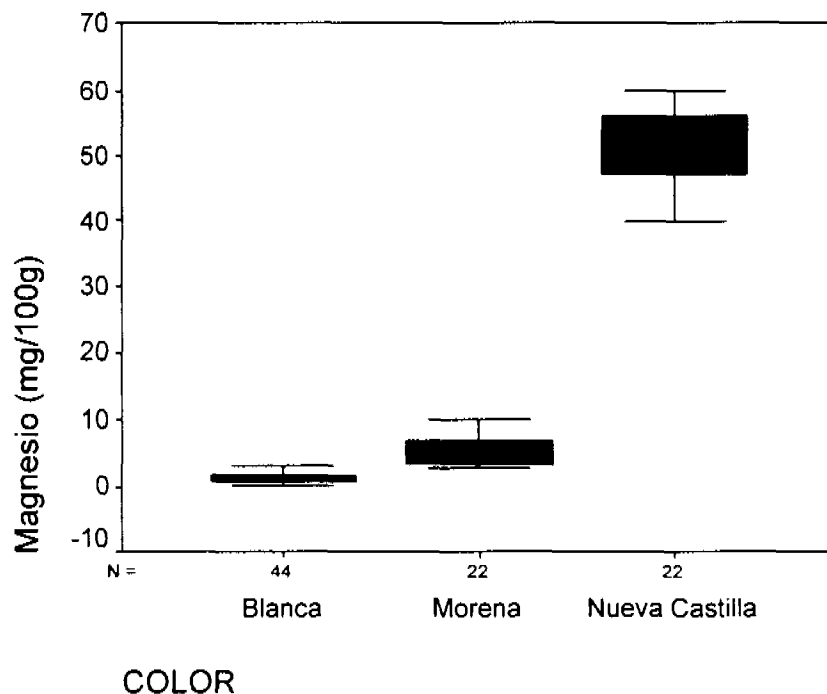


COLOR



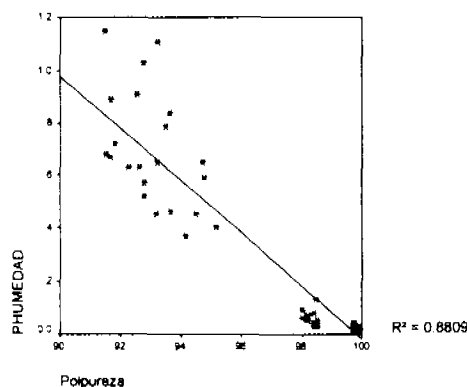
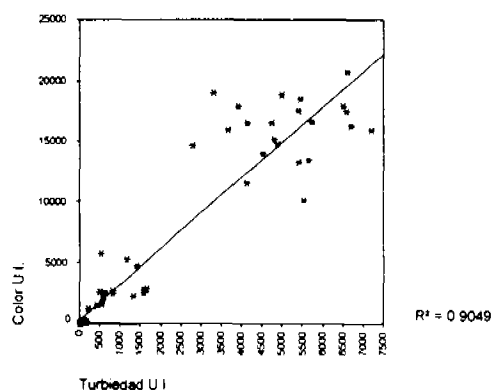
COLOR

453 ~~78~~
~~457~~



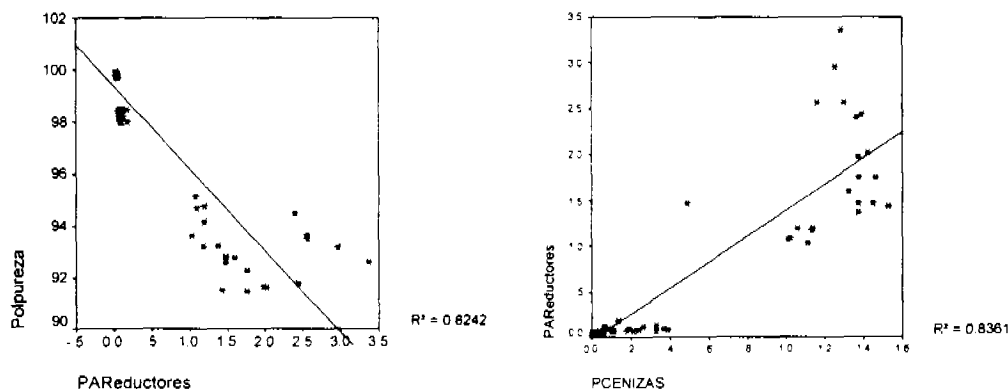
5.4 Análisis de correlación de los atributos físicos y químicos

Es preciso determinar y conocer el comportamiento de la correlación de los atributos físicos de los azúcares analizados, como método exploratorio de los datos en el análisis de asociación para establecer las diferencias en las cualidades analizadas en los azúcares; por lo tanto, se presenta en forma grafica las altas correlaciones exploradas a algunos atributos físicos de los azúcares, obteniéndose correlaciones estadísticamente significativas, ($p < 0.01$), como se aprecia en los gráficos del 2 al 4.²

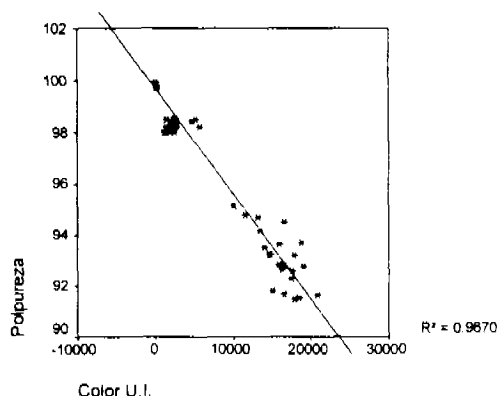


² R^2 : Determinación. Es el valor cuadrático de la correlación, o ponto de Correlación de Sperman (R o r). Para lograr el " R ", se extrae la raíz cuadrada de la determinación.

GRÁFICA 2: Dispersión y correlación de Color UI y Turbiedad UI. Pol pureza y Porcentaje de Humedad.



GRÁFICA 3: Dispersión y correlación de Pol pureza y Porcentaje de Azúcares reductores. Porcentaje de Azúcares reductores y Porcentaje de cenizas.



GRÁFICA 4: Dispersión y correlación de Pol pureza y Color UI.

5.5 Análisis de Varianza (ANOVA), para los atributos de interés en los azúcares

El análisis de Varianza (ANOVA) realizado, permitió comprobar la hipótesis del estudio definido que las medias o promedios encontrados en los diferentes atributos determinados en los azúcares difieren estadísticamente entre si, como también el concepto de la variabilidad de los datos.

En la tabla 11 se enseña las diferencias estadísticas encontradas al aplicar el análisis de la varianza (ANOVA) entre los promedios de concentración de los minerales y características físicas entre los diferentes grupos de azúcar, básicamente por las agrupaciones de fábrica, color y comercio, donde se detectan diferencias estadísticamente significativas en todas las características de medición, tanto en la prueba F y prueba t de muestras independientes.

Para verificar mejor el análisis de varianza (ANOVA) y específicamente respondiendo a la consideración de la no comprobación del supuesto de igualdad de las varianzas presente en las características de algunas variables, se realizó el test de ANOVA con definición de los estadísticos de Welch y Brown-Forsythe que contrastan la hipótesis de igual de medias, definiéndose para este análisis, que las medias o promedios

encontradas en los diferentes elementos determinados en los azúcares difieren estadísticamente entre si (4, 5).

TABLA 11: Análisis de varianza (ANOVA) de las características de interés en los azúcares

Característica	Fábrica			Color			Comercio		
	F	Sig.	t ^c	F	Sig.	t ^c	F	Sig.	t ^c
PHUMEDAD	183.175	.000	.000	282.752	.000	.000	277.938	.000	.000
Polpureza	321.979 ^b	.000	.000 ^{xx}	819.763	.000	.000	486.841 ^b	.000	.000
PAReductores	151.864	.000	.000	231.554	.000	.000	230.491	.000	.000
PCENIZAS	392.777	.000	.000	707.663	.000	.000 ^x	597.671	.000	.000
pH Inicial	27.249	.000	.000	65.074	.000	.000	39.072	.000	.000
Color U.I.	425.998	.000	.000	878.718	.000	.000	645.547	.000	.000
Turbiedad U.I.	263.416	.000	.000	477.074	.000	.000	399.792	.000	.000
Calorias (Kcal/100gr)	54.257 ^a	.000	.000 ^{xxx}	92.490 ^a	.000	.000 ^{xx}	81.743 ^a	.000	.000 ^{xx}
Calcio (mg/100g)	82.397	.000	.000	168.963	.000	.000 ^x	125.118	.000	.000
Potasio (mg/100g)	861.585	.000	.000	1622.227	.000	.000	1306.840	.000	.000
Sodio (mg/100g)	65.023 ^a	.000	.000 ^{xxx}	145.539	.000	.000	96.929 ^a	.000	.000 ^{xx}
Hierro (mg/100g)	38.708	.000	.000 ^x	46.610 ^a	.000	.000 ^{xx}	45.743 ^a	.000	.000 ^{xx}
Magnesio (mg/100g)	1073.303	.000	.000	2325.826	.000	.000	1628.442	.000	.000

Características	Estadístico(d)		gl1		gl2		Sig.	
	Welch	Brown-Forsythe	Welch	Brown-Forsythe	Welch	Brown-Forsythe	Welch	Brown-Forsythe
PHUMEDAD	61.405	183.168	3	3	43.958	22.432	.000	.000
Polpureza	202.617	323.825	3	3	46.044	68.155	.000	.000
PAReductores	49.643	151.843	3	3	43.605	21.344	.000	.000
PCENIZAS	184.004	396.308	3	3	45.027	43.405	.000	.000
pH Inicial	79.769	27.674	3	3	36.017	57.915	.000	.000
Color U.I.	233.381	429.472	3	3	45.563	55.693	.000	.000
Turbiedad U.I.	115.332	263.923	3	3	45.330	39.573	.000	.000
Calorias (Kcal/100gr)	58.501	54.165	3	3	45.364	64.672	.000	.000
Calcio (mg/100g)	48.017	82.608	3	3	45.642	62.010	.000	.000
Potasio (mg/100g)	400.869	866.673	3	3	45.461	43.787	.000	.000
Sodio (mg/100g)	79.750	63.162	3	3	45.224	64.003	.000	.000
Hierro (mg/100g)	42.714	39.118	3	3	43.535	55.650	.000	.000
Magnesio (mg/100g)	545.660	1074.374	3	3	45.331	51.324	.000	.000

Sig: Valores significativos menores de 0.05 (p < 0.05).

a: Homogeneidad de Varianza: Valores de p mayores de 0.05.

b: Homogeneidad de Varianza: Valores de p mayores de 0.01

c: Para cada uno de los grupos frente al azúcar de interés. x: Homogeneidad de Varianza: Valores de p mayores de 0.05, en un grupo. xx: Homogeneidad de Varianza: Valores de p mayores de 0.05, en dos grupos. xxx: Homogeneidad de Varianza: Valores de p mayores de 0.05, en tres grupos

d: Distribuidos en F asintóticamente.

gl1 Grados de libertad entre grupos, gl2: Grados de libertad intra grupos

5.6 Promedios de las características físicas y químicas del azúcar de interés y los demás analizados

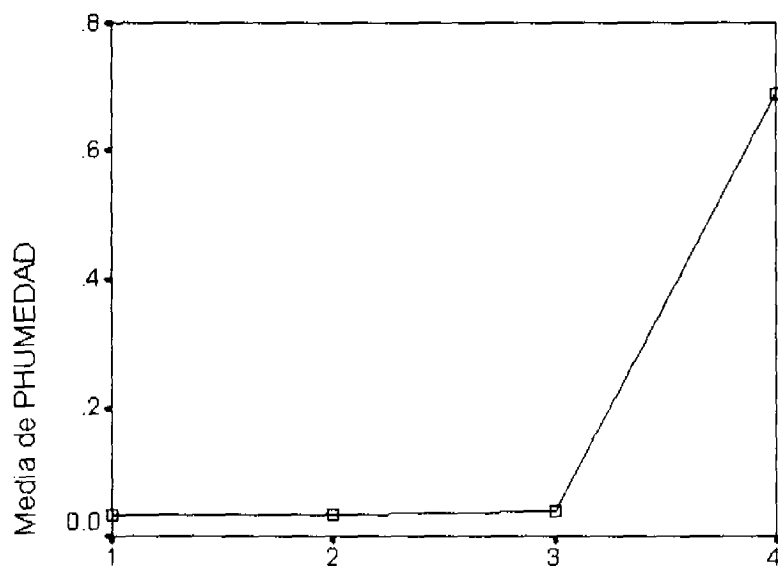
En todas las características analizadas, el azúcar de interés presenta diferencias amplias frente a las otras agrupaciones, que muestra y define que el azúcar de interés es diferente a los otros, y esta diferencia es debida a condiciones específicas

456 ~~456~~

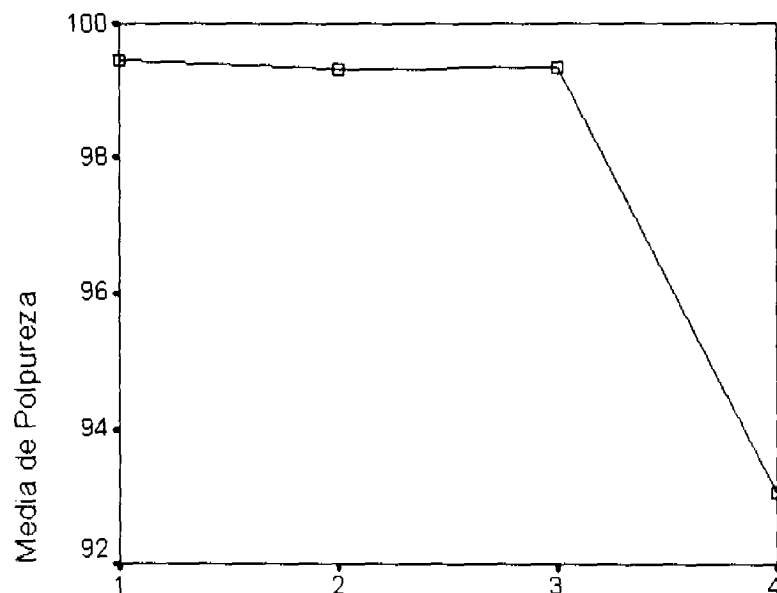
de las misma, y no son debidas a condiciones del azar o por condiciones de la aleatoriedad establecidas en la investigación.

Las gráficas siguientes (Gráfica 5), enseñan los valores medios (promedios) de las características físicas y químicas de los azúcares analizados y su comparación con el azúcar de interés que se identifica como ya fue mencionado.

GRÁFICA 5: Determinación de los valores medios de las propiedades y minerales de los azúcares por agrupación, fábrica, color y comercio.



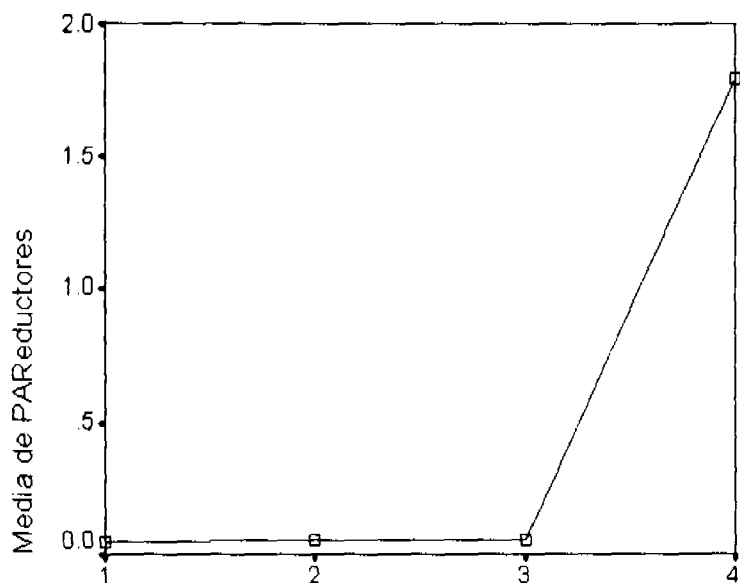
FABRICA



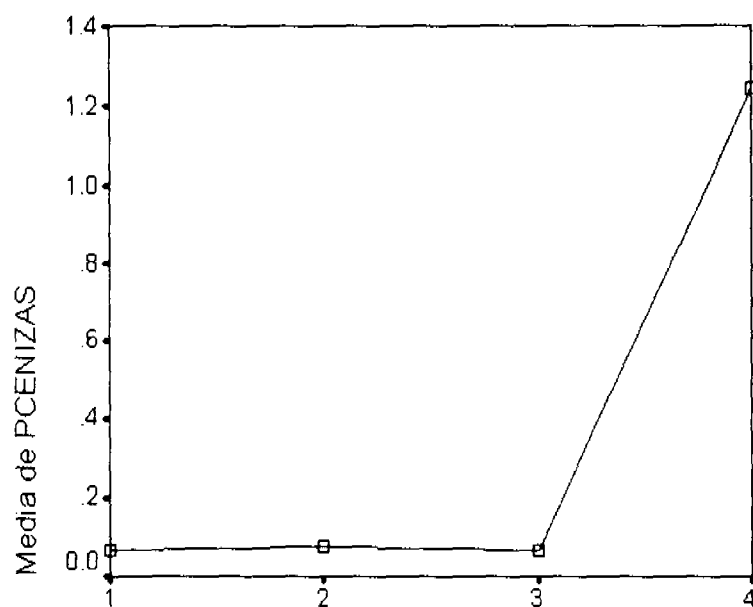
FABRICA

457

~~467~~

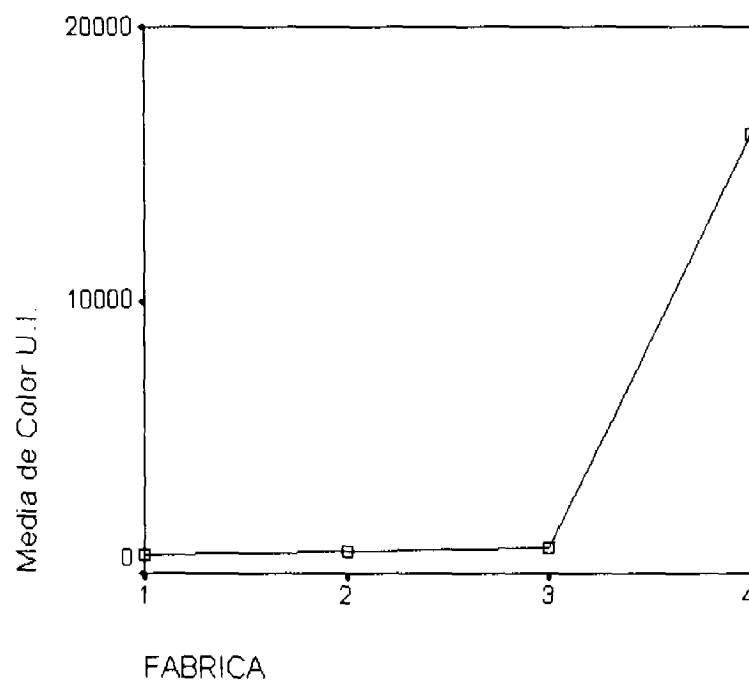
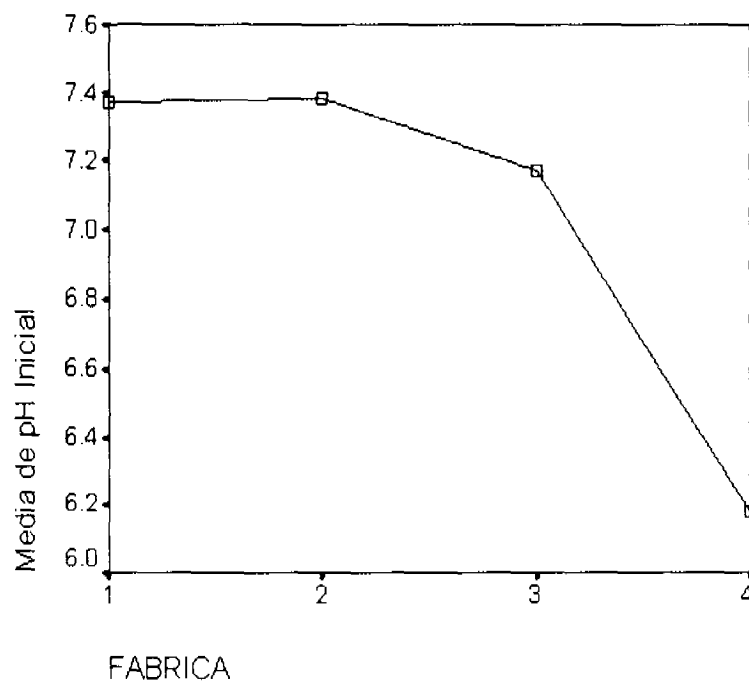


FABRICA

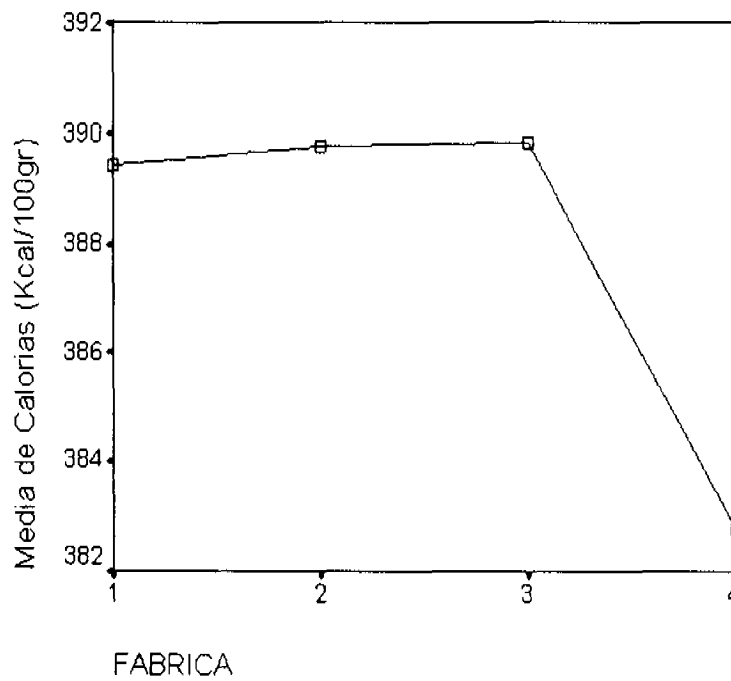
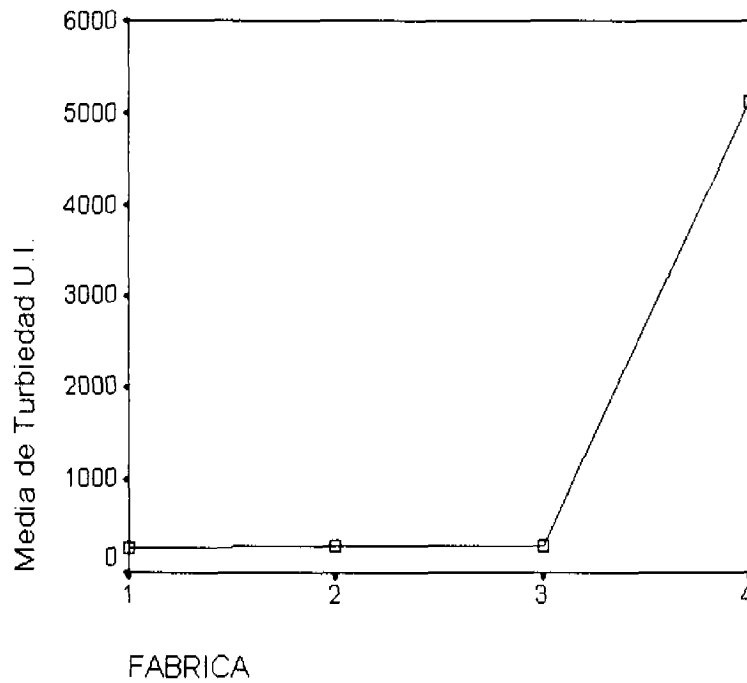


FABRICA

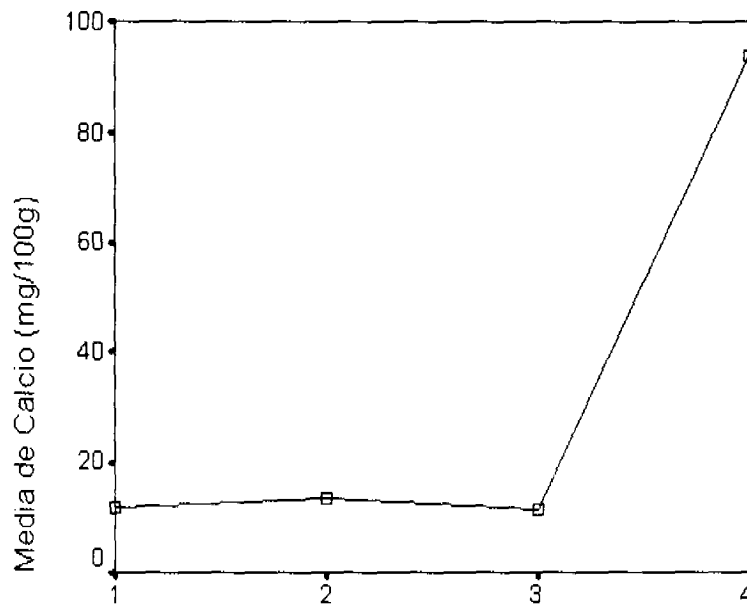
458



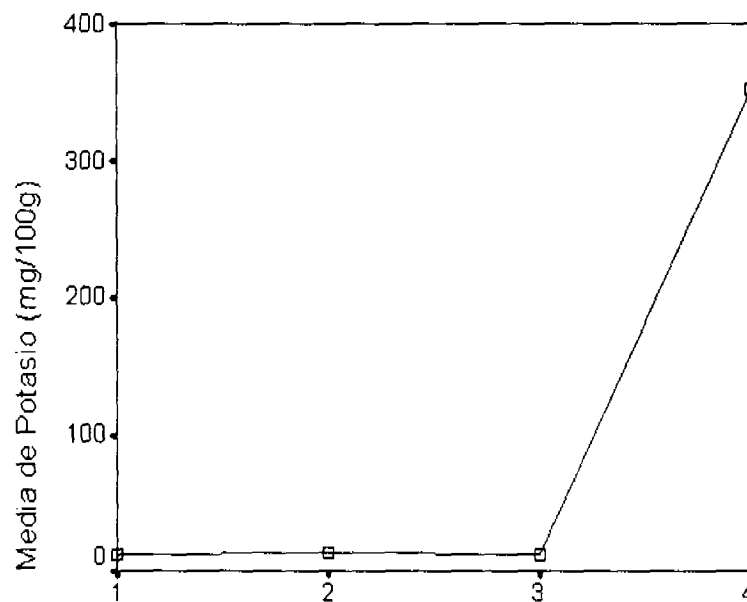
439 ~~24~~
~~102~~



460 ~~25~~
~~460~~

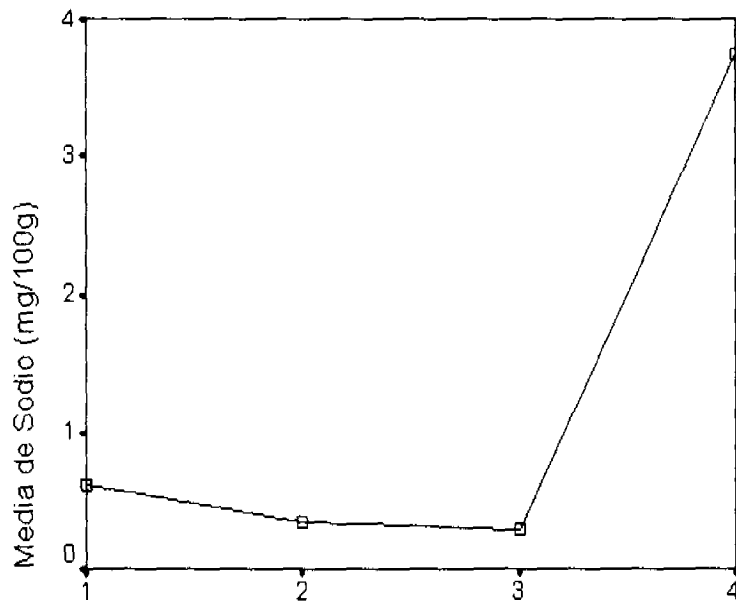


FABRICA

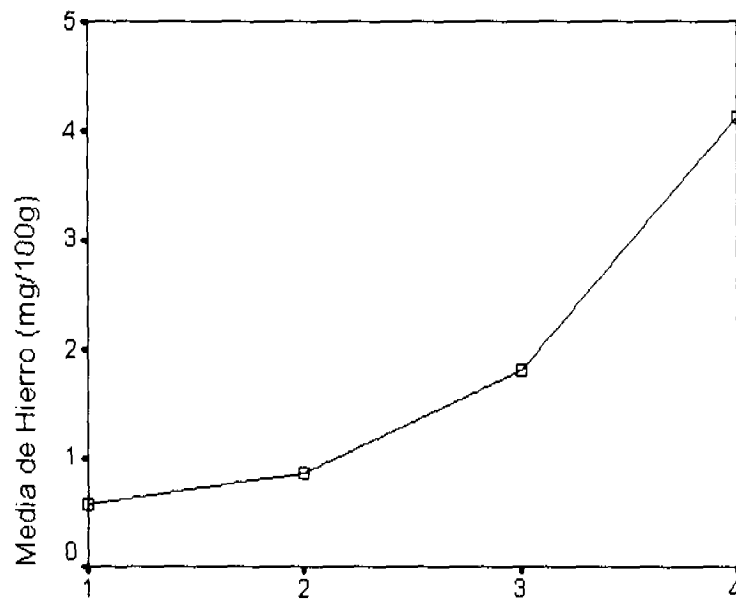


FABRICA

461 ~~88~~
~~265~~

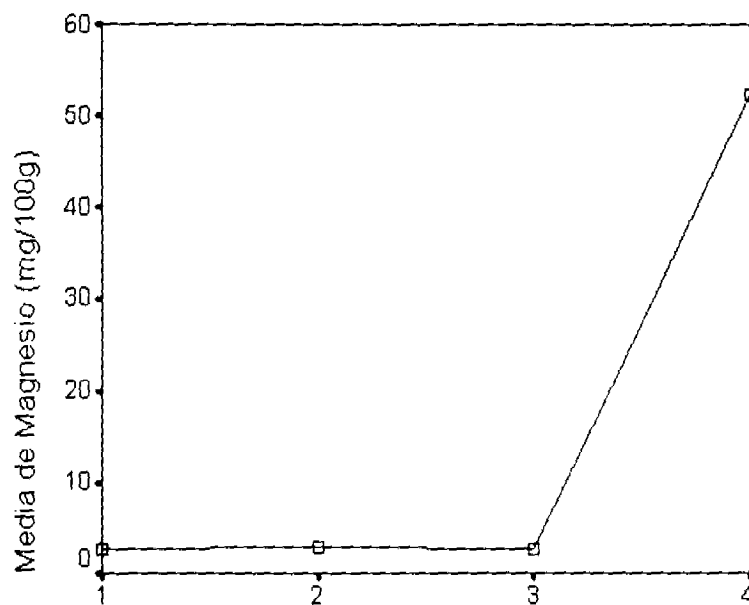


FABRICA

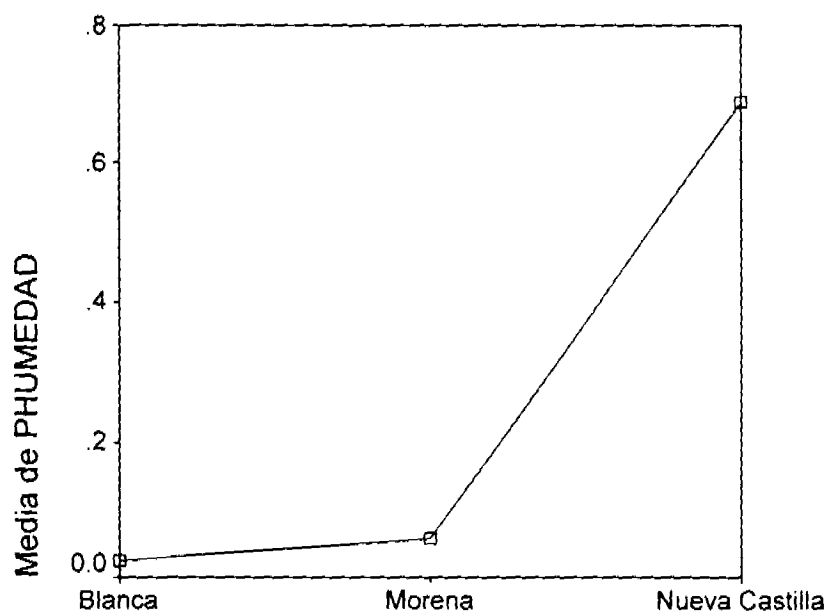


FABRICA

462 ~~87~~
~~468~~

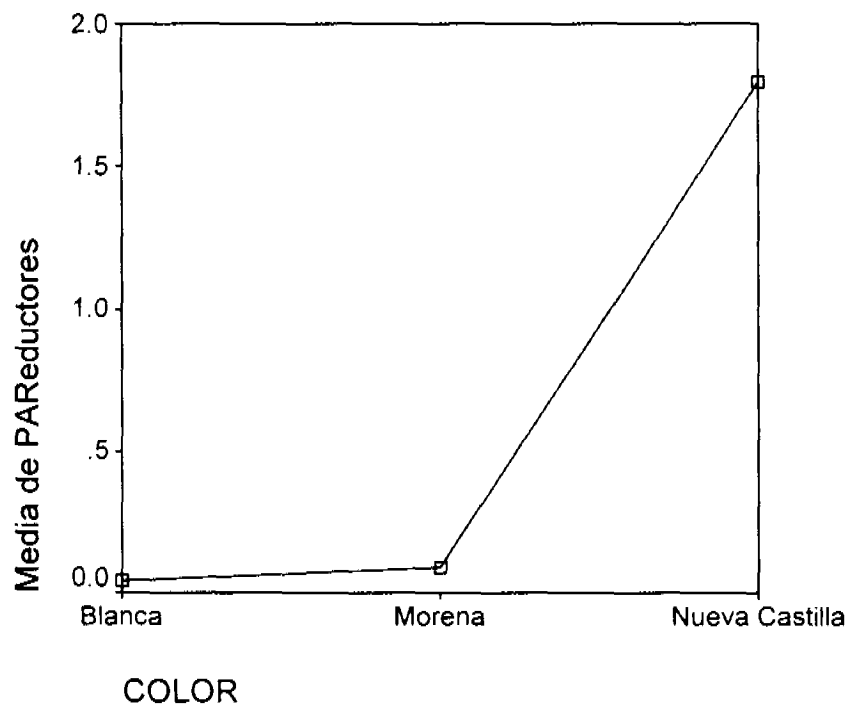
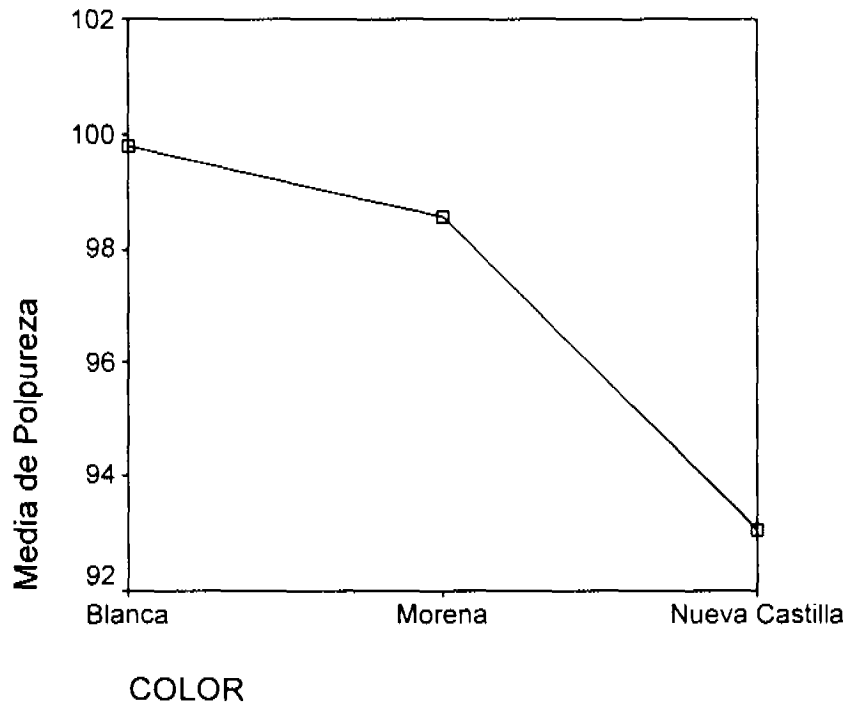


FABRICA

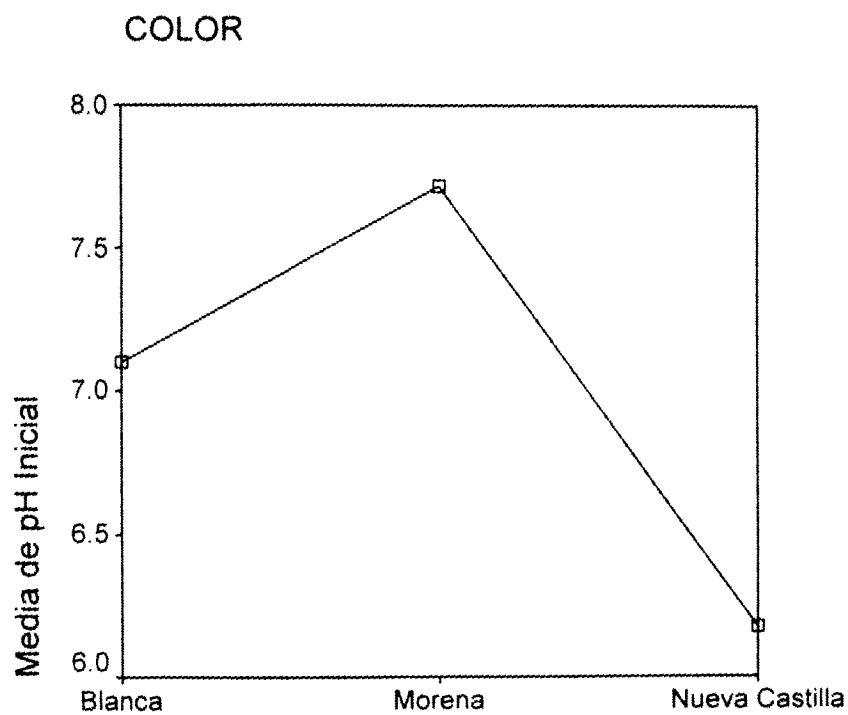
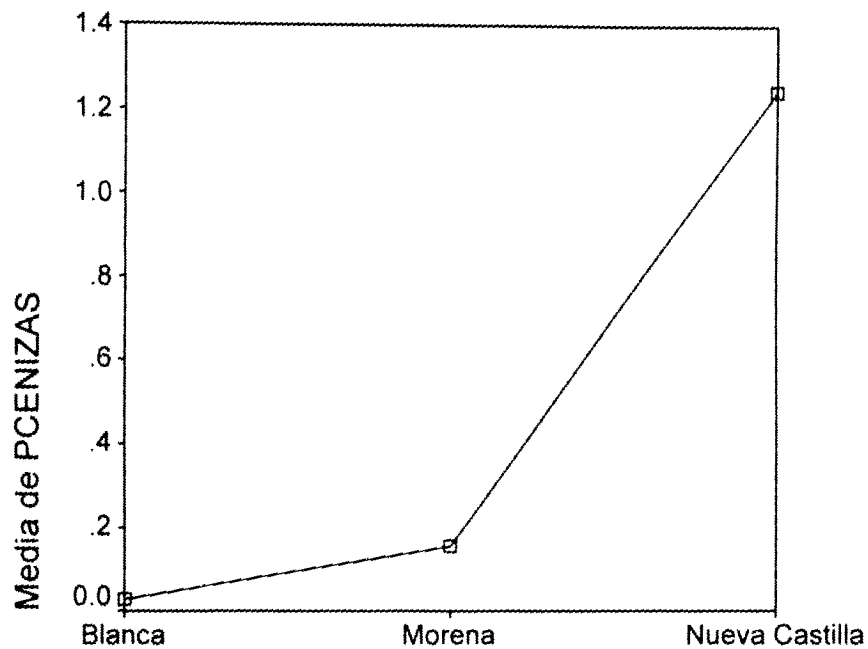


COLOR

463 88
467

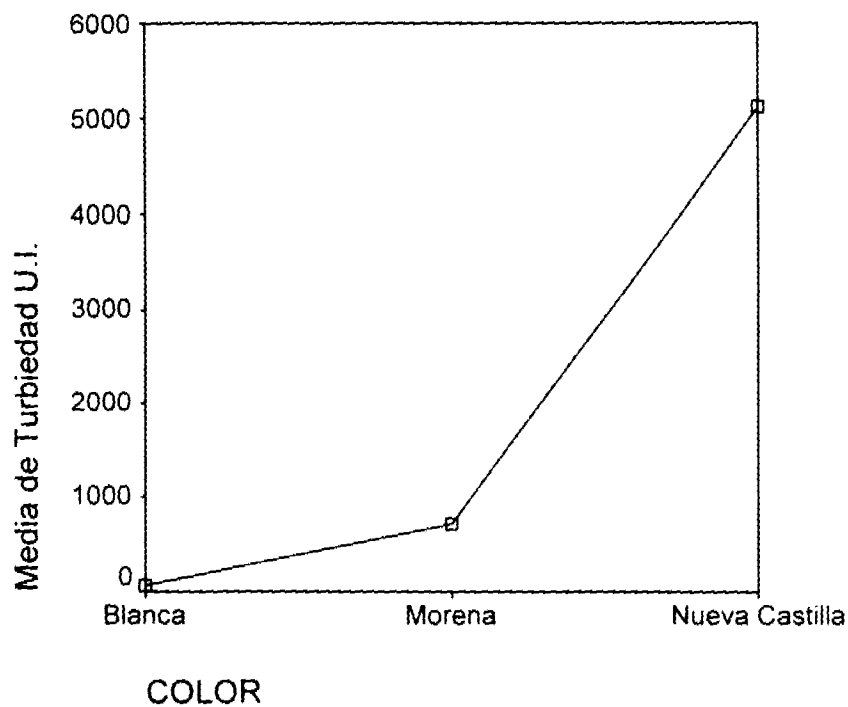
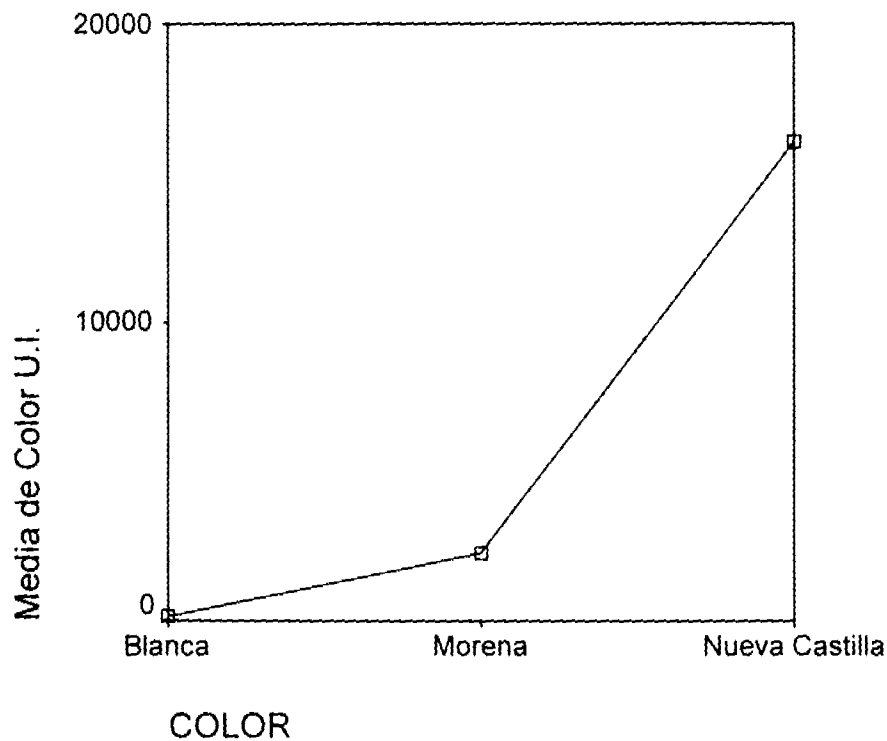


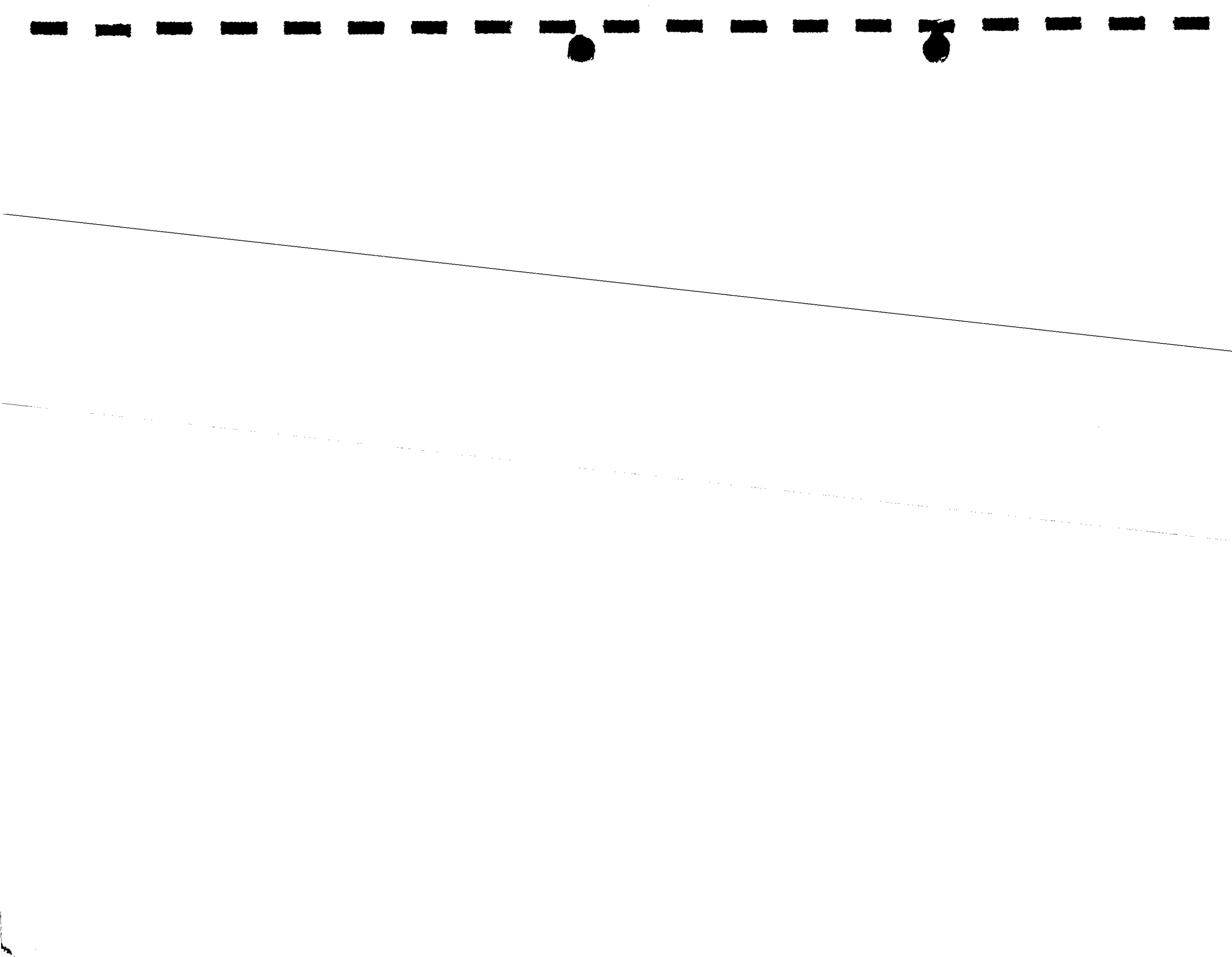
464 ~~89~~ ~~100~~



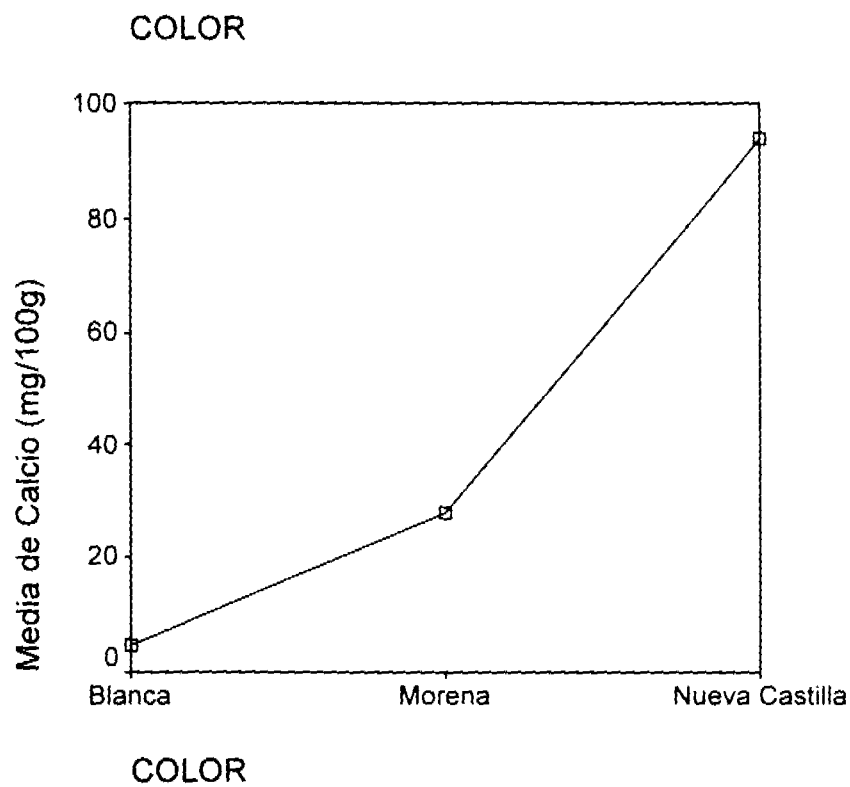
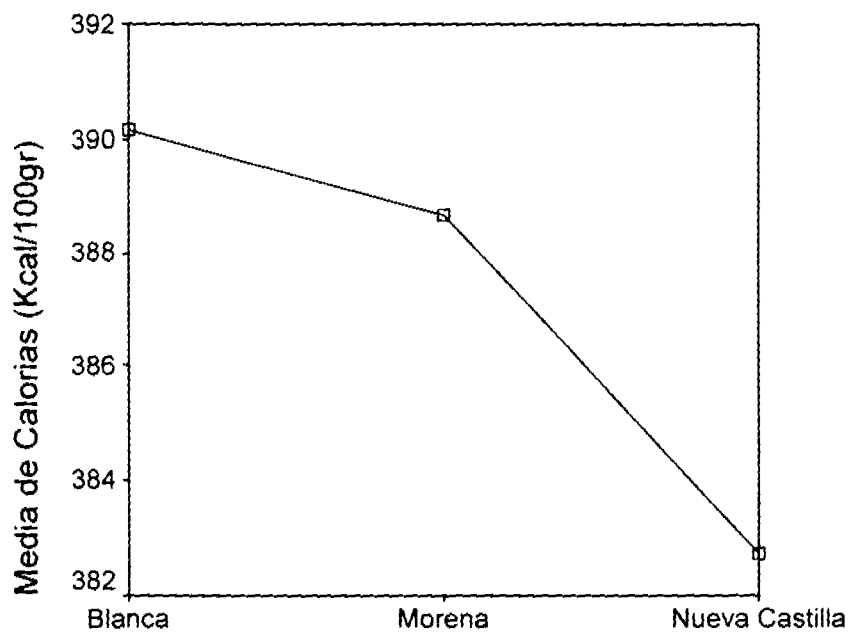


463 90

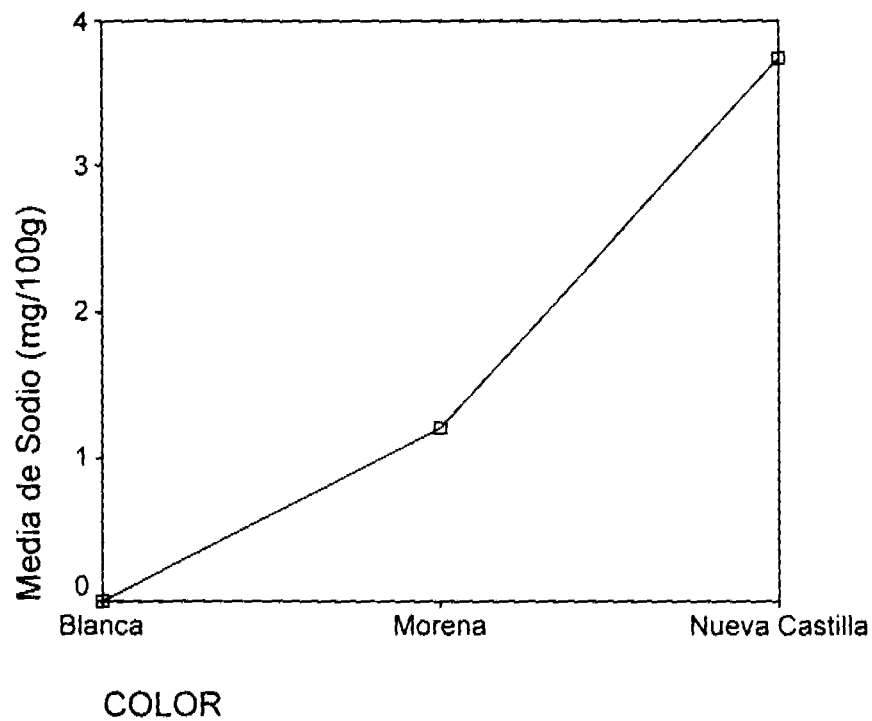
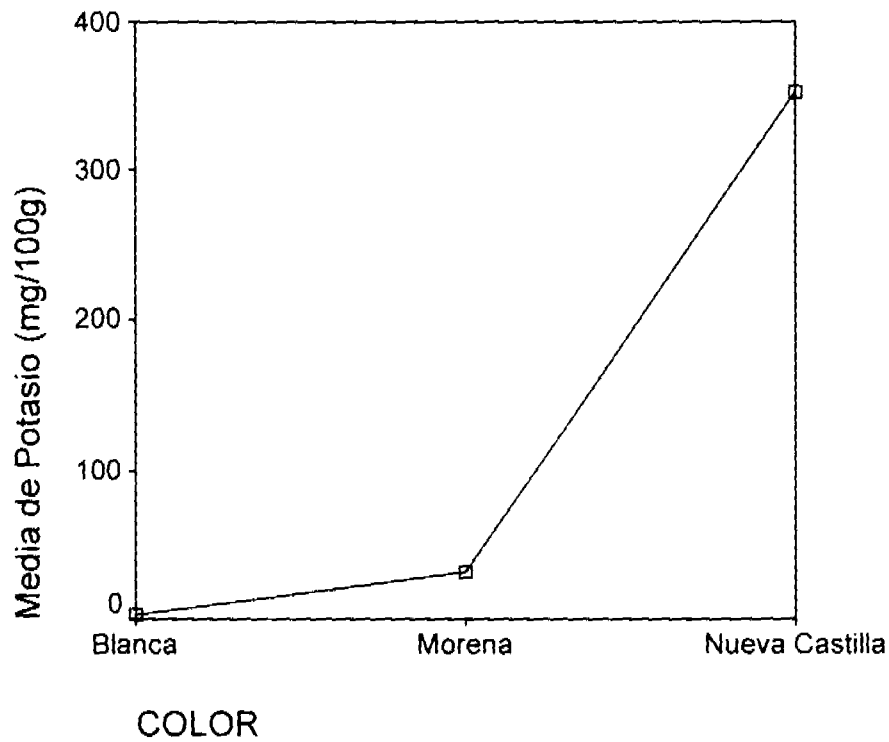




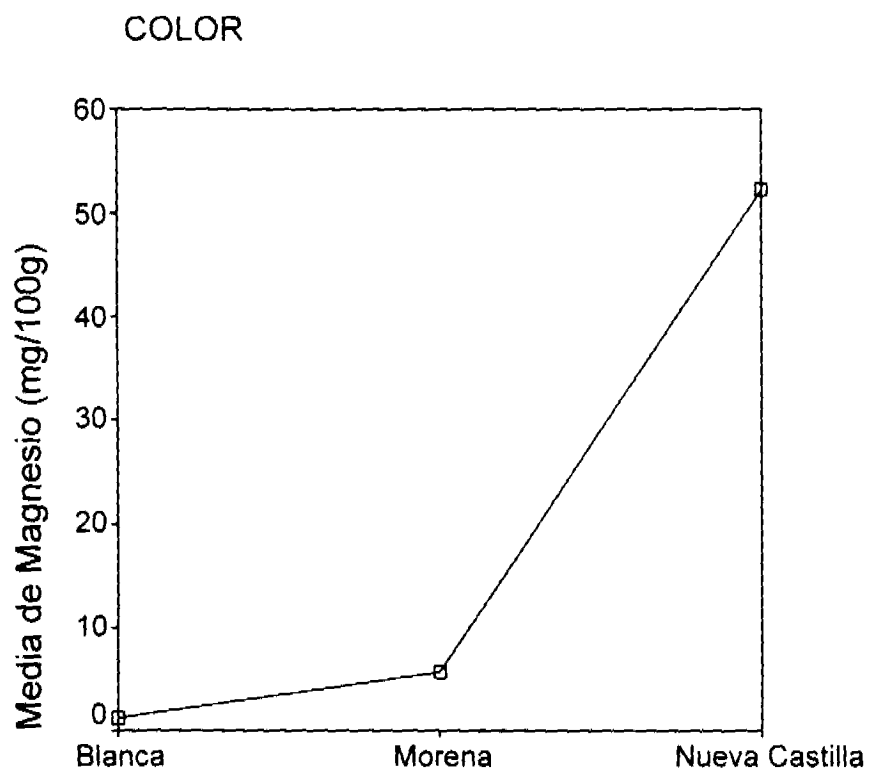
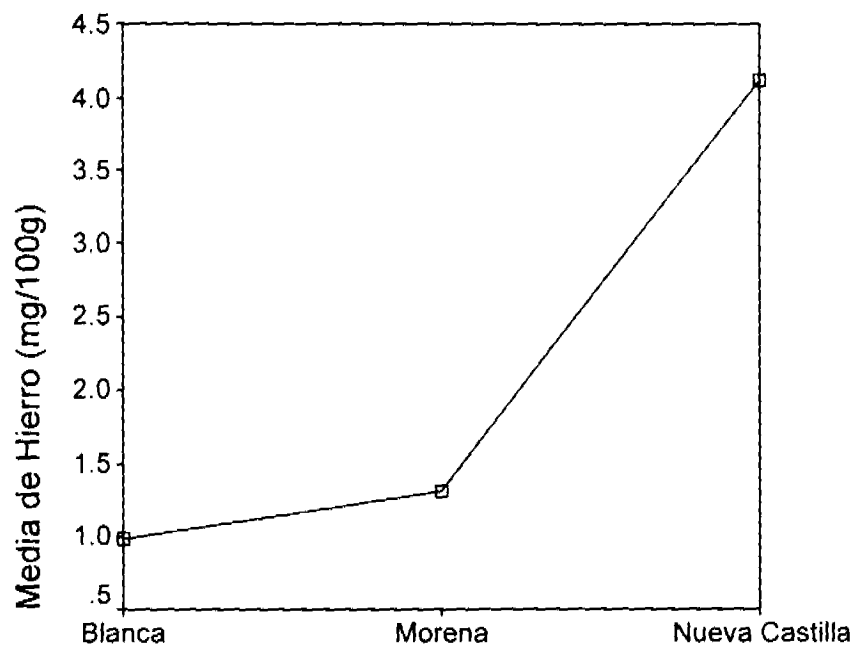
466 ~~91~~
~~270~~



467 ~~92~~
~~574~~

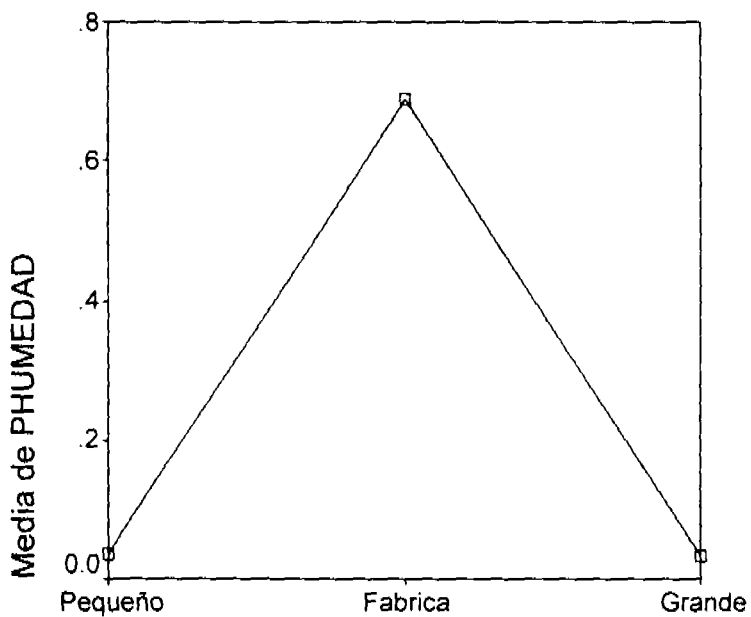


468 93
472

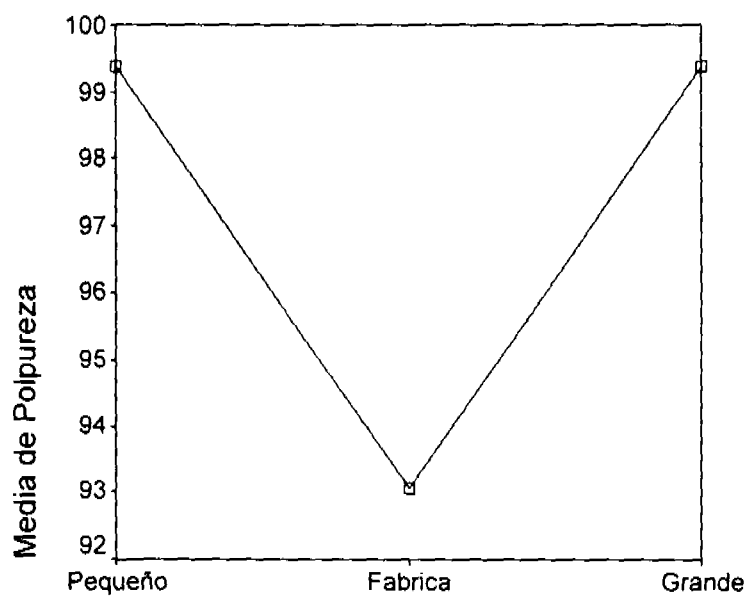


2469

PA
475

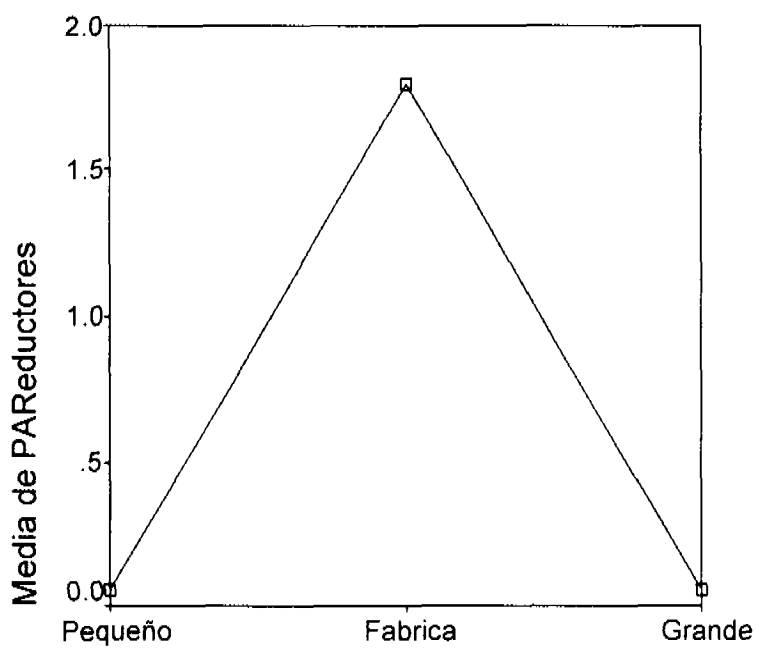


COMERCIO

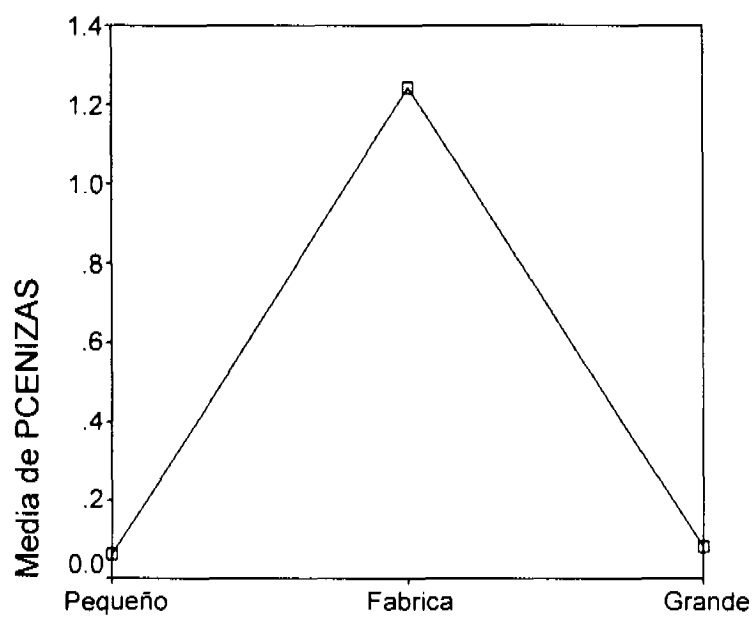


COMERCIO

470 ~~98~~
~~47~~



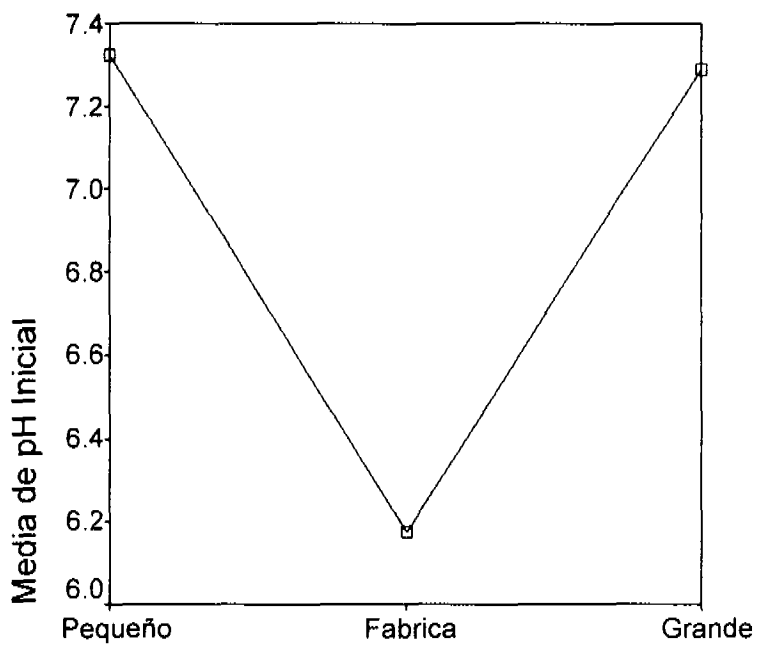
COMERCIO



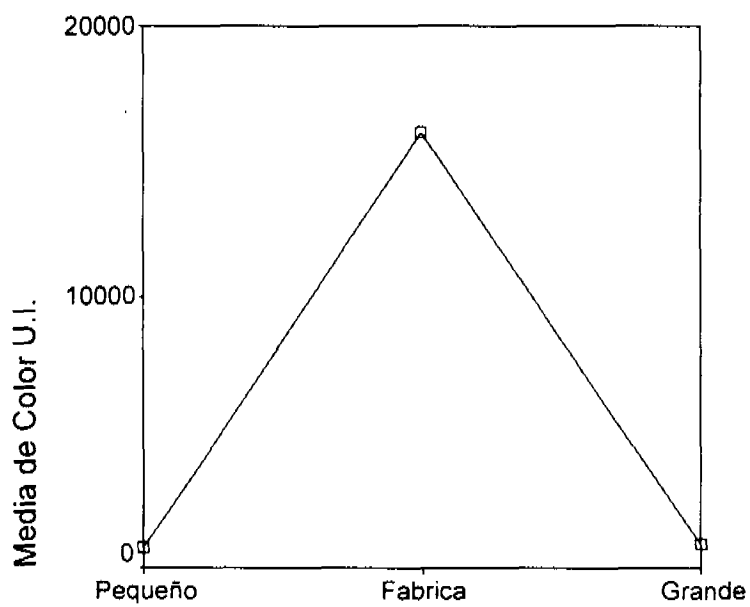
COMERCIO

471

~~471~~
~~471~~



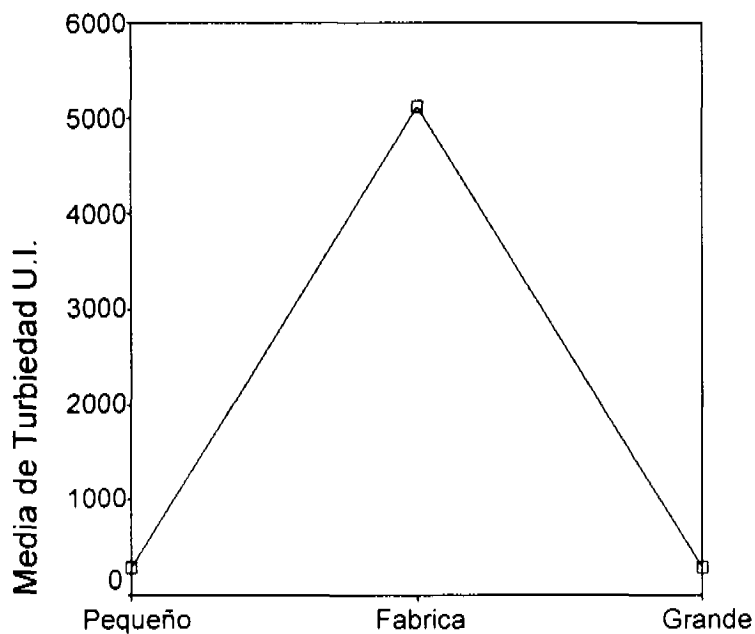
COMERCIO



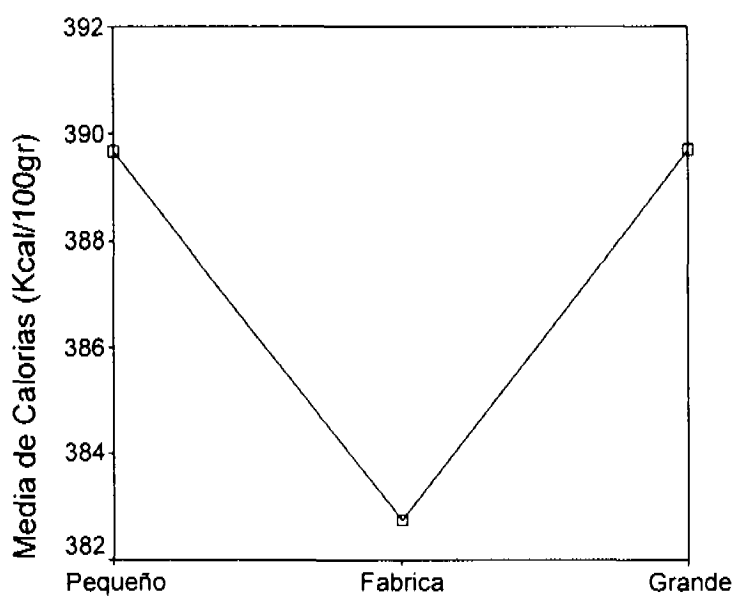
COMERCIO

472

97
276



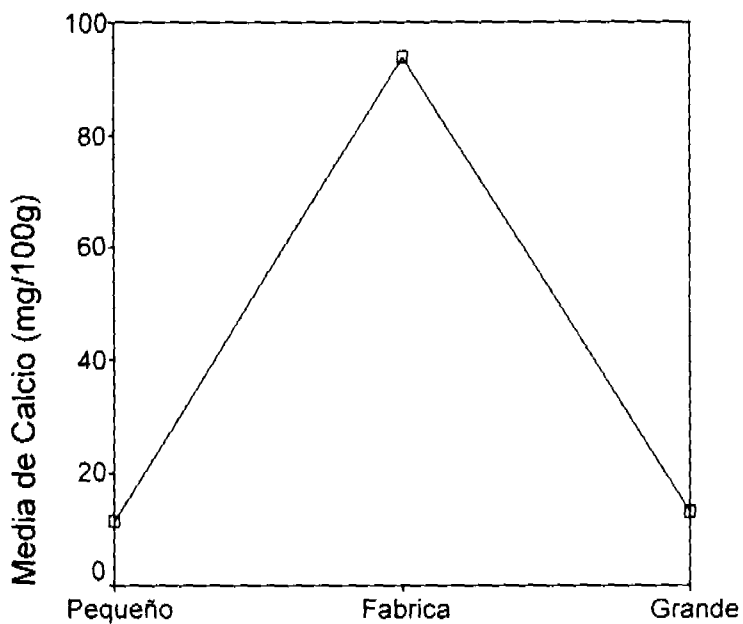
COMERCIO



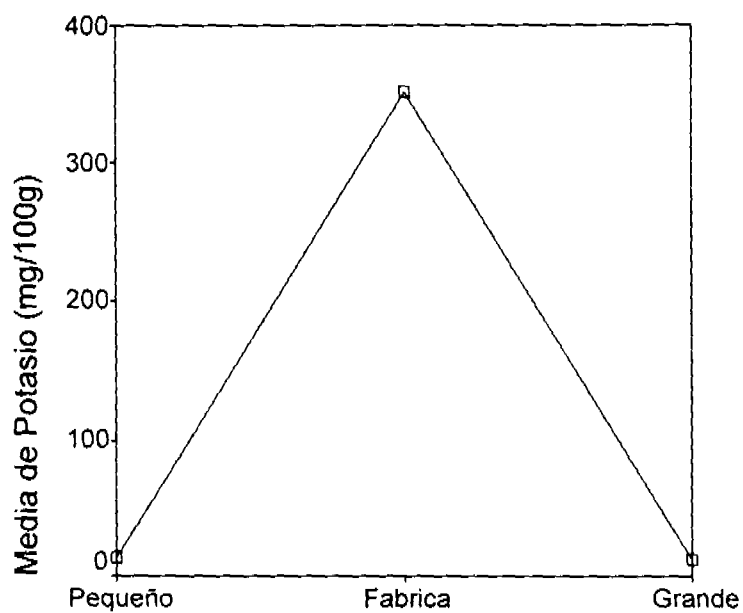
COMERCIO

473

~~98~~
~~477~~

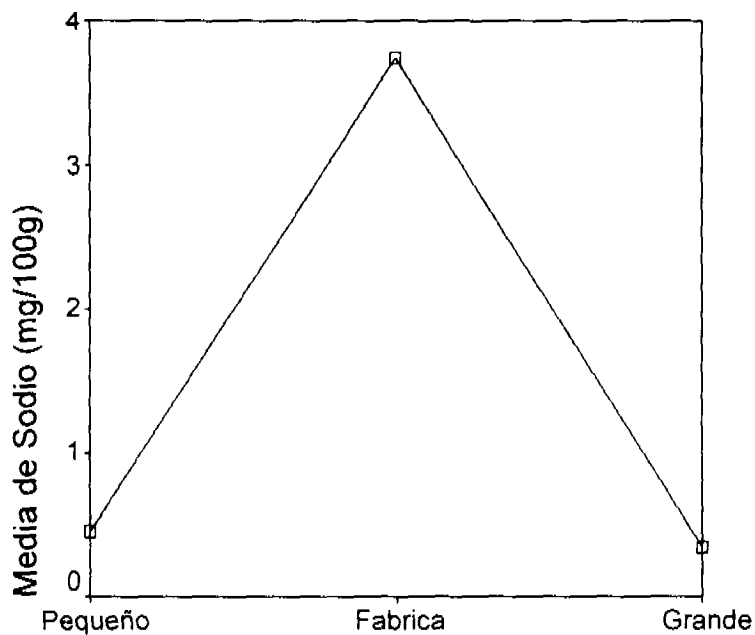


COMERCIO

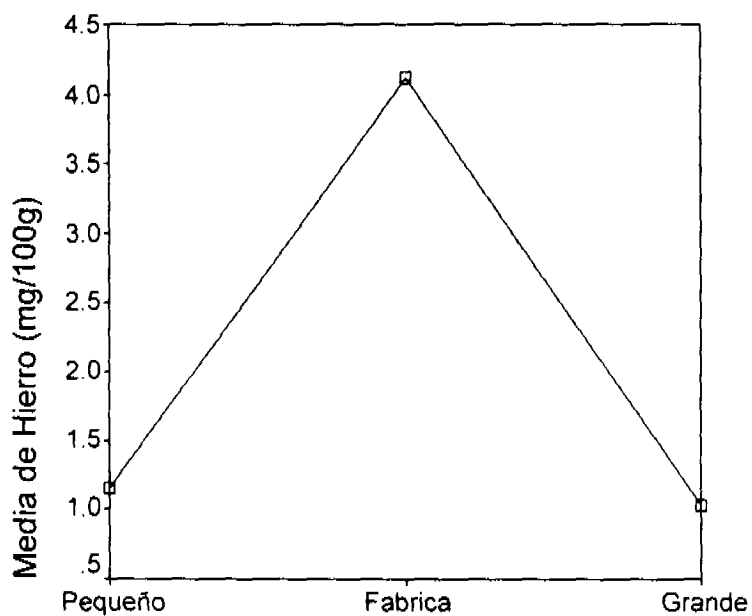


COMERCIO

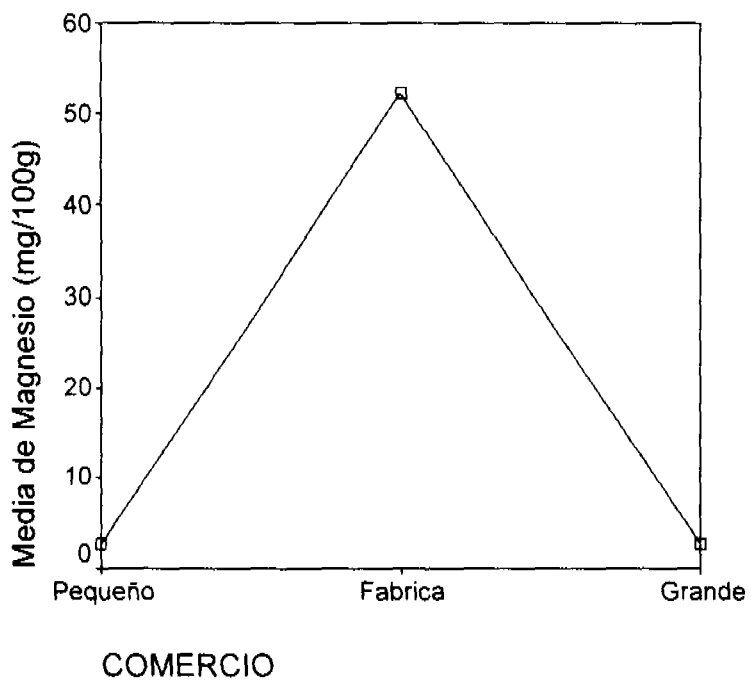
47499
478



COMERCIO



COMERCIO



5.7 Relación de promedios del aporte del azúcar de interés con relación a los otros azúcares

Establecidas las diferencias entre el azúcar en mención, y que estas diferencias son estadísticamente significativas, podemos definir que el azúcar objeto de calificación presenta relaciones superiores enfrentadas a los otros azúcares como se detalla en la tabla 12.

TABLA 12: Diferencia de aporte del azúcar de interés, según el más bajo de referencia.

Características	Promedio otros Azúcares	Promedio Azúcar Nueva Castilla	Relación concentración Nueva Castilla / Otros Azúcares
Porcentaje de humedad residual	0.0	0.7	19.7
Porcentaje de pureza	99.4	93.1	0.9
Porcentaje de Azúcares Reductores	0.1	1.8	33.0
Porcentaje de Cenizas	0.1	1.2	17.4
pH Inicial	7.3	6.2	0.8
Color U.I.	821.4	16045.9	19.5
Turbiedad U.I.	281.5	5123.5	18.2
Calorías (Kcal/100gr)	389.7	382.8	1.0
Calcio (mg/100g)	12.4	94.0	7.6
Potasio (mg/100g)	12.7	352.3	27.8
Sodio (mg/100g)	0.4	3.7	9.3
Hierro (mg/100g)	1.1	4.1	3.8
Magnesio (mg/100g)	2.7	52.2	19.3

El azúcar Nueva Castilla aporta nutricionalmente y formativamente a los alimentos, con el mismo aporte calórico, 7.6 veces más calcio, 27.8 veces más potasio, 9.3 veces más sodio, 3.8 veces más hierro y 19.3 veces más magnesio. Presenta adicionalmente 33 veces más azúcares diferentes a glucosa, 17.4 veces más de cenizas, es 19.4 más humedad y presenta un valor similar en ph y pureza en glucosa

CONCLUSIONES:

Se ha constituido un azúcar especial que se soporta en sus características únicas, especialidad que ingresa como un elemento sustancial para la alimentación, aportando junto con las calorías básicas, elementos constitutivos y formativos para el cuerpo humano.

El azúcar establecido y comparado presenta condiciones de mayor aporte de micronutrientes frente a otros de su misma especie; aporta 7.6 veces más calcio, 27.8 veces más potasio, 9.3 veces más sodio, 3.8 veces más hierro y 19.3 veces más magnesio frente a los comparados, relaciones y diferencias que son estadísticamente significativas, definidas por medio de análisis de varianza para medias (ANOVA) ($p < 0.05$) en todas las comparaciones.

La construcción, innovación, o incorporación de alimentos básicos para la canasta familiar y mesa de las personas es un imperativo ético de la industria alimenticia; el

477 102
401

incorporar un alimento fundamental de alta frecuencia y agradable para toda la población, asociado a otros alimentos y con propiedades especiales de aporte constitutivo se convierte un momento clave para incrementar el descenso de la presencia de deficiencias nutricionales dadas en la población.

La incorporación de micronutrientes en la dieta, es una prioridad Nacional dentro del programa de seguridad alimentaria; es más seguro este aporte cuando este se ingresa con alimentos frecuentes y siempre presentes, pero con complejidades técnicas debido a que son incorporados al alimento, situación observada con el yodo en la sal, fluoruros en el agua, vitamina A en el azúcar. Estos elementos micronutricionales si están presentes de forma natural, incrementan su disponibilidad orgánica para la nutrición del individuo como se presenta en el azúcar Nueva Castilla.

Los estudios de nutrición del País, tanto oficiales como académicos, muestran grandes deficiencias de aportes nutricionales en la población, alimentos con escaso aporte constitutivo, inseguridad alimentaria en el hogar, valores que siempre superan y esta presentes en más de 50% de la población, llevando a manifestaciones de un estado nutricional deficiente, severos en la primera infancia, especialmente en los niños menores de 3 años y condiciones especiales como la anemia y la deficiencia de hierro que se ha elevado a problema de salud pública en Colombia afectando a todos los grupos poblacionales (7)..

Atentamente,

ANDRES JOSE ALVAREZ AMEZQUITA, MD, MCS
CC 19491918

República de Colombia
Departamento del Valle
Santiago de Cali
Notaria Venituno

Comandante Jorge Mario Solís
Notario Encargado

DECLARACION DE PRESENTACION PERSONAL
Y RECONOCIMIENTO

En Santiago de Cali a: 11 JUL 2009

(Notario Venituno (E))

del círculo de Santiago de Cali, hace constar que el
escrito que acompaña este documento es personalmente
por Andres Jose Alvarez
Identificado con la C.C. No. 19.491.918
Excedida en Biguita quien además
Declara que el contenido es cierto y verdadero y que la
firma y la huella que en él aparece son de suyas

Firma Declarante

478
~~240/93~~
~~102~~

6. REFERENCIAS

1. FAO, Contenido nutricionales de alimentos de países de América Latina, tablas para azúcares. www.fao.org
2. USDA National Nutrient Database for Standard Reference, Release 19 (2006). www.usda.gov
3. Daniels, W, Bioestadísticos. 3 Edición. Editorial Noriega Limusa, México 1991.
4. Idem.
5. Beth Dawson S, et al. Bioestadística Médica. Editorial manual Moderno. Mexico. 1993.
6. Instituto Colombiano de Bienestar Familiar ICBF. Encuesta Nacional de la Situación Nutricional en Colombia, 2005.
7. Idem.



Hoja de vida

Ciudad y fecha:

Santiago de Cali, Junio 30 de 2008

1. DATOS PERSONALES

Nombre y Apellidos

ANDRÉS JOSÉ ÁLVAREZ AMÉZQUITA

Profesión

MÉDICO Y CIRUJANO GENERAL

MAGISTER EN EPIDEMIOLOGÍA

CANDIDATO A MASTER EN GESTION DE LA CALIDAD

GEÓGRAFO – (Autodidacta.-Certificado). Investigador en Geografía Médica

Dirección

Carrera 69 #13E - 15, Manzana 4, Casa 53, La Hacienda

Teléfono

Residencia 3316672

Escuela de Salud Pública Univalle 5542476 extensión 110. Celular 316-3694690

Lugar de Nacimiento

Bogota, DE. Colombia

Identificación

CC #19491918 de Bogotá DE.

Registro Médico

305093 del 7 de Mayo de 1993

Estado Civil

Casado

Fecha de Nacimiento

Noviembre 6 de 1962

Cónyuge

Luz Stella Ríos Marín

Hijos

Andrés, Isabel y David

Correo electrónico

estendres@gmail.com

estendres@univalle.edu.co

estendres@orbitel.net.co

2. FORMACIÓN PROFESIONAL

NIVEL	INSTITUCIÓN	PERÍODO	GRADO OBTENIDO
Maestría	Universidad de Antioquia Facultad Nacional de Salud Pública - Medellín-Antioquia	1999 – 2000	Magister en Epidemiología
Universitario	Escuela de Medicina Juan N. Corpas	1985 - 1991	Médico y Cirujano General
Bachillerato	Antonio Nariño	1977 - 1982	Bachiller académico

IDIOMAS

	LEE	ESCRIBE	HABLA
Inglés	Muy Bien	Muy Bien	Bien

Formación y Competencias en manejo de paquetes informáticos, epidemiológicos estadísticos y sistemas de información en salud – institucional y geográfica en salud

- Básicos: Office.
- Epidemiológicos: EPI INFO 6.04, EPI INFO, EPIDAT, EGRET.
- Bioestadísticos: SPSS, STAFGRAPHISC, Stata, Statx4, STATAble, EMC, Frontier.
- Geográficos: Arcview, SIGEPI, EPIMAP.
- Aplicativos: MGA, Metodología General Ajustada de Planeación Nacional, transferencia de datos, enlaces y graficadores geográficos
- Plataformas indicativas y enlace para formulación, monitoreo y evaluación de proyectos de inversión social.

3. EXPERIENCIA LABORAL

Vigilancia en Salud Pública y Epidemiología-Secretaría de Salud Municipal - Proyecto Análisis Situacional Integrado de Información en Salud. ASIS – Sala Situacional Cali. 2006 – 2008

Referencia:

Dra. Luz María Gómez - Coordinación Vigilancia en Salud Pública

Celular: 310- 3891879

Teléfono

5542521 – 5542528 – 5542526 Secretaría de Salud

Propósito del cargo

Médico Epidemiólogo, Coordinador técnico del proyecto ASIS _Observatorio de salud pública y sala situacional del Municipio de Santiago de Cali

Funciones desempeñadas:

Análisis estadístico y epidemiológico de los subsistemas de información en salud: Estadísticas Vitales, Registro Individual de Prestación de Servicios de Salud - RIPS y Sistema de Vigilancia de la Salud Pública – SIVIGILA, Sistemas de gestión y administración de las Instituciones prestadoras de salud, Grupos Relacionales Diagnósticos y de los ambientes estratégicos de acción en Salud Pública (PAI, AIEPI, Salud Sexual y Reproductiva, Promoción de Estilos de Vida Saludable), objeto del proyecto ASIS; dirigido a la elaboración y actualización del perfil epidemiológico integral en salud del Municipio de Cali.

Coordinador técnico de la Evaluación de la Capacidad Diagnóstica del Sistema de Vigilancia en Salud Pública; a partir de la notificación y vigilancia de la Mortalidad evitable, dirigido a estimar la predicción poblacional de la magnitud de muerte evitable; en Cali. Año 2007 y 2008

Coordinador técnico del montaje y continuidad sistema de indicadores de seguimiento y evaluación del cumplimiento de metas de gestión y de salud pública nacional y territorial, en promoción de la salud, y prevención de la enfermedad, atención, diagnóstico y recuperación, desarrollo de servicios, demanda Inducida y gestión de la calidad de la atención, dirigido a fortalecer los procesos de acreditación y garantía de la calidad.

Asesor técnico con modalidad de tutor presencial para capacitar y entrenar en georreferenciación y epidemiología de los servicios de salud e investigación al recurso profesional de la Secretaria de Salud Municipal, dirigido a promover la escritura y publicación científica de la Secretaria de Salud Municipal.

Proyecto: Auditoria Externa y concurrencia e Interventoría Administrativa, técnica y financiera, de los convenios del Departamento por prestación de servicios de salud, celebrados con la red pública y privada del Departamento del Valle. 2005 - 2008

Referencia del proyecto Dr. Carlos Alfonso Torres: Director Escuela de Salud Pública

Coordinador operativo

Docente Harold Aldana Granobles

Teléfono

5563727 – 5589882 Auditoria e Interventoría Univalle

5542476 extensión 110 - Univalle

Propósito del cargo

Área de Epidemiología Coordinador técnico de la medición de los procesos de gestión de la calidad en la red publica y parte de la privada – Depto del Valle.

Funciones desempeñadas:

Diseño de métodos evaluativos y aplicación de modelos matemáticos para evaluar la efectividad y eficacia de la calidad de la atención en salud.

Calculista y muestrista para la auditoria médica y encuestas de satisfacción.

Diseño y prueba de formatos de captura de datos para el auditor e interventor.

Definición de plataformas informáticas y de bases de datos maestra para el seguimiento y evaluación de la promoción de la salud y prevención de la enfermedad de conformidad con la normatividad vigente, resolución 412 y ley 1122 – 3039 y 425 del plan nacional de salud pública.

EPS SOLSALUD: Proyecto Análisis de la Situación de salud en base RIPS de la población beneficiaria de los planes de servicios de salud, en el territorio nacional 2003, 2004, 2005 y 2006

Referencia Dr. Javier Orejarena Pinilla
Gerente Nacional de Servicios de Salud
Teléfono PBX: 6352211
Propósito del cargo Médico Epidemiólogo

Elaboración de los perfiles epidemiológicos mediante el análisis de la situación de salud en base RIPS de la población beneficiaria de los planes de servicios de salud, en el territorio nacional 2003, 2004, 2005 y 2006

Proyecto Fortalecimiento del Sistema de Vigilancia en Salud Pública, Departamento del Valle 2004 - 2005

Director Escuela de Salud Pública Dr. Carlos Alfonso Torres
Teléfono 5542476 Extensión 110
Propósito del cargo Coordinador área de Epidemiología - Médico Epidemiólogo

Funciones desempeñadas:

Asesoría técnica del plan general en Vigilancia en Salud Pública, (VSP), con las Secretarías Local y Departamental de Salud, ESES y grupos de Organizaciones Indígenas de la zona, en la aplicación de metodologías de priorización y concertación del plan conjunto para la gestión del sistema de vigilancia en salud pública.

Asesor técnico para adecuación de la base documental ofrecida por el Ministerio de la Protección Social e Instituto Nacional de Salud en la definición de la estructura de los protocolos de Vigilancia en Salud Pública para el Departamento del Valle.

Proyecto: Encuestas de prevalencia poblacional de factores de riesgo comunes a enfermedades crónicas no transmisibles en el Departamento del Valle y el Municipio de Santiago de Cali. Año 2005 -2006

Referencia: Escuela de Salud Pública Univalle
Propósito del cargo Magíster en Epidemiología, coordinador técnico y Muestrista

Funciones desempeñadas:

Dirección técnica de los dos estudios de investigación de las líneas de base poblacional de los factores de riesgo comunes asociados a las Enfermedades Crónicas No Transmisibles en el

Departamento del Valle y Municipio Santiago de Cali, 2004 – 2005. Aplicación de muestreos equiprobabilísticos, por conglomerados y análisis de prevalencias para muestras complejas.

Análisis de la situación de salud del Departamento, mortalidad y morbilidad, por estadísticas vitales y bases de datos RIPS, 2003 a 2005, georeferenciación y mapeo de información epidemiológica.

Universidad del Valle, Maestría de Salud Pública, Especialización en Auditoría, Convenio Maestría en Salud Pública Universidad de Nariño, 2004 a 2008

Asesor y director de tesis de grado, tutor de metodologías de investigación.

Docente de postgrado, en metodología de la Investigación, nivel I, II y III, vigilancia en Salud Pública, capacitación en análisis epidemiológico, técnicas muestrales, uso y aplicación de software para análisis bioestadístico y epidemiológico e investigación geográfica, cartografía epidemiológica en cada uno de los niveles de la epidemiología básica y de servicios de salud.

Documentador activo de los procesos de acreditación de la calidad del programa de postgrado de la Maestría de Salud Pública de la Universidad del Valle

**Organización Panamericana de Salud – Secretaria Departamental de Salud del Valle
Convenio inter administrativo.**

Coordinación:

Dr Milton Guzmán.
OPS regional Municipio de Cali.

Diseño y desarrollo de programas de monitoreo para los indicadores de cumplimiento y desarrollo de la medición de la calidad en Salud Pública, automatización de procesos y plataforma en red de indicadores en el sector salud; prestadores de servicios de salud y salud pública en el Departamento del Valle.

Secretaria de Salud Departamental de Santander. Bucaramanga. 2001 a 2004

Coordinación Epidemiología

Dra. Alba Nury Ramírez Cano

6336233. Ext. 262. 6421060 Ext. 267

Propósito del cargo

Médico Epidemiólogo para el fortalecimiento de la gestión de la Salud Pública y Epidemiología de la Secretaría

Funciones desempeñadas:

Coordinación fase inicial del proyecto Observatorio de Salud Pública, validación de la metodología de priorización técnica y comunitaria para la elaboración de los diagnósticos locales de salud, montaje, prueba y análisis de aplicativos informáticos de base epidemiológica para la integración y enlaces de fuentes de información en salud y por fuera del sector salud, capacitación al personal técnico y operativo en los servicios de salud para el análisis epidemiológico institucional y análisis cartográfico de la situación de salud del territorio,

Enlace de convenios con Planeación Nacional y Departamental en el estudio de la eficiencia de la gestión pública Municipal de Santander; OPS en el lanzamiento de los indicadores de Salud Pública

de Santander, MPS e INS en el plan Santandereano de control social en la lucha contra el Dengue y publicaciones IQUEN de investigación de brotes.

Coordinación de investigaciones operativas, evaluativas, estudios de brotes y centinela, actualización del perfil epidemiológico del territorio, en mortalidad general y evitable, control de calidad del dato en estadísticas vitales, RIPS, PAI, Enfermedades No Transmisibles y Transmisibles, Violencia, accidentalidad, Saneamiento Básico, Nutrición y laboratorio de referencia de Salud Departamental.

Universidad Industrial de Santander, Departamento de Nutrición. Estudio Nutricional Santander 2002

Propósito del cargo Médico epidemiólogo

Funciones desempeñadas:

Asesorías en la elaboración de metodologías de investigación de nutrición y determinación del perfil nutricional en Santander.

Docente Invitado Maestría en Epidemiología.

Universidad de Antioquia, Facultad Nacional de Salud Pública, Departamento de Salud Ocupacional. Medellín 2000 - 2001

Coordinación estudio Dr. Hernando Restrepo Osorio
Teléfono 5106886

Funciones desempeñadas:

Co - investigador de la accidentalidad laboral del Instituto de Seguros Sociales, Convenio Universidad de Antioquia. Estructura y diseño de materiales de recolección de datos epidemiológicos de accidentalidad y análisis epidemiológico de la accidentalidad laboral seccional Atlántico

Salud Ocupacional Integral. Medellín, 1999 2000

Coordinación estudio Dra. Alba Colombia Grajales
5128282 – 5128285

Propósito del cargo Médico epidemiólogo

Funciones desempeñadas:

Asesoría en los planes de salud ocupacional y seguridad industrial, con énfasis en promoción de la salud y prevención del riesgo ocupacional

Co investigador en el estudio del diseño del sistema de vigilancia epidemiológica para las labores de alto riesgo en la industria Petroquímica del país.

Empresa	Institución Prestadora de Salud e Investigación Biomédica. Regional Medellín
Teléfono	2856981

Coordinación del Estudio Prevalencia del asma y Otras Enfermedades Alérgicas en la Población Colombiana. Capítulo - ciudad de Medellín, coordinación del trabajo de campo, elaboración de guías de control de calidad de la información, capacitación continua al equipo de campo y consecución de los marcos muestrales.

Procurar Salud - Centro de Prevención y Terapéutica Familiar- Armenia Quindío.

Deberes y responsabilidades: Coordinar la atención médica y desarrollar programas de salud con énfasis en promoción de la salud y prevención de la enfermedad.

Deberes y responsabilidades: Atención médica y de urgencias de alta complejidad.

Deberes y responsabilidades: Atención médica, hospitalaria y de urgencias de primer nivel de complejidad a la población indígena de la zona y demás de influencia, aplicación de programas de atención básica primaria, con énfasis en el programa nutricional y salud en niños de los hogares del ICBF del Municipio. Promoción y prevención en el área urbana y rural

Secretaria de Salud Municipal de Cali; Plegable Análisis Situacional de Salud de Cali, Proyecto ASIS. Capacidad Diagnostica del Sistema de Vigilancia de la Salud Publica de Cali 2006. Red de notificación de Enfermedades Transmisibles en el SIVIGILA de Cali, 2006. (En prensa)

Universidad del Valle y Secretaría Departamental de Salud. Protocolos de Vigilancia de la salud Pública, componente de enfermedades transmisibles, 2005.

Situación de salud de las Comunidades Indígenas Nasa, Santander de Quilichao. Publicación científica Revista Nacional de Salud Publica, Universidad de Antioquia. 2005.

Universidad del Valle, Cedetes y Secretaría de Salud Municipal, Prevalencias de los factores de riesgo asociados a las Enfermedades crónicas no transmisibles, Cali. 2005.

Universidad del Valle, Cedetes y Secretaría Departamental de Salud, Prevalencias de los factores de riesgo asociados a las Enfermedades crónicas no transmisibles, Departamento del Valle 2005

Secretaría Departamental de Salud de Santander. Estudio de Coomorbilidad VIH – SIDA / Tuberculosis en Santander, 2003 – 2004.

Organización Panamericana de la Salud, OPS, Secretaría Departamental de Salud de Santander Situación de Salud de Santander- Indicadores Básicos. 2003. Plegable y sala situacional.

Secretaría Departamental de Salud de Santander, diagnóstico epidemiológico de Santander, 2002 – 2003.

Secretaría Departamental de Salud de Santander, prevalencia de Factores de Riesgo Comunes a las Enfermedades Crónicas No Transmisibles en Puerto Wilches, Santander 2003, (en prensa).

Departamento Nacional de Planeación, Corporación Andina de Fomento, Gobernación de Santander. Bucaramanga. Sistema de Evaluación Departamental de la Gestión Municipal, 2001 – 2003, Componente Salud.

Secretaría Departamental de Salud de Santander, Situación Alimentaria de la Población estudiantil de las escuelas saludables, Rionegro Santander, 2002.

Organización Panamericana de la Salud, OPS, Secretaría Departamental de Salud de Santander, revisión crítica del análisis, de la línea de base de enfermedades Crónicas no Trasmisibles, CARMEN, 2002, (en prensa y plegable)

Secretaría Departamental de Salud de Santander – epidemiología, investigación de campo, brote de encefalitis Equina Venezolana, Carpintero, Puerto Wilches, IQEN, 2002.

Ministerio de la Protección Social, Instituto Nacional de Salud y Secretaría de Salud de Santander- epidemiología, reintroducción del serotipo 3 del Dengue, febrero de 2002.

Secretaría Departamental de Salud de Santander – epidemiología, Investigación de Campo, brote de encefalitis Equina Venezolana, Barrancabermeja 2001, IQEN 2001.

Secretaría Departamental de Salud de Santander, Situación de Salud de la comunidad estudiantil del Municipio de Rionegro Santander, Proyecto Escuelas Saludables, 2001.

Universidad de Antioquia, Salud Ocupacional, protocolos de vigilancia epidemiológica para actividades de altos riesgo en la Industria Petroquímica de Colombia. 2000

Manual de Atención Primaria. Programa Curricular para Auxiliares y Promotores indígenas en Salud. Enero, 1995.

5. SEMINARIOS Y CURSOS DE ACTUALIZACIÓN

Seminario Internacional de investigación en ciencias Biomédicas y en salud, AECID, España, Santa Cruz, Bolivia, junio de 2008.

Seminario Internacional de Epidemiología con énfasis en enfermedades infecciosas, AECID España, Santa Cruz Bolivia, Abril de 2008

Seminario Internacional sobre sistemas de registros médicos y Estadísticas en salud. Agencia Española de cooperación Internacional, Embajada de España en Colombia. Cartagena de Indias. Mayo de 2007

Ponente y participación en paneles académicos en el uso de medios apropiados y tecnológicos para llevar a cabo el monitoreo de la salud pública y cartografía epidemiológica. Valle. 2006

Seminarios y foros de actualización en Vigilancia en Salud Pública, por MPS e INS. Valle. 2006

Curso de entrenamiento en muestreos equiprobabilísticos y análisis de prevalencias para muestras complejas, con el Dr. Luís Carlos Silva Aycaguer. Colombia Médica y Univalle. Cali, 2005

Medición de la inequidad y determinantes de la salud. Univalle y OPS, Santiago de Cali, 2005

Seminario Internacional de evaluación social y económica en salud, CEDETES – Univalle, Cali 2004

Seminarios de investigación Facultad de Salud. Universidad del Valle. 2004, 2005 y 2006

Análisis Multivariado y de Regresión Logística para la Salud Pública, OPS, Bogotá, agosto de 2003.

Seminario Colombo Venezolano de lucha antivectorial contra el Dengue, Cúcuta. 2003

Congreso Internacional Salud Para Todos. Desarrollo de Políticas en salud Pública, para el siglo XXI, Medellín 1999.

Taller elaboración de proyectos para comunidades indígenas. Red de Solidaridad Social. ISSQ. Armenia. 1998.

7. REFERENCIAS

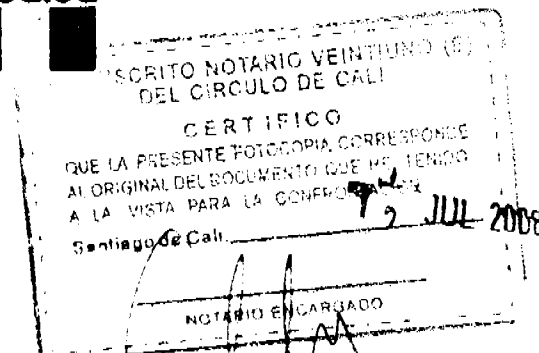
DR CARLOS ALFONSO OSORIO TORRES
Director Escuela de Salud Pública
Universidad del Valle

LUZ MARIA GOMEZ
Coordinadora de Vigilancia en Salud Pública y Epidemiología
Secretaría de Salud Municipal – Cali

Dr MILTON GUZMAN
Profesional Regional Valle del Cauca – OPS.
Cali

Atentamente:

ANDRES JOSE ALVAREZ AMEZQUITA MD, MPH, ScD
Médico Cirujano Epidemiólogo



Certifica que:

NOTARIA VEINTIUNA
Carmen Lilian Montaña Bolívar
NOTARIA ENCARGADA

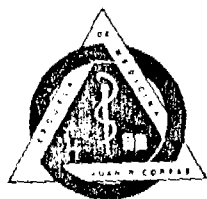
Andrés José Álvarez Amezquita

Asistió al Curso Técnicas de Muestreo para la Investigación en Ciencias de la Salud, realizado en Cali los días 14, 15, 16, 18 y 19 de julio de 2005 con una intensidad de 20 horas.

Guillermo Llanos, M.D.
Presidente CEMV

Luis Carlos Silva Ayçaguer
Profesor

ESCUELA DE MEDICINA JUAN N. CORPAS



En nombre de la República de Colombia
y por autorización del Ministerio de Educación Nacional

La Escuela de Medicina Juan N. Corpas

teniendo en cuenta que

Andrés José Álvarez Amézquita

C.C. N° 19.491.918 de Bogotá

culminó satisfactoriamente los programas académicos
de la Escuela, correspondientes a tres años de estudios
básicos y tres años de entrenamiento médico quirúrgico
y aprobó los exámenes de revisión de ciencias básicas

le confiere el título de:

Médico y Cirujano General

y le otorga el presente Diploma que lo acredita como
tal, restandéndolo con las firmas y sellos respectivos.

Bogotá 14 de Diciembre de 1991

N° 1.514

EL RECTOR

Jorge Iván Agudelo

EL DECANO

Alfonso

EL VICEDECANO

Alfonso

EL DECANO ASISTENTE

Alfonso

EL SECRETARIO GENERAL

Alfonso

EL DECANO DE ESTUDIANTES

Alfonso

MINISTERIO DE EDUCACION NACIONAL

REGISTRADO: LIBRO

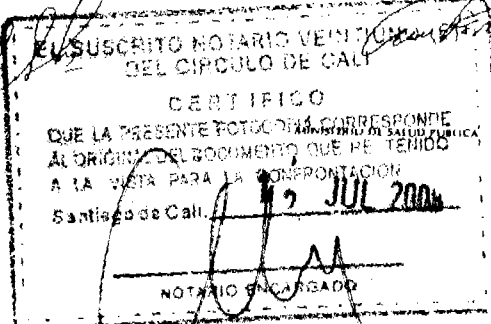
FOLIO

BOGOTA D.E.

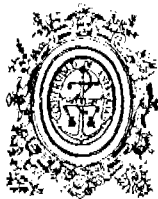
DE

DE 19

SECRETARIO GENERAL



NOTARIA VEINTIUNA
Carmen Liones Montaña Bolívar
NOTARIA ENCARGADA



UNIVERSIDAD DE ANTIOQUIA

PERSONERÍA JURÍDICA LEY 71 DE 1878 DEL ESTADO SOBERANO DE ANTIOQUIA Y LEY 153 DE 1887

Acta de Graduación 36121

DEPENDENCIA: Facultad Nacional de Salud Pública

APROBACION DEL PROGRAMA: Acuerdo Consejo Superior 198 de Dic 11 de 1991

PROGRAMA: Maestría en Epidemiología

El 07 de Diciembre de 2000, se reunieron las Directivas de la Universidad de Antioquia, con el propósito de conferir el título de:

MAGISTER EN EPIDEMIOLOGÍA

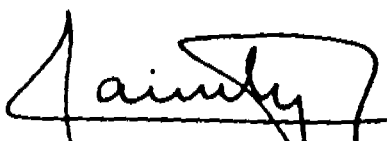
a:

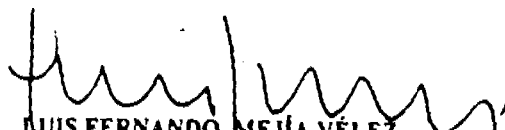
Andrés José Álvarez Amezcuita

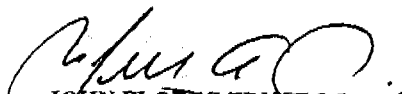
Identificado con cédula de ciudadanía 19491918

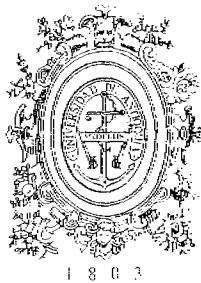
El secretario de la ceremonia leyó la promesa por la cual el Sr. Vicerrector de Docencia autorizó esta graduación. A continuación el presidente de la ceremonia tomó al graduando el juramento correspondiente y procedió a la entrega del Diploma y el Acta de Grado.

En constancia se firma esta acta en la ciudad de Medellín, República de Colombia.


JAIME RESTREPO CUARTAS
RECTOR


LUIS FERNANDO MEJÍA VÉLEZ
SECRETARIO GENERAL


JOHN FLÓREZ TRUJILLO
DECANO



LA UNIVERSIDAD DE ANTIOQUIA

PERSONERIA JURÍDICA LEY 71 DE 1878 DEL ESTADO SOBERANO DE ANTIOQUIA Y LEY 153 DE 1887

EN ATENCIÓN A QUE

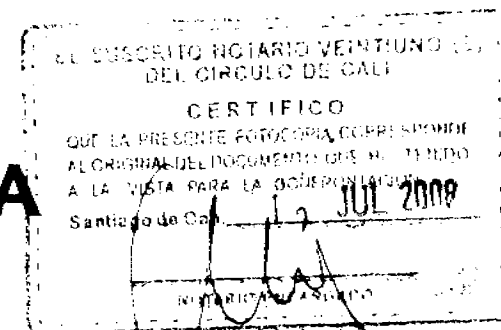
Andrés José Álvarez Amezquita

identificado con cédula de ciudadanía 19491918

HA COMPLETADO TODOS LOS REQUISITOS QUE LOS ESTATUTOS UNIVERSITARIOS

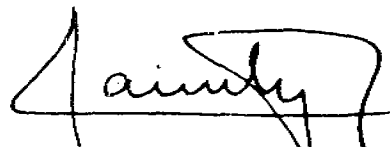
EXIGEN PARA OPTAR AL TÍTULO DE

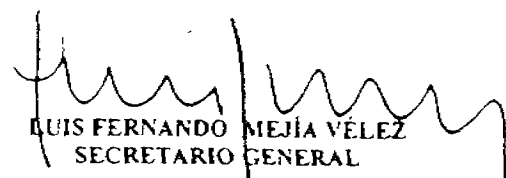
MAGISTER EN EPIDEMIOLOGÍA



LE EXPIDE EL PRESENTE DIPLOMA, EN TESTIMONIO DE ELLO, SE FIRMA EN MEDELLÍN

REPÚBLICA DE COLOMBIA, EL 07 DE DICIEMBRE DE 2000


JAIME RESTREPO CUARTAS
RECTOR


LUIS FERNANDO MEJÍA VELEZ
SECRETARIO GENERAL

NOTARIA VEINTIUNA
Carmen Llanes Montaña Bolaños
NOTARIA ENCARGADA

JOHN FLOREZ TRUJILLO
DECANO

Nº 13548

491
476

492



ANALISIS VARIANZA NUTRIZUCAR

28/4/96



FICHA TECNICA

Realizador por:

Andres Alvarez

Medico, epidemiólogo y estadístico .

Investigador de la Universidad del Valle con
énfasis en salud publica.

Muestras Totales:

88

Análisis Laboratorio : Castilla Industrial: Propiedades Fisicoquímicas
excepto Sulfitos y contenido calórico.
Ecoquímica Ltda: Minerales



CLASIFICACIÓN MUESTRAS

Fabrica

		Frecuencia	Porcentaje	Porcentaje válido	Porcentaje acumulado
Válidos	1	20	22.7	22.7	22.7
	2	24	27.3	27.3	50
	3	22	25	25	75
	4	22	25	25	100
	Total	88	100	100	

1:Incauca

2:Manuelita

3:Cabaña

4:Nutrizucar

119.

495



CLASIFICACIÓN MUESTRAS

Ciudad

		Frecuencia	Porcentaje	Porcentaje válido	Porcentaje acumulado
Válidos	1	30	34.1	34.1	34.1
	2	22	25	25	59.1
	3	14	15.9	15.9	75
	4	22	25	25	100
	Total	88	100	100	

1: Cali

2: Bogota

3: Medellín

4: Nutrizucar

Handwritten signatures and marks at the bottom right corner.



CLASIFICACIÓN MUESTRAS

Comercio

		Frecuencia	Porcentaje	Porcentaje válido	Porcentaje acumulado
Válidos	Pequeño	36	40.9	40.9	40.9
	Fabrica	22	25	25	65.9
	Grande	30	34.1	34.1	100
	Total	88	100	100	

Pequeño: Tiendas

Grande: Supermercados

Fabrica: Nutrizucar

[Handwritten signature]

497



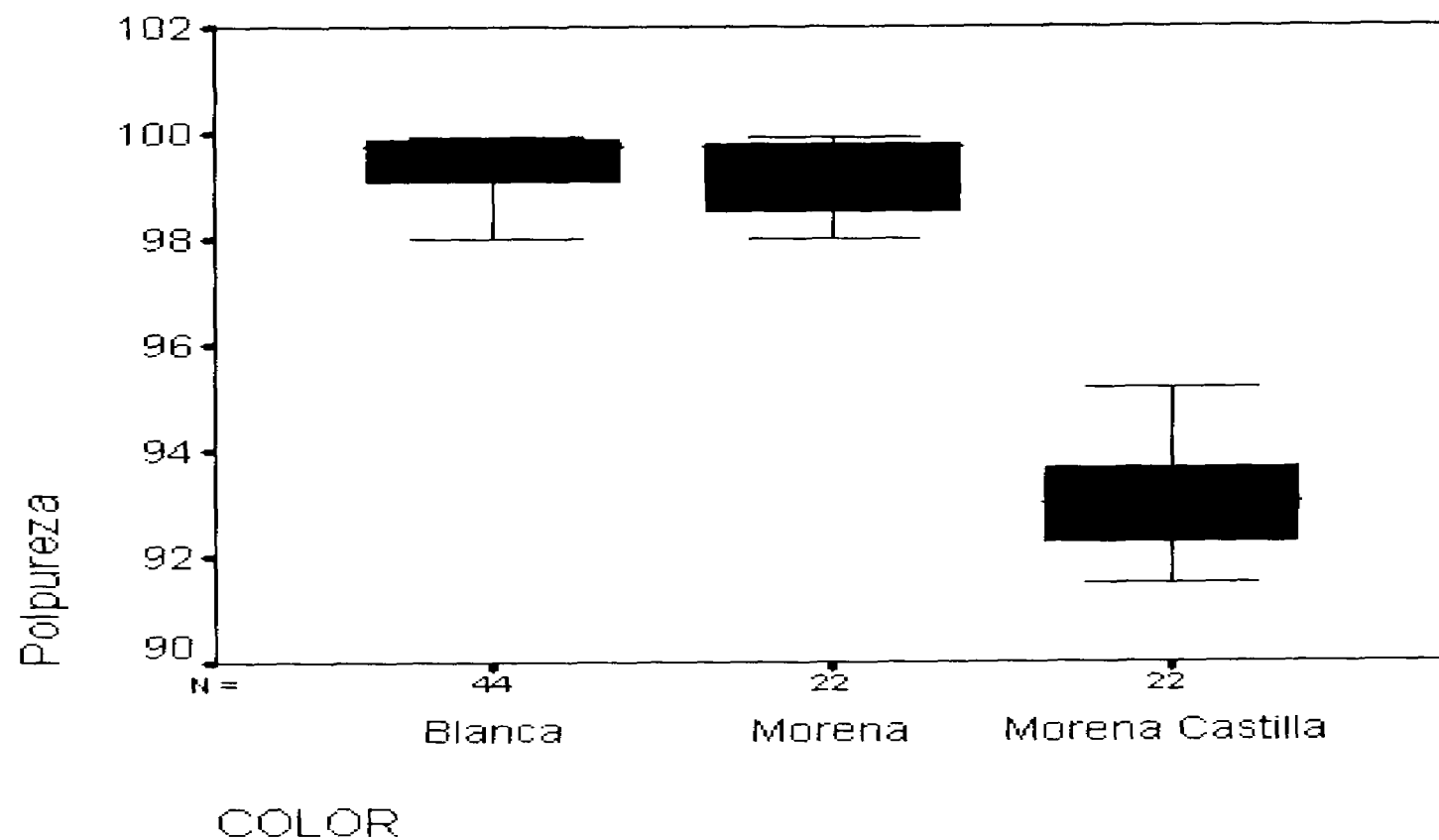
CLASIFICACIÓN MUESTRAS

Color

		Frecuencia	Porcentaje	Porcentaje válido	Porcentaje acumulado
Válidos	Blanca	44	50	50	50
	Morena	22	25	25	75
	Nutrizucar	22	25	25	100
	Total	88	100	100	

122

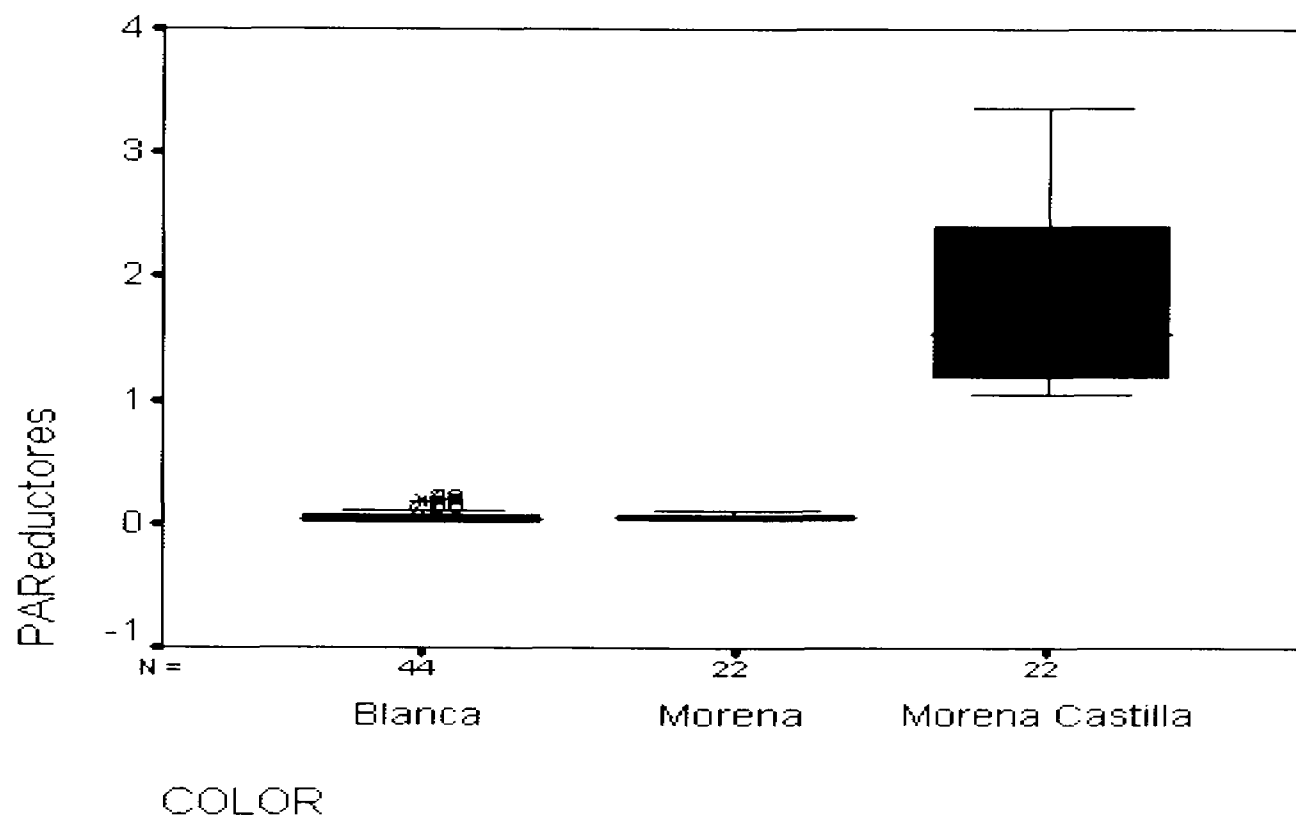
RESULTADOS



128



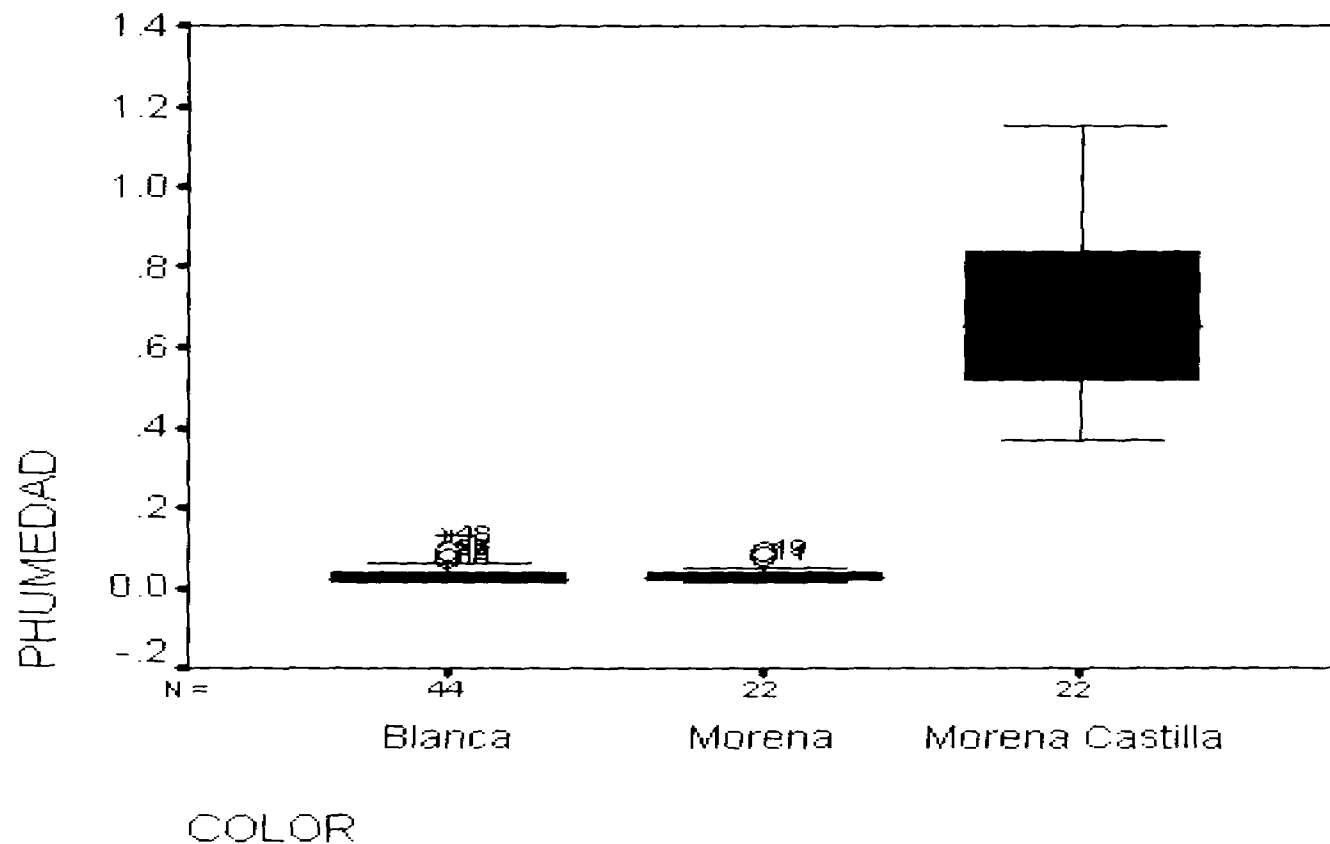
RESULTADOS



Handwritten signatures and marks.



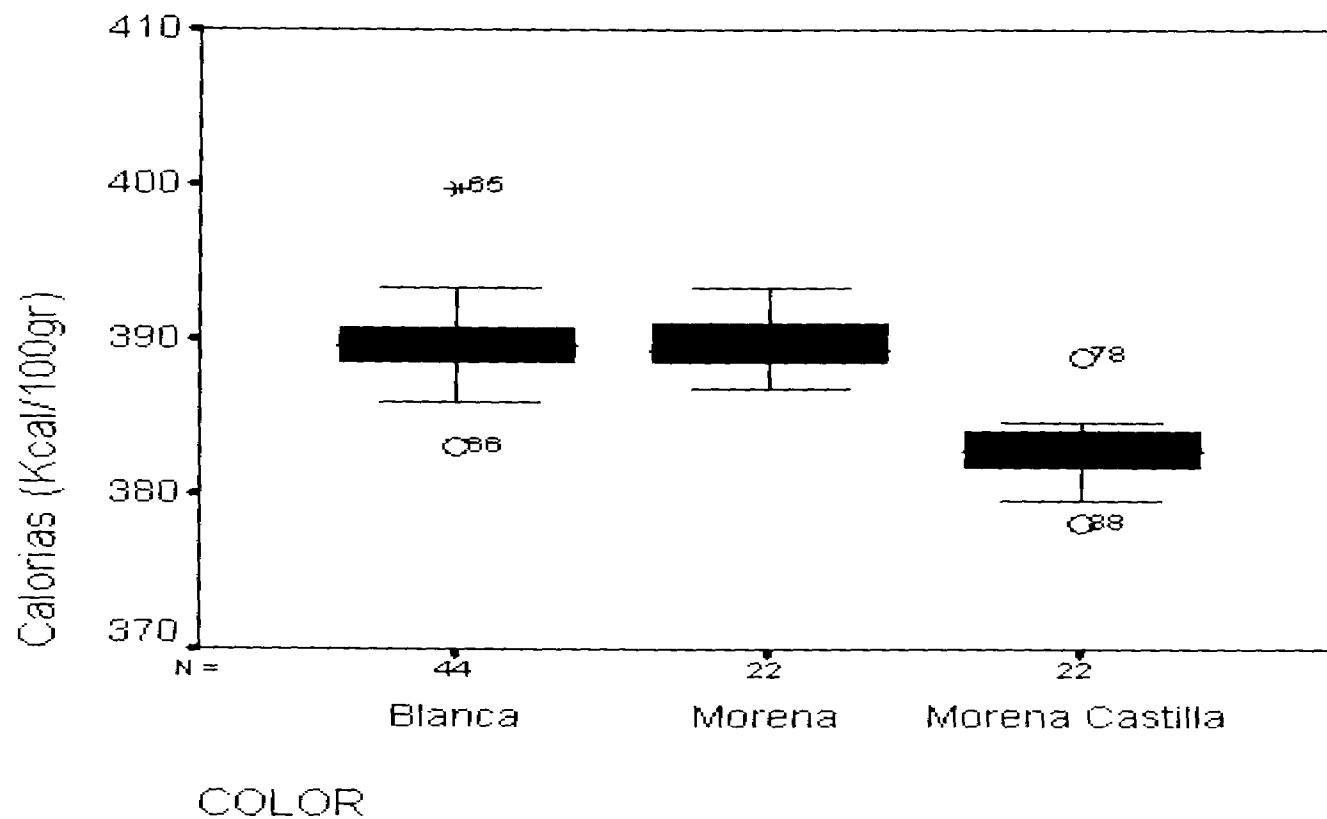
RESULTADOS



[Handwritten signatures]



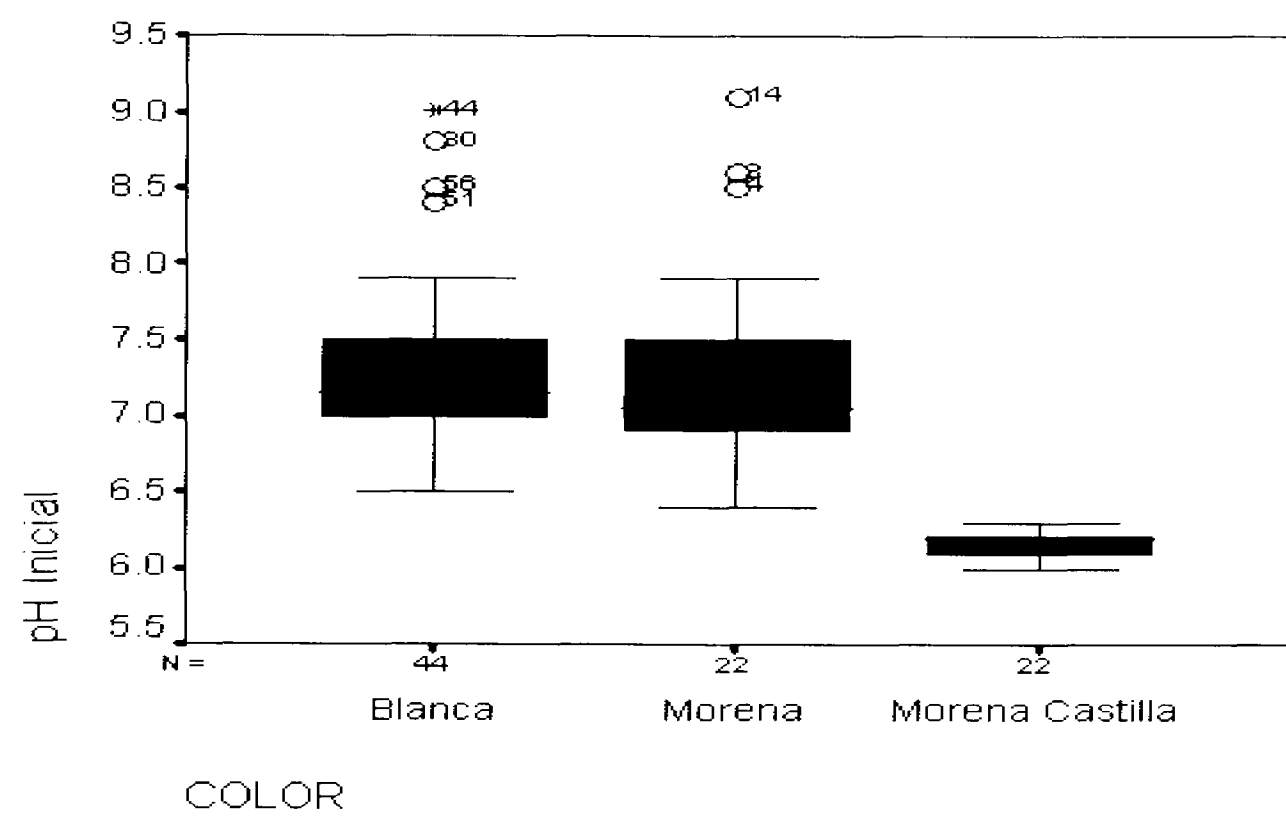
RESULTADOS



[Handwritten signature]



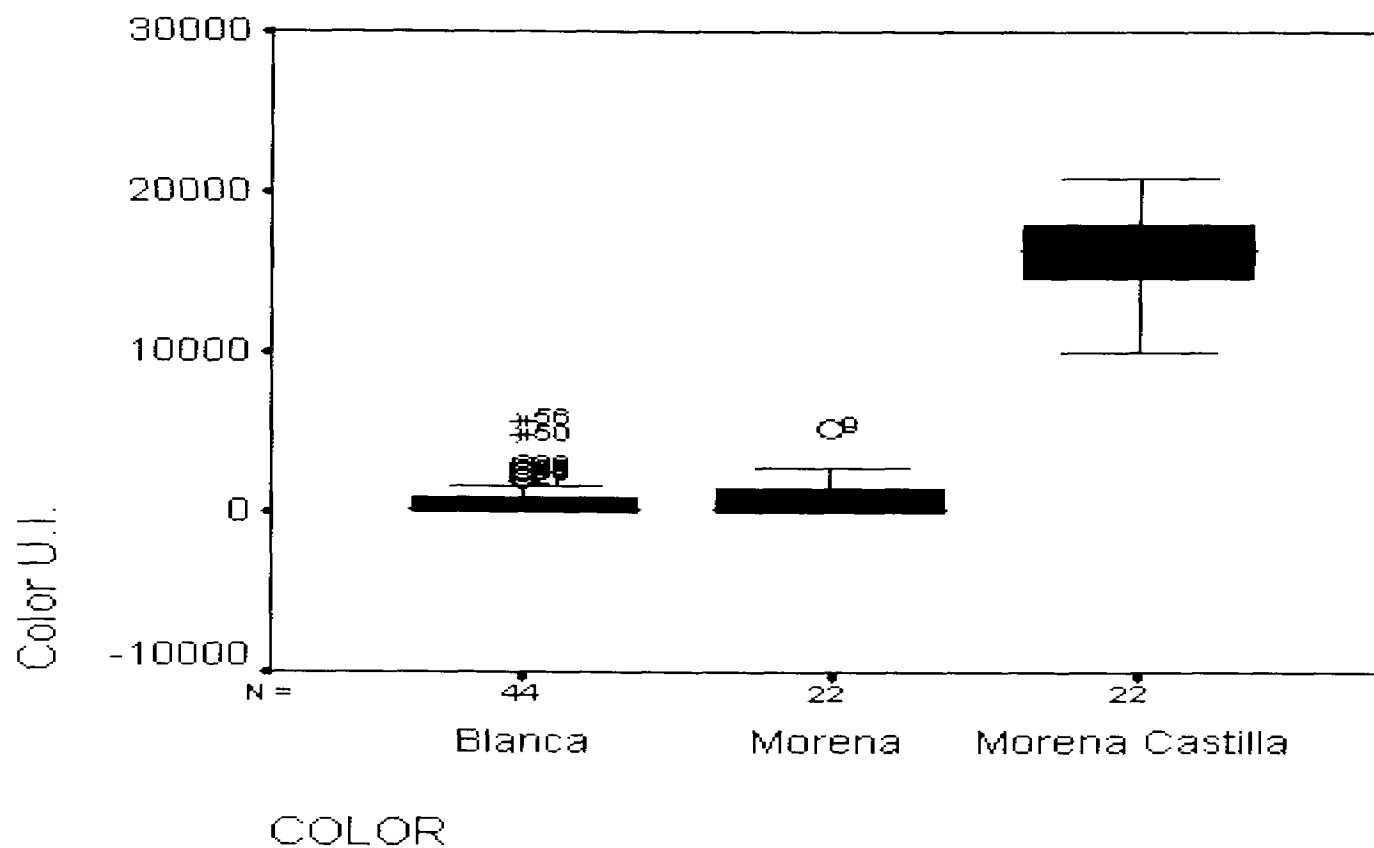
RESULTADOS



Handwritten signatures and marks.



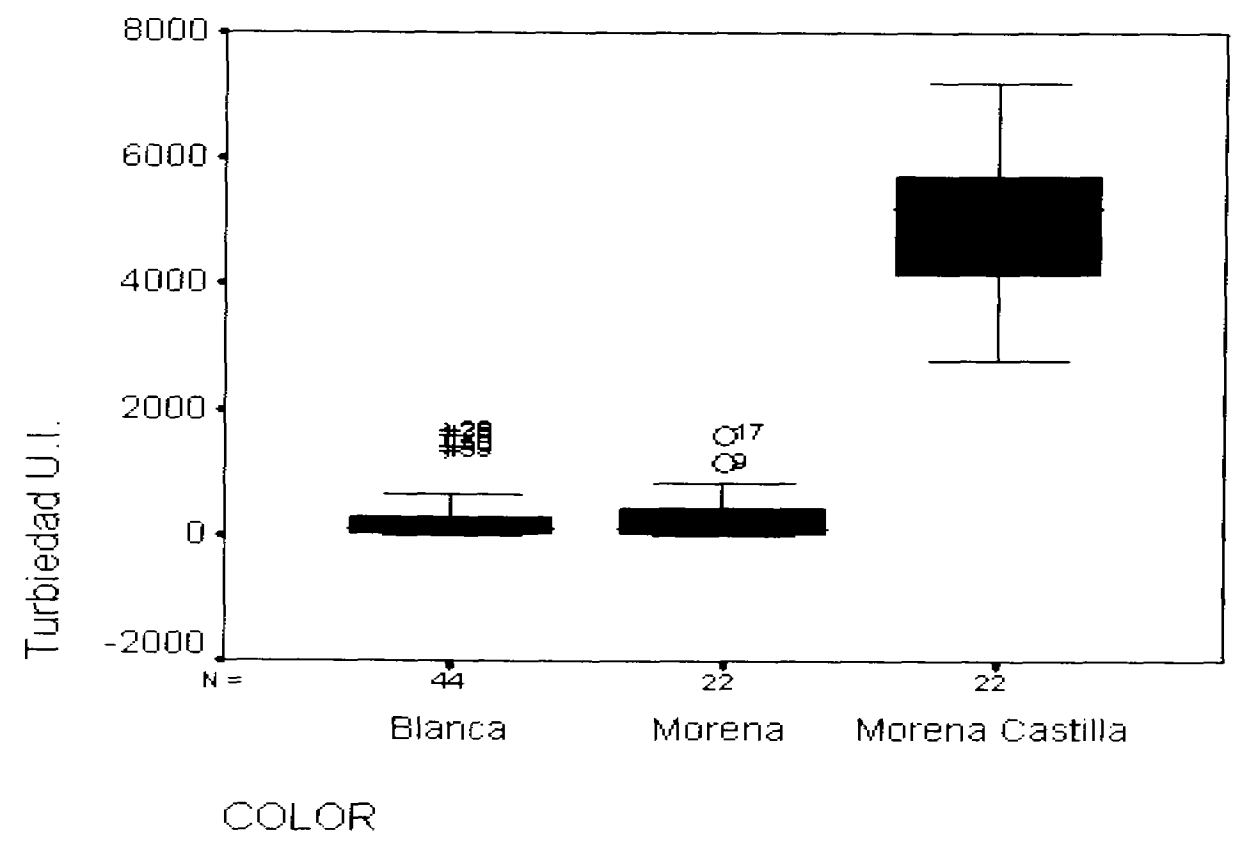
RESULTADOS



1/10/24



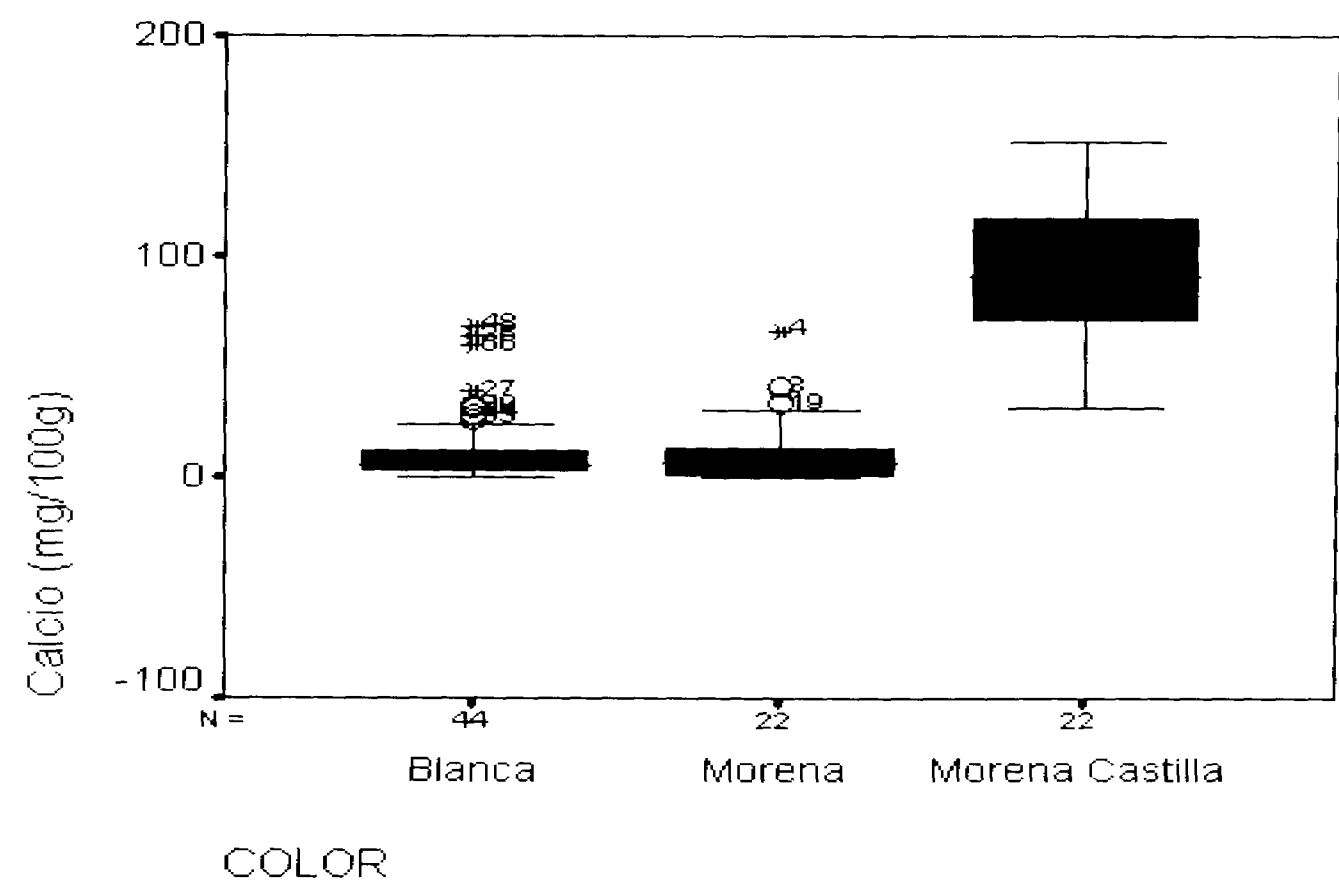
RESULTADOS



10/10/05



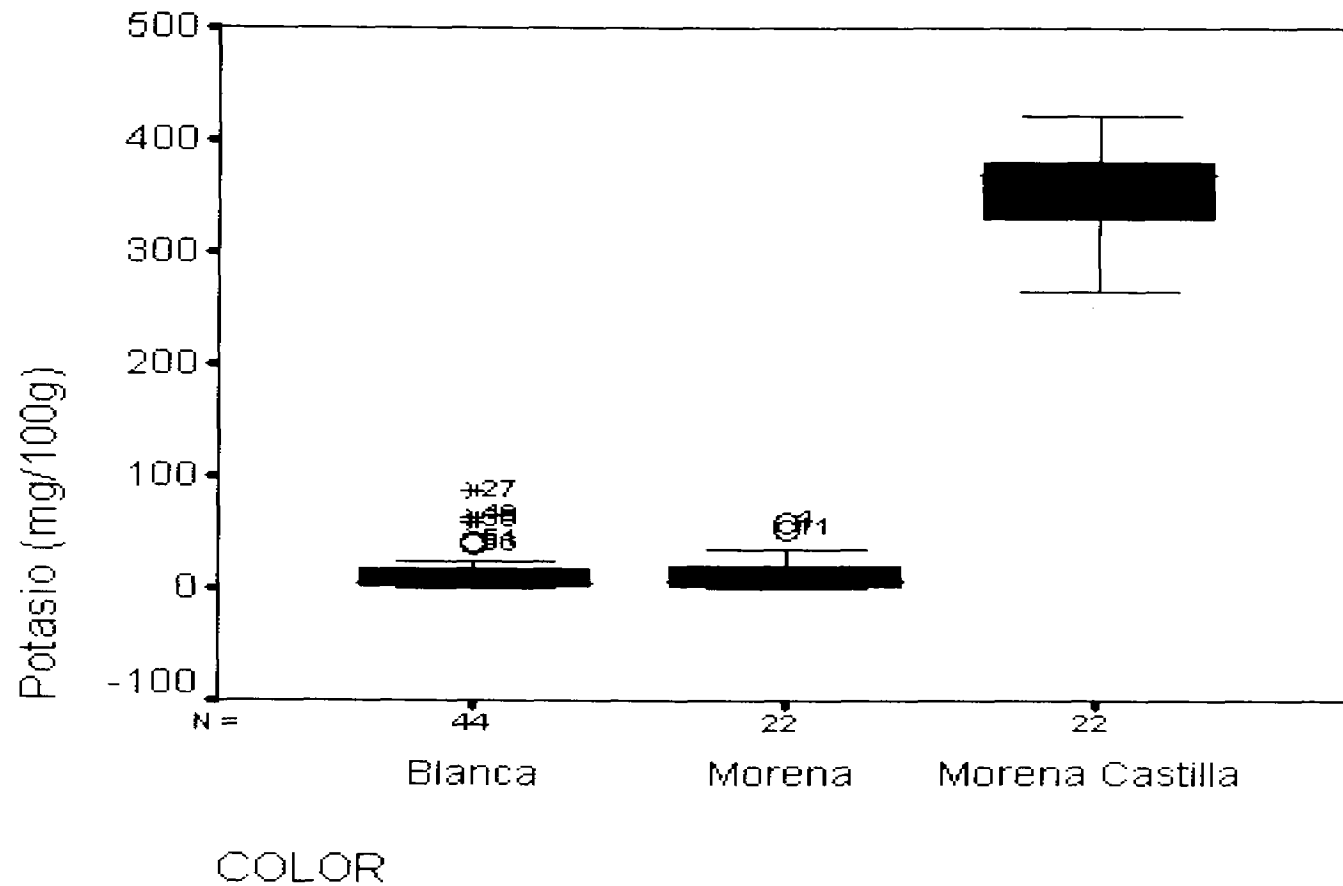
RESULTADOS



507



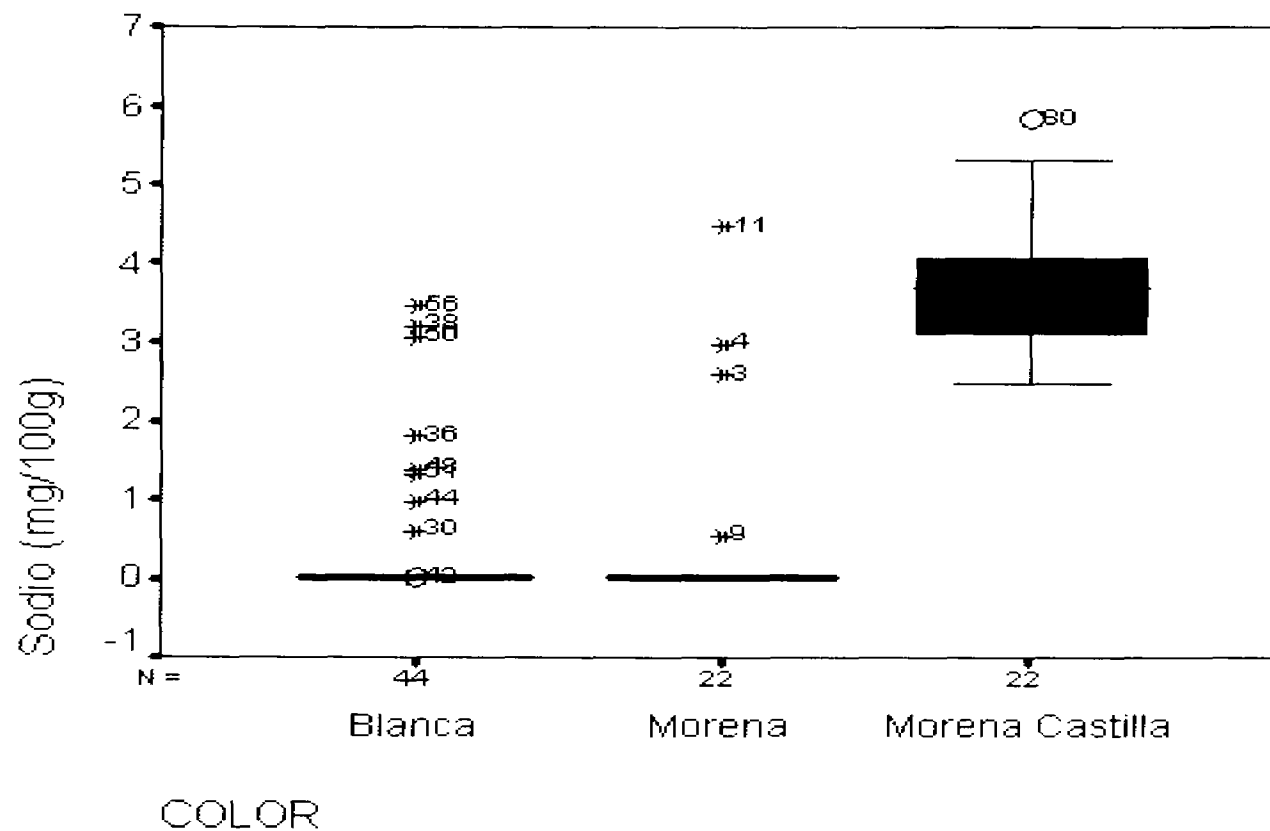
RESULTADOS



10/11/20



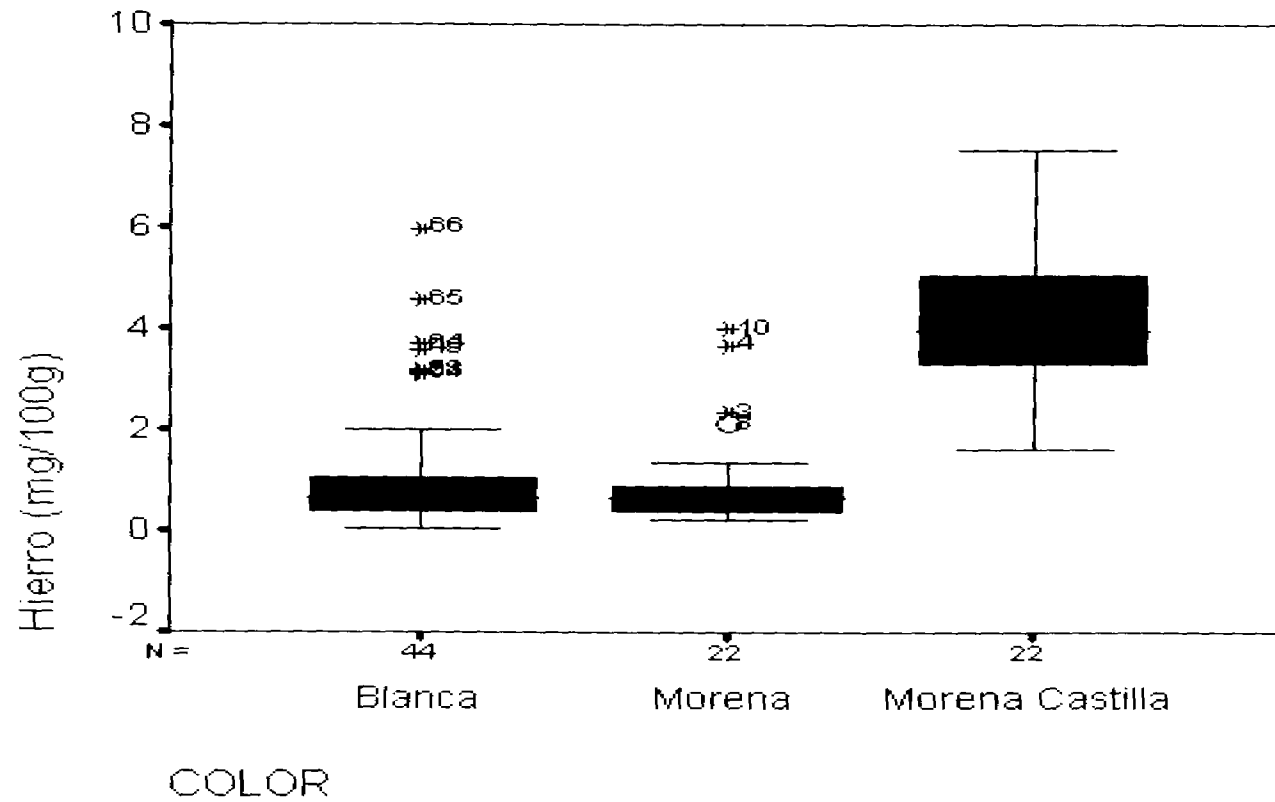
RESULTADOS



137
147

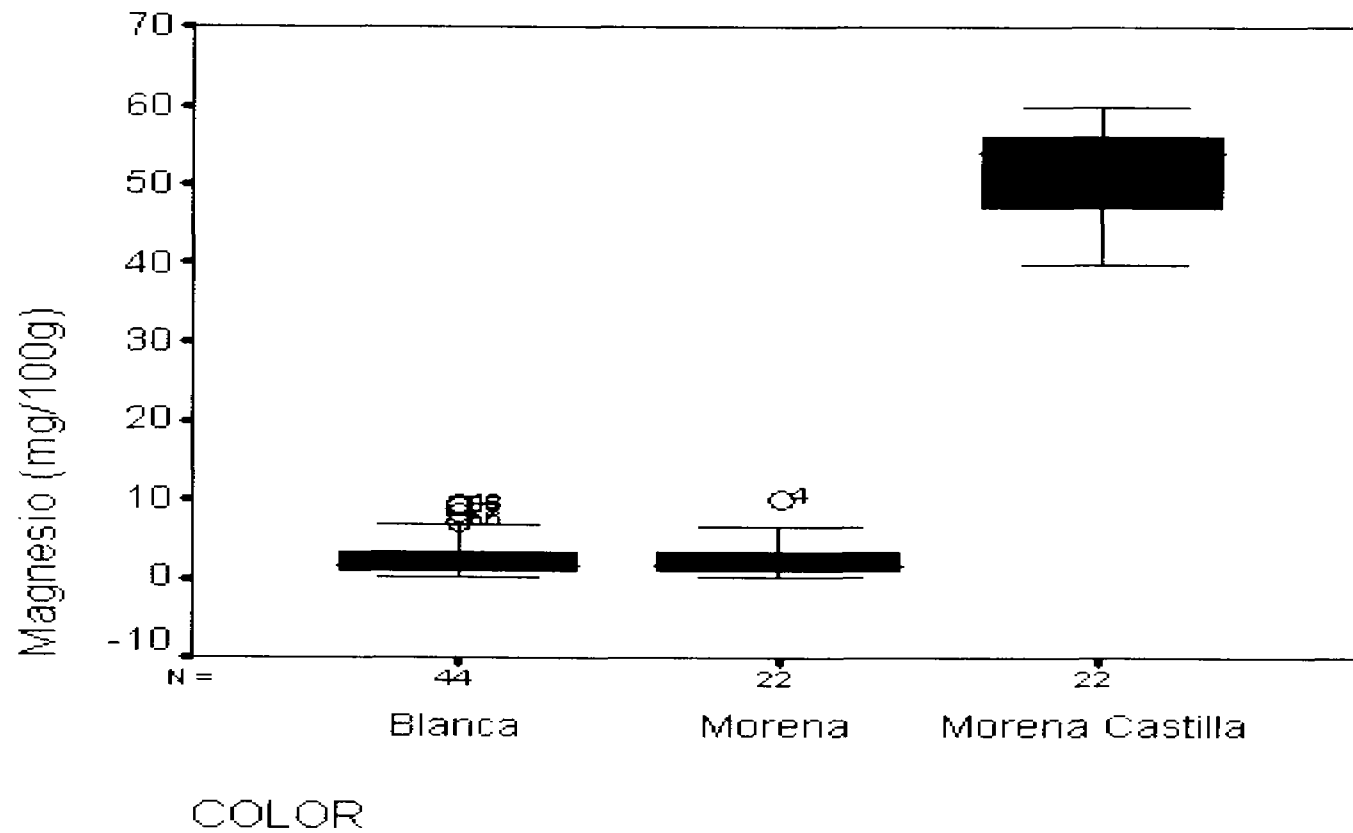


RESULTADOS



19/08/2017

RESULTADOS





RESULTADOS

Sulfitos ppm

Valor		Frecuencia	Porcentaje	Porcentaje válido	Porcentaje acumulado
Válidos	0	88	100	100	100

156

512



FICHA TECNICA NUTRIZUCAR

PROPIEDAD	ESPECIFICACIÓN	LABORATORIO
FISICOQUÍMICAS		
Pza	93±1.1	CASTILLA
AR%	1.8±0.66	CASTILLA
Hd%	0.69± 0.22	CASTILLA
Cenizas %	1.24±0.22	CASTILLA
Ph	6.2±0.08	CASTILLA
Color UI	16046±2563	CASTILLA
Turbiedad UI	5124±1177	CASTILLA
Sulfitos ppm	0	ECOQUIMICA
Calorias Kcal/100gr	390±2.4	ECOQUIMICA
MINERALES		
Ca mg/100gr	94±30	ECOQUIMICA
K mg/100gr	352±44	ECOQUIMICA
Na mg/100gr	3.7±0.87	ECOQUIMICA
Fe mg/100gr	4.1±1.4	ECOQUIMICA
Mg mg/100gr	52.2±5.5	ECOQUIMICA

RESULTADOS ANOVA

513

		Suma de cuadrados	gl	Media cuadrática	F	Sig.
% Pureza	Inter-grupos	657.74	3	219.25	321.98	0.00
	Intra-grupos	57.20	84	0.68		
	Total	714.94	87			
%A Reductores	Inter-grupos	49.92	3	16.64	151.86	0.00
	Intra-grupos	9.20	84	0.11		
	Total	59.12	87			
% Cenizas	Inter-grupos	22.67	3	7.56	392.78	0.00
	Intra-grupos	1.62	84	0.02		
	Total	24.29	87			
pH Inicial	Inter-grupos	21.72	3	7.24	27.25	0.00
	Intra-grupos	22.32	84	0.27		
	Total	44.05	87			
Color U.I.	Inter-grupos	3825072824.70	3	1275024274.90	426.00	0.00
	Intra-grupos	251414489.20	84	2993029.63		
	Total	4076487313.90	87			
Turbiedad U.I.	Inter-grupos	386835436.64	3	128945145.55	263.42	0.00
	Intra-grupos	41118990.35	84	489511.79		
	Total	427954426.99	87			
Calorias (Kcal/100gr)	Inter-grupos	789.49	3	263.16	54.26	0.00
	Intra-grupos	407.43	84	4.85		
	Total	1196.92	87			
Calcio (mg/100g)	Inter-grupos	109967.71	3	36655.90	82.40	0.00
	Intra-grupos	37368.95	84	444.87		
	Total	147336.67	87			
Potasio (mg/100g)	Inter-grupos	1903520.29	3	634506.76	861.59	0.00
	Intra-grupos	61861.07	84	736.44		
	Total	1965381.36	87			
Sodio (mg/100g)	Inter-grupos	185.38	3	61.79	65.02	0.00
	Intra-grupos	79.83	84	0.95		
	Total	265.20	87			
Hierro (mg/100g)	Inter-grupos	169.05	3	56.35	38.71	0.00
	Intra-grupos	122.28	84	1.46		
	Total	291.33	87			
Magnesio (mg/100g)	Inter-grupos	40405.04	3	13468.35	1073.30	0.00
	Intra-grupos	1054.07	84	12.55		
	Total	41459.11	87			
% Humedad	Inter-grupos	7.06	3	2.35	183.18	0.00
	Intra-grupos	1.08	84	0.01		
	Total	8.14	87			

513



CONCLUSION

- De acuerdo al análisis ANOVA Nutrizucar contiene propiedades fisicoquímicas y nutricionales diferentes a los azucares tradicionales del mercado.

HOJA DE VIDA ACADÉMICA

NOMBRE: ALBERTO JUAN BARRIOS **CEDULA:** 8.860.531 **FICHA:** 8.860.531

DIRECCION: Cra. 1 No. 66 - 42 B/ Paraisos de Comfandi
TORRE 2 APTO 304 **TELEFONO:** 4490244 - 313 7355021

EMPRESA: FUERZA LTDA **INGRESO:** AGOSTO 3/2005

CARGO: ANALISTA DE MICROBIOLOGÍA **AREA:** CONTROL

SISTEMA

CALIDAD	X
BASC	
AMBIENTAL	X

PRIMARIA: CONCENTRACIÓN ESCOLAR SAN JUAN
BAUTISTA

AÑOS: 5.0

FECHA: 1993

BACHILLER: COLEGIO MIXTO BACHILLERATO
AGROPECUARIO DE ALBANIA

AÑOS: 6.0

FECHA: 1999

EST. SUPERIORES: UNIVERSIDAD DE PAMPLONA
TITULO: MICROBIÓLOGO

AÑOS: 5.0

FECHA: 2005

OTROS ESTUDIOS

NOMBRE CURSO	FECHA:	INSTITUTO:	HORAS:
DIFUSION POLITICA AMBIENTAL	17-Oct-2007	PLANTA CASTILLA	1
FUNCIONES Y RESPONSABILIDADES S.G.A.	17-Oct-2007	PLANTA CASTILLA	1
ROMBO NFPA	17-Oct-2007	PLANTA CASTILLA	1
FICHAS DE SEGURIDAD	17-Oct-2007	PLANTA CASTILLA	1
DIFUSION DE NORMAS BSG-030 (tratamiento de aguas residuales industriales)	17-Oct-2007	PLANTA CASTILLA	1
CAPACITACION EN RESIDUOS SOLIDOS Y AHORRO DE ENERGIA	14-Dic-2006	PLANTA CASTILLA	1
I CONGRESO INTERNACIONAL DE MICROBIOLOGIA	11-Oct-2002	UNIVERSIDAD PAMPLONA	24
II CONGRESO INTERNACIONAL DE MICROBIOLOGIA	16-Nov-2003	UNIVERSIDAD PAMPLONA	24
INTRODUCCION A LA EVALUACION SENSORIAL Y APLICACIONES A LA INDUSTRIA DE ALIMENTOS	11-Nov-2004	UNIVERSIDAD PAMPLONA	4
CURSO DE B.P.L- BUENAS PRACTICAS DE LABORATORIO	Mayo/2007-	SENA	40
CURSO QUIMICA ANALITICA	Nov 5-12/2007	UNIVERSIDAD DEL VALLE	40
INTEGRACION ISO 9000, B.P.M, HACCP EN INDUSTRIA DE ALIMENTOS	9-Sep-2004	UNIVERSIDAD PAMPLONA	16
CURSO BASICO DE PRIMEROS AUXILIOS	Oct-Dic/2005-	CRUZ ROJA COLOMBIANA	40
INCERTIDUMBRE EN LAS MEDICIONES	Julio 10/2008	ASOCAÑA	ACTUALIDAD



LA UNIVERSIDAD DE PAMPLONA

CON PERSONERIA JURIDICA RECONOCIDA MEDIANTE DECRETO 1550 DE 1971

CONFIERE EL TITULO DE

Microbiólogo con Énfasis en Alimentos

A

Alberto Juan Barrios Pérez

C.C. N° 8.860.531

Expedida en San Juan de Betulia

Quien cumplió satisfactoriamente los requisitos académicos exigidos.

En testimonio de ello otorga el presente

DIPLOMA

En la ciudad de Pamplona

Septiembre 2

de

2005

Alvaro González Joves

Rector

Rosalba Omaña de Restrepo

Secretario General

517



UNIVERSIDAD DE
SAN BUENAVENTURA
CALI

Certificado de Participación

entregado a

ALBERTO JUAN BARRIOS

Participo en el seminario “**Limpieza y Desinfección en la Industria Alimenticia**”

Realizado en Cali los días 21 y 22 de febrero de 2008

OLAF LÓPEZ

Director Ingeniería Agroindustrial
Universidad de San Buenaventura

JOHN ROPNOW
Conferencista

Universidad de Nebraska

MARCOS SANCHEZ
Conferencista

Universidad Texas A&M



Cruz Roja Colombiana
Seccional Valle del Cauca



SEGURO SOCIAL
Protección Laboral

518

EDUCACIÓN

Resolución 0875 Octubre 14/97 S.E.D

Hace Constar

Que:

ALBERTO J. BARRIOS

C.C. 8.860.531

Participó en el

CURSO DE PRIMEROS AUXILIOS BASICO

Con una duración de 40 Horas

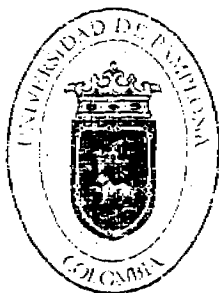
Victoria Eugenia Lem S.
Dirección

[Firma]
Orientador

Dado en Santiago de Cali, a los 01 días del mes Diciembre del año 2005 Registro No. 8174

Esta constancia no constituye título de idoneidad para el ejercicio de las profesiones de Salud - Validez 2 Años

[Firma]
4/3



UNIVERSIDAD DE PAMPLONA

FACULTAD DE ESTUDIOS AVANZADOS, VIRTUALES
A DISTANCIA Y SEMIESCOLARIZADOS

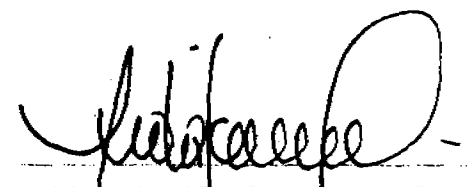
Certifican que:

Alberto Juan Barrios Pérez

Participó en el Seminario:
**INTRODUCCIÓN A LA EVALUACION SENSORIAL Y SU APLICACION
EN LA INDUSTRIA DE ALIMENTOS.**

**Realizado el 11 de Noviembre de 2004
con una intensidad de 4 horas**

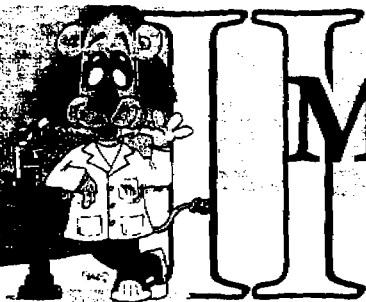

MARY LUZ CARRILLO VERA
Conferencista


LIDA YANETH MALDONADO M
Coordinadora

Pamplona de 2004

519

147



CONGRESO INTERNACIONAL DE Microbiología

Garantía de la Inocuidad y Agroecología:
Perspectivas, Tendencias y Oportunidades



Universidad de
Pamplona

520

Certifica que:

ALBERTO JUAN BARRIOS

*Asistió al II Congreso Internacional de Microbiología
en calidad de Participante, durante los días 14, 15 y 16 de Noviembre de 2003
con una intensidad de 24 horas
Pamplona, Norte de Santander - Colombia.*

Alvaro González Joves
Rector

Alba Lucía Roa Parra
Decana
Facultad de Ciencias Básicas

Diana Patricia Bobada Lizarazo
Directora Departamento de Microbiología

1/9/03



521

UNIVERSIDAD DE PAMPLONA
Facultad de Ciencias Naturales y Tecnológicas
Departamento de Microbiología con Énfasis en Alimentos

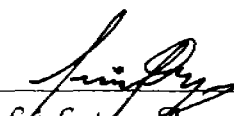
Certificado

Que se otorga a:

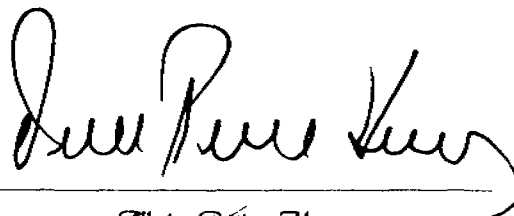
ALBERTO JUAN BARRIOS

*Por su participación en el I Congreso Internacional:
Microbiología y Tecnologías Aplicadas
Prospectiva Siglo XXI*

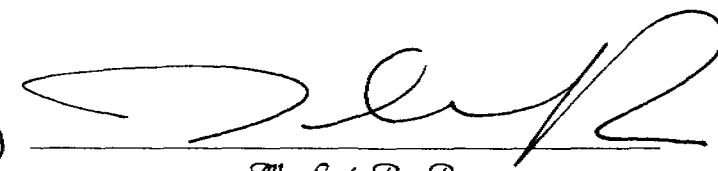
Pamplona, Colombia 9, 10 y 11 de Octubre de 2002


Luis Gustavo Araque
Rector (E)

Universidad de Pamplona


Albeiro Patiño Herrera
Decano

Facultad de Ciencias Naturales y Tecnológicas


Alba Lucía Roa Parra
Presidente Junta Directiva


1/16



522

UNIVERSIDAD DE PAMPLONA
Facultad de Ciencias Naturales y Tecnológicas
Departamento de Microbiología con Énfasis en Alimentos

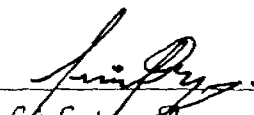
Certificado

Que se otorga a:

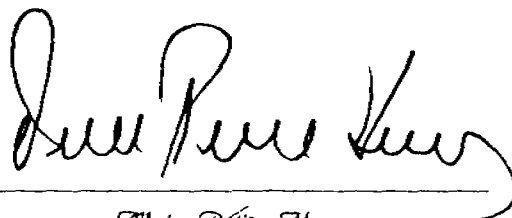
ALBERTO JUAN BARRIOS

*Por su participación en el I Congreso Internacional:
Microbiología y Tecnologías Aplicadas
Prospectiva Siglo XXI*

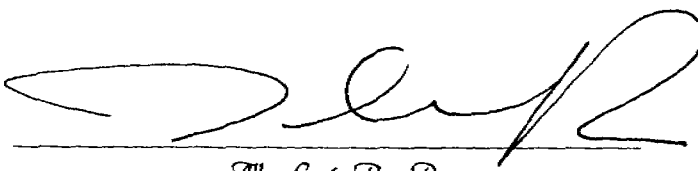
Pamplona, Colombia 9, 10 y 11 de Octubre de 2002


Luis Gustavo Araque
Rector (E)

Universidad de Pamplona


Albeiro Patiño Herrera
Decano

Facultad de Ciencias Naturales y Tecnológicas


Alba Lucía Roa Parra
Presidente Junta Directiva

16/10/02

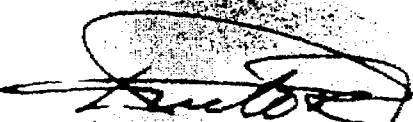


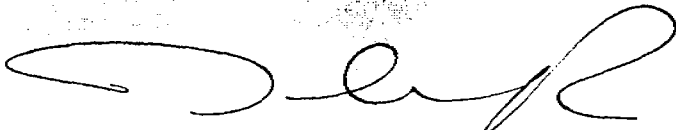
UNIVERSIDAD DE PAMPLONA
FACULTAD DE CIENCIAS BÁSICAS
DEPARTAMENTO DE MICROBIOLOGÍA

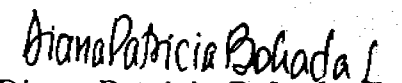
Certifican que:

ALBERTO JUAN BARRIOS PÉREZ

Participó en el Curso: Integración ISO 9000 - BPM - HACCP en Industrias de Alimentos
Durante los días 8 y 9 de Septiembre de 2004
Con una intensidad de 16 horas

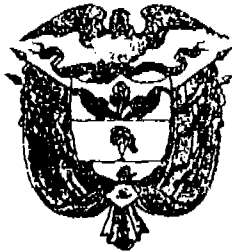

Álvaro González Joves
Rector


Alba Lucía Roa
Decana
Facultad de Ciencias Básicas


Diana Patricia Bohada L.
Diana Patricia Bohada
Directora
Departamento de Microbiología

523

527



Ministerio de Educación Nacional
y en su nombre

El Colegio Mixto de Bto. Agropecuario de Albania

San Juan de Betulia - Sucre

Autorizado por la Secretaría de Educación Nal. mediante Resolución No.
1590 de Noviembre 25 de 1998.

Confiere a:

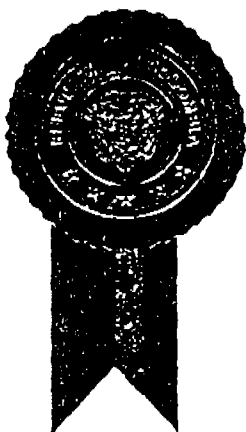
ALBERTO JUAN BARRIOS PEREZ

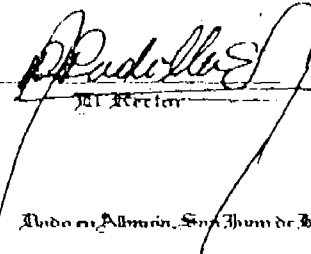
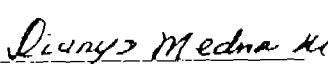
Identificado(n) con la C.C.Nu. **8.860.531** de **BETULIA**

El Título de

Bachiller Técnico Agropecuario

Por razón de haber cursado y aprobado los estudios correspondientes al Nivel de
Educación Media Técnica, según los Planes y Programas Vigentes.




El Rector

Un Secretario Habilitado

Dado en Albania, San Juan de Betulia, el día 11 de Diciembre de 1999

Anotado al Folio No. 02 del Libro
de Acta de Graduación No 01

NOMBRE: VICTOR ALFREDO OROZCO MEZA **CEDULA:** 1.107.035.179 **FICHA:** 200441

DIRECCION: Cra. 1C No. 52 - 21 B/ Brisas de los Andes **TELEFONO:** 4304128 - 311
3747235

EMPRESA: RIOPAILA CASTILLA S.A. **INGRESO:** MARZO 1/2007

CARGO: EST. EN PRÁCTICA - LABORATORIO **AREA:** CONTROL PROCESOS

SISTEMA	
CALIDAD	X
BASC	
AMBIENTAL	X

PRIMARIA: ESCUELA SAN VICENTE DE PAÚL **AÑOS:** 5 **FECHA:** 1995

BACHILLER: COLEGIO REPÚBLICA DE ISRAEL **AÑOS:** 6 **FECHA:** 2002

EST. SUPERIORES: UNIVERSIDAD SANTIAGO DE CALI **AÑOS:** 5 **FECHA:** 2002 - Actual

TITULO: QUÍMICO

NOMBRE CURSO	FECHA:	INSTITUTO:	HORAS:
SENSIBILIZACIÓN Y CAPACITACIÓN AMBIENTAL	Feb 28/2007	PLANTA CASTILLA	1
SEGURIDAD INDUSTRIAL Y NORMAS DE SALUD OCUPACIONAL	Feb 20/2007	PLANTA CASTILLA	1
INDUCCIÓN EMPRESARIAL	1-Mar-2007	PLANTA CASTILLA	1
Química Analítica Aplicada e Introducción a las Técnicas Instrumentales.	NOV 5-12/2007	UNIVALLE	40
BUENAS PRÁCTICAS DE LABORATORIO	Mayo 19-23/2007	SENA	9
SEMINARIOS: SEMILLEROS DE INVESTIGACIÓN	Oct 31 - Nov 3/2007	USACA	18



151
526

La Universidad del Valle

Facultad de Ciencias

Certifica que:

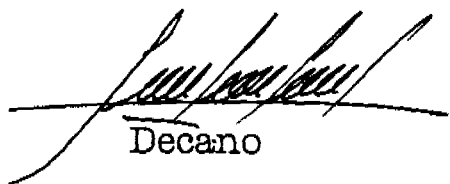
Victor Alfredo Orozco Meza ✓

C.C. 1.107.035.179 de Cali(Valle)

Asistió al:

**Curso: Química Analítica Aplicada
e Introducción a las Técnicas Instrumentales**

Noviembre 6 a Noviembre 12 de 2007 - Intensidad: 40 Horas



Decano



Coordinador de Área Académica

Santiago de Cali, 28 de Noviembre de 2007



La República de Colombia
y en su nombre el
Colegio República de Israel

Autorizado por la Secretaría de Educación Departamental, según
Resolución No. 2221 del 4 de Abril de 1974 y Adscrito al C.A.S.D.
según Resolución No. 3994 de Agosto 17 de 1993

Confiere a

Victor Alfredo Orozco Meza

Identificado (a) con C.I. No. 851230-36382 de Cali

el Título de

Bachiller Ciencias Naturales

Por haber cursado y aprobado los estudios correspondientes
al Nivel de Educación Media (Art. 29 Ley 115 de 1994)
según los planes y programas vigentes y el P.C.F.

Expedido en Santiago de Cali, a 19 de Julio de 2002

Anotado al Folio del Libro de Registro Interno No.

Rector



Secretaria

No requiere registro según Decreto 921 del 6 de Mayo
de 1994 y 2150 de Dic 5 de 1995 del M.E.N.

532
520

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO
DIVISIÓN DE NUEVAS CREACIONES

2020
Bogotá, D. C., 12 de julio de 2010

Doctor
Darío Cárdenas Navas
Representante
Central Castilla S. A.
Intercontinental Sugar USA, LLC

ASUNTO	Radicación	06-19254
	Trámite	002
	Evento	001
	Actuación	430
	Oficio	009360
	Folios	039

Patente de Invención	☒	Patente de Modelo de Utilidad	☐
Vía Nacional	☒		
Vía PCT (fase nacional)	☐	Cap. I	☐
		Cap. II	☐

Como resultado del examen de fondo, realizado con fundamento en el artículo 45 de la Decisión 486 de la Comisión de la Comunidad Andina, se le comunica:

1. Documentos estudiados

- 1.1. Descripción: Folios: 53 a 57 tal como se radicó inicialmente
- 1.2. Reivindicaciones: Folios 58 tal como se radicó inicialmente
Folios 415 tal como se modificó el 17 de julio de 2008
- 1.3. Oposiciones:
- 1.3.1. Folios 113 a 151
Ingenio Carmelita S. A.
- 1.3.2. Folios 152 a 190
Carlos Sarmiento L. & Cia.
Ingenio San Carlos
- 1.3.3. Folios 191 a 234
Ingenio La Cabaña S. A.
- 1.3.4. Folios 235 a 317
Manuelita S. A.
- 1.3.5. Folios 318 a 375
Ingenio del Cauca S. A.
- 1.4. Prioridad:
- | | |
|--------|------------------------|
| Fecha | 1 de diciembre de 2005 |
| País | Estados Unidos |
| Número | 60/741148 |
- 1.5. Argumentos del solicitante Folios: 380 a 431

2. Modificaciones (Artículo 34 D. 486 y Art. 22 Tratado PCT)

No es posible aceptar las modificaciones realizadas por el solicitante toda vez que **amplían el objeto inicial de la solicitud.**

En el documento original el solicitante pretende que se le proteja azúcar entera que comprende por lo menos 95% de sacarosa en peso, contrario al nuevo capítulo reivindicatorio que pretende que se le proteja entre 91,9 y 95% en peso de sacarosa. Los argumentos esgrimidos por el solicitante en el folio 385 no son aceptables, dado que la precisión realizada en el memorial va en contra de lo relacionado inicialmente.

3. Objeto de la invención

- Título de la solicitud (folio 382)
Azúcar entera y Método para su obtención
- Las reivindicaciones 1 a 6 de la solicitud en estudio se refieren a

1.- El método para producir azúcar entera que comprende las etapas de: remover el agua de un jarabe base de una 'massecuite' o masacocida supersaturada, donde el jarabe base tiene una concentración de sólidos disueltos en el rango entre cerca de 68% a cerca de 74% y contiene una Semilla-B y por lo menos otro producto del paso de purga, evaporación o molienda del proceso de producción de azúcar convencional; y cristalizar el azúcar entera a partir de la 'massecuite' o masacocida.

6.-Un azúcar entera que comprende por lo menos 95% de sacarosa en peso, otros azúcares reductores, vitaminas y minerales.

- El anterior procedimiento y el producto obtenido buscan un azúcar con mejores propiedades con un proceso optimizado
- La Clasificación Internacional de Patentes (IPC) para esta solicitud es **C 13 F 1/00.**

4. De la solicitud de Patente

4.1. Descripción (Artículo 28 D. 486)

La descripción de la solicitud en estudio presenta los siguientes defectos:

- *La descripción presentada para Colombia se encuentra incompleta, toda vez que al compararla con la traducción de la solicitud original hacen falta partes como los antecedentes de la invención o breve resumen de la invención. Se deberá revisar*
- *Todas las unidades de medida deben venir según el Sistema Internacional de Unidades. Esto no sucede en varios apartes del texto. Se debe revisar.*

Por lo anterior, la descripción no cumple con el requisito de claridad y/o divulgación completa que permita su comprensión y ejecución de acuerdo al art. 28 de la Decisión 486 y/o art. 22 del Tratado PCT

4.2. Reivindicaciones (Artículo 30 D. 486)

El capítulo reivindicatorio de la solicitud en estudio presenta los siguientes defectos:

- *No se admiten palabras o frases que generen ambigüedad. Tal es el caso de la "frase "cerca de" o alguna otra similar las cuáles deberán eliminarse.*
- *No se precisa la materia sobre la cual se solicita protección. Cómo se explicará en el punto 4), la presente solicitud ~~no~~ posee unidad de invención, por lo que no está definida la materia sobre la cual se solicita protección.*

Por lo anterior, el capítulo reivindicatorio no cumple con el requisito de definición, claridad, concisión o sustento por la descripción de acuerdo al art. 30 de la Decisión 486 y/o art. 22 Tratado PCT.

5. Unidad de invención (Artículo 25 D. 486)

La presente solicitud no tiene unidad de invención, dado que contempla diferentes conceptos inventivos relacionados así:

- *Reivindicación 1 y sus dependientes*
- *Reivindicación 6*

Entre ellos no existe una relación dado que el azúcar de la reivindicación 6 no necesariamente está ligado al proceso de las primeras reivindicaciones y podría ser obtenido por métodos diferentes.

Por lo anterior, se puede concluir que la presente solicitud no cumple con el requisito de unidad de invención.

6. Análisis de la(s) Oposición(es): (Artículo 43 D. 486):

En referencia a la oposición, estas pueden ser tenidas en cuenta y sus argumentos son:

- 6.1. Oposiciones (1) Ingenio Carmelita S. A., (2) Carlos Sarmiento L. & Cía. e Ingenio San Carlos e (3) Ingenio La Cabaña S. A.

Estas 3 oposiciones están presentadas por el mismo apoderado y son exactamente iguales. Sus argumentos técnicos son:

- El proceso reivindicado ya es conocido y emplea técnicas iguales a los procesos tradicionales de azúcar.
- Se relaciona la historia del azúcar.
- Relaciona un método o proceso que según el opositor es tradicional (punto 3.8)
- Relaciona que el proceso descrito corresponde al de la panela. (Punto 3.15)
- Relaciona normas sobre azúcar entera (punto 3.16)
- Relaciona que la presencia de policosanol es bien conocida.

Con referencia a lo anterior se tiene:

- El opositor refiere argumentación que no está sustentada. Si bien señala que el proceso es conocido no lo demuestra.
 - Los apartes de los textos señalados, no muestran el proceso relacionado en las reivindicaciones.
 - Los argumentos referentes a como es el proceso tradicional no están soportados en ningún texto anterior a la fecha de prioridad

- La mayoría de la argumentación que presenta el opositor es jurídica. Estos argumentos son bien conocidos por esta oficina y no aportan nada al estudio técnico de la solicitud.
- La argumentación referida en el punto 3.16 sí está sustentada y demuestra que la reivindicación 6 carece de novedad.
- La argumentación referida en el punto 3.17 no está relacionada con lo contenido en el capítulo reivindicatorio por lo que no puede ser tenida en cuenta.

De todo lo anterior se tiene que de las tres oposiciones relacionadas, solo puede tenerse en cuenta como argumentación técnica válida el numeral 3.16 de cada una de ellas, que evidentemente demuestra que la reivindicación 6 carece de la novedad para que se le conceda el privilegio solicitado.

6.2. Oposición de Manuelita S.A.

Esta oposición señala

- 5 documentos que anticipan lo revelado en el capítulo reivindicatorio en estudio
- Contradicción en las páginas 19 y 20 de la descripción de la solicitud con lo reivindicado pues señalan que los procesos de cristalización son conocidos.
- Lo obvio para un experto en el arte que es la adición de otros nutrientes en etapas del proceso.

Esta oposición se encuentra bien fundamentada y esta oficina coincide totalmente con lo establecido en dicho memorial. Los cinco documentos claramente afectan la novedad y por consiguiente la altura inventiva de la solicitud. También existe una clara contradicción entre lo relacionado por el solicitante en la descripción y en el capítulo reivindicatorio.

6.3. Oposición de Ingenio del Cauca S.A.

Esta oposición señala

- 5 documentos anticipan lo revelado en el capítulo reivindicatorio en estudio

Esta oposición se encuentra bien fundamentada y esta oficina coincide totalmente con lo establecido en los memoriales de la oposición. Los cinco documentos claramente afectan la novedad y por consiguiente la altura inventiva de la solicitud.

7. Determinación del Estado de la Técnica

- La fecha que se ha tenido en cuenta para determinar el estado de la técnica es *1 de diciembre de 2005*
- Teniendo en cuenta la fecha indicada se realizó la búsqueda en el estado de la técnica de documentos relacionados con la solicitud encontrándose los siguientes documentos más relevantes:

Nº	Documento	Título	Fecha de publicación
D1	Norma Jurídica Nicaragua	Fortificación del Azúcar con vitamina A	18.08.1999
D2	US 2217604	Manufacture of cane sugar	13.09.1938
D3	CA 528715	Sugar crystallization	
D4	CA 724614	Crystallization of sugar	28.12.1965
D5	US 4164429	Process and installation for the production of selected crystallization seeds for use in a sugar refinery	14.08.1979
D6	GB 2206293	Manufacture of sugar by crystallisation by cooling	05.01.1989
D7	H. E. Roberts	Sucrose crystals inclusions and structure	02.08.1970
D8	Francisco M.D. Leao	Production of amorphous refined sugar in Brazil	Febrero 1975
D9	Chen James C. P.	Manual del Azúcar de Caña	1999
D10	Powers	Formación de Azúcar amorfo en diferentes condiciones físicas	1980
D11	US 6074489	Process for recrystallizing sugar and product thereof	13.06.2000
D12	Hugot E.	Handbook of cane sugar engineering	1986
D13	Mersmann A.	Crystallization technology handbook	2001

8. Análisis de patentabilidad (Artículo 14 D. 486)

Los primeros diez documentos relacionados (D1 – D10) corresponden a los indicados por los opositores y con los que esta oficina se encuentra de acuerdo.

El documento D11 describe procesos de cristalización de azúcar que señala expresamente lo relacionado por la presente solicitud, así como el azúcar reivindicado en la reivindicación 6.

El documento D12 muestra los conceptos básicos de los procesos de la caña de azúcar, conceptos que enseñan lo que el solicitante desea proteger. Nótese como la anterioridad describe con detalle el proceso en discusión.

El documento D13 señala los principios para la cristalización. Dichos principios son los mismos que se aplican en la cristalización del azúcar y que son el objeto de la presente solicitud.

De lo anterior, la presente solicitud carecería de los requisitos para que se le conceda el privilegio solicitado.

9. Respuesta a los argumentos del solicitante:

El solicitante relaciona varios argumentos:

- Que en el estado del arte no se habla de un proceso de cristalización que permita obtener azúcar a partir de mieles o materiales previamente agotados con bajos contenidos de sacarosa como los de su solicitud.
- Que se propone un nuevo método donde se parte de materiales de bajo contenido de sacarosa.

- Que, en referencia a los argumentos de los primeros opositores, el proceso para producir panela es diferente al del azúcar.
- Que existen dos tipos de cristalización, la espontánea y por semillamiento, donde en la presente solicitud se aplica la primera y no la segunda.
- Que el proceso relacionado es diferente al señalado por los opositores pues se basa en materiales agotados
- Que ningún documento señala el uso de materiales agotados.
- Que el azúcar de la solicitud no se trata del mismo azúcar amorfo que actualmente se comercializa.
- Presenta diferentes estudios relacionados con el azúcar.

En referencia a los argumentos del solicitante se tiene lo siguiente:

- El solicitante debe recordar que el Artículo 30 de la decisión 486 señala que "Las reivindicaciones definirán la materia que se desea proteger mediante la patente" y que según el Artículo 51 "El alcance de la protección conferida por la patente estará determinado por el tenor de las reivindicaciones". Luego lo que no se encuentre allí no se puede considerar para protección.
- No es cierto que la solicitud se base en materiales agotados, previamente agotados o con bajo contenido de sacarosa. Las reivindicaciones no relacionan dicha afirmación ni la descripción tampoco. Aún más, se habla en la descripción que el método se basa en un jarabe que contiene sacarosa con una pureza del 94% y con una concentración de 68% a 74%. Nada indica materiales agotados o previamente agotados o con bajo contenido de sacarosa.
- Esta oficina está de acuerdo con el solicitante en que el proceso de producción de panela es diferente al de cristalización de azúcar. Los argumentos de la oposición no serán tenidos en cuenta.
- Esta oficina está de acuerdo en que existen dos tipos de cristalización, la espontánea y la que se realiza por semillas.
- Nada en la solicitud permite entender que la cristalización es espontánea. Aún más, la presencia de una semilla (semilla -B) lleva a cualquier técnico a entender que se trata de una cristalización por semillamiento.
- Todos los estudios y análisis anexados por el solicitante no sirven para defender su solicitud, toda vez que lo relacionado por los mismos no se encuentra reflejado en las reivindicaciones.

10. Conclusión:

Los requisitos de patentabilidad de la presente solicitud se encuentran afectados así:

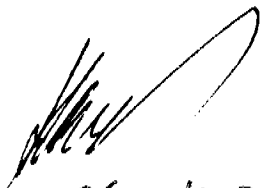
N°	Documento N°	Reivindicaciones afectadas	Requisito afectado
D1	Norma Jurídica Nicaragua	1 -6	Novedad Nivel Inventivo
D2	US 2217604	1 -6	Novedad Nivel Inventivo
D3	CA 528715	1 -6	Novedad Nivel Inventivo
D4	CA 724614	1 -6	Novedad Nivel Inventivo
D5	US 4164429	1 -6	Novedad Nivel Inventivo

534

N°	Documento N°	Indicaciones afectadas	Requisito que afecta
D6	GB 2206293	1 -6	Novedad Nivel Inventivo
D7	H. E. Roberts	1 -6	Novedad Nivel Inventivo
D8	Francisco M.D. Leao	1 -6	Novedad Nivel Inventivo
D9	Chen James C. P.	1 -6	Novedad Nivel Inventivo
D10	Powers	1 -6	Novedad Nivel Inventivo
D11	US 6074489	1 -6	Novedad Nivel Inventivo
D12	Hugot E.	1 -6	Novedad Nivel Inventivo
D13	Mersmann A.	1 -6	Nivel Inventivo

En cumplimiento del artículo 45 de la Decisión 486 de la Comisión de la Comunidad Andina, se le indica que debe dar respuesta dentro del término de SESENTA días contados a partir de la fecha de notificación de la presente comunicación. En caso de no dar respuesta al presente requerimiento, o si a pesar de la respuesta subsistieran los impedimentos para la concesión, se denegará la patente.

Notifíquese el presente oficio conforme a lo dispuesto en el numeral 5.2, literal e), del capítulo quinto del título primero de la Circular Única N° 10 de 2001.


Alix Carmonza Céspedes De Vergel
 Directora de Nuevas Creaciones (C)

Concepto Técnico No. 2533
 Examinador Técnico 202003

29 JUL 2010

El anterior requerimiento fue notificado por fijación en lista, de fecha _____

535



US00074489A

United States Patent
Morano

[11] Patent Number: 6,074,489
[45] Date of Patent: Jun. 13, 2000

U.S. Patent

Jun. 13, 2000

Sheet 1 of 4

6,074,489

[51] PROCESS FOR RECRYSTALLIZING SUGAR AND PRODUCT THEREOF

[75] Inventor: James R. Morano, Somerset, N.J.

[73] Assignee: Chr. Hansen, Inc.

[12] Notice: This patent is subject to a terminal disclaimer

[21] Appl. No. 09/114,203

[22] Filed: Jul. 13, 1998

Related U.S. Application Data

[63] Continuation of application No. 08/913,091, Aug. 29, 1990, Pat. No. 5,729,805, which is a continuation of application No. 08/288,110, Jun. 10, 1994, Pat. No. 5,349,757

[51] Int. Cl. C13D 1/08, C13D 1/12, C13D 1/08, C13D 1/08, C13D 1/08

[52] U.S. Cl. 127/42, 127/2, 127/5, 127/6, 127/7, 127/8, 127/9, 127/10

[58] Field of Search 127/42, 127/2, 127/5, 127/6, 127/7, 127/8, 127/9, 127/10

[56] References Cited

U.S. PATENT DOCUMENTS

3,379,964 10/1947 Schepmeyer et al. 127/14
3,874,206 2/1976 Gillett et al. 99/134
3,914,682 7/1965 Lippens et al. 127/10
3,965,331 1/1968 Miller et al. 127/10
3,986,469 12/1969 Recas 127/10
3,918,095 6/1970 Harding et al. 99/141
3,639,169 2/1972 Broeg et al. 127/29
3,704,137 11/1972 Beck 99/140 R
3,709,731 1/1973 Kingma 127/58
3,816,175 6/1974 Melaj 127/60
3,890,668 4/1975 Miller et al. 127/9
3,929,503 12/1975 Yamachi 127/58
3,912,615 1/1976 Ito et al. 127/58
3,972,725 8/1976 Nicol 127/58
3,983,862 10/1976 Sprick 127/58
3,009,045 2/1977 Petri 127/10

3,989,265 11/1977 Schellinger et al. 127/58
4,062,976 7/1979 Veltman et al. 127/67
4,003,684 12/1981 Pichon et al. 436/417
4,367,257 12/1982 Chen et al. 436/506
4,388,150 6/1983 Chen et al. 436/506
4,423,085 12/1983 Chen et al. 436/506
4,468,490 8/1984 Metzger et al. 436/506
4,600,517 5/1987 Shuk et al. 127/58
4,830,534 4/1989 Sakari et al. 127/58
4,911,101 6/1990 Telen 127/58
5,025,567 5/1991 Patrick et al. 127/58
5,025,571 5/1991 Patrick et al. 514/60
5,026,853 12/1991 Telen 127/58
5,060,953 1/1992 Martin, Jr. et al. 436/506
5,113,800 7/1992 De Gennaro 127/15
5,113,805 8/1992 DuRoss 436/506
5,158,880 10/1992 DuRoss 436/506
5,158,881 5/1996 Hattis et al. 127/58
5,241,777 8/1996 Morano 127/42
5,719,805 7/1998 Morano 127/42

OTHER PUBLICATIONS

Buss, "Buss Extrusion Technology", Pamphlet month/year N/A

Leao, Francisco, "Production of Amorphous Refined Sugar in Brazil", pp. 1246-1255, month/year not avail

Primary Examiner: Mark L. Bell

Assistant Examiner: Patricia L. Hailey

Attorney, Agent, or Firm: Godfrey & Kahn, SC

[57]

ABSTRACT

The invention is a process for recrystallizing sugar. The invention involves admixing a first quantity of a powdered sugar and a second quantity of an *adjuvant*, such as an invert sugar, to provide a sugar blend. The sugar blend has up to about 3 percent moisture. The invention then involves mixing the sugar blend with a high shear extruding means at a temperature between about 220° F. and about 300° F. with a residence time in the extruding means of between about 0.5 second and about 12 seconds. The invention includes the product of a combined phase recrystallized sugar.

21 Claims, 4 Drawing Sheets

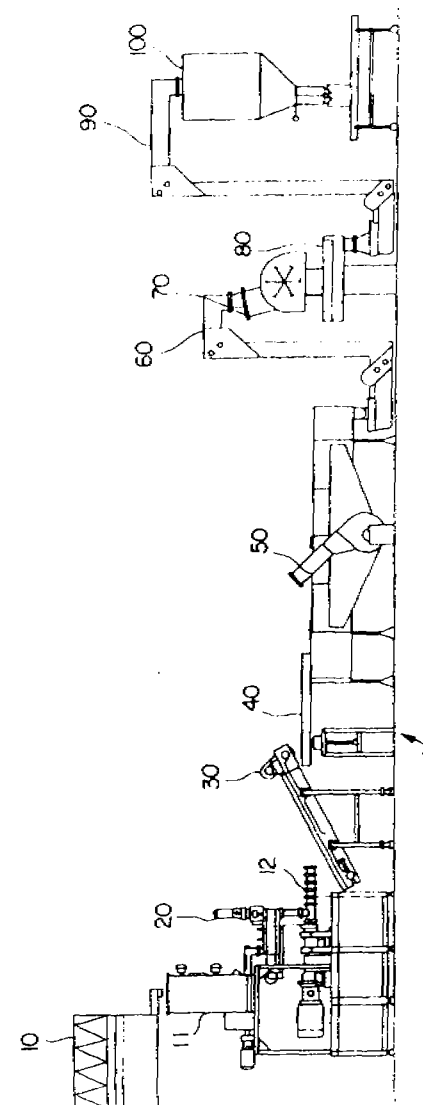
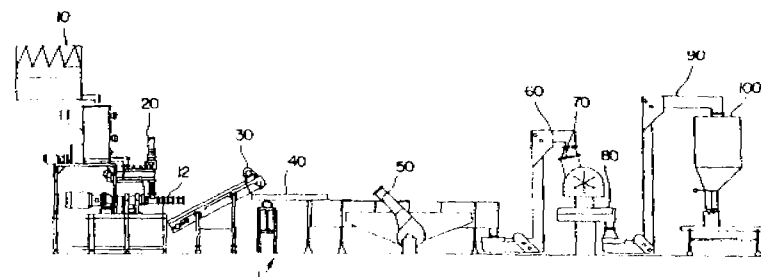


FIG. 1

06-19250

535

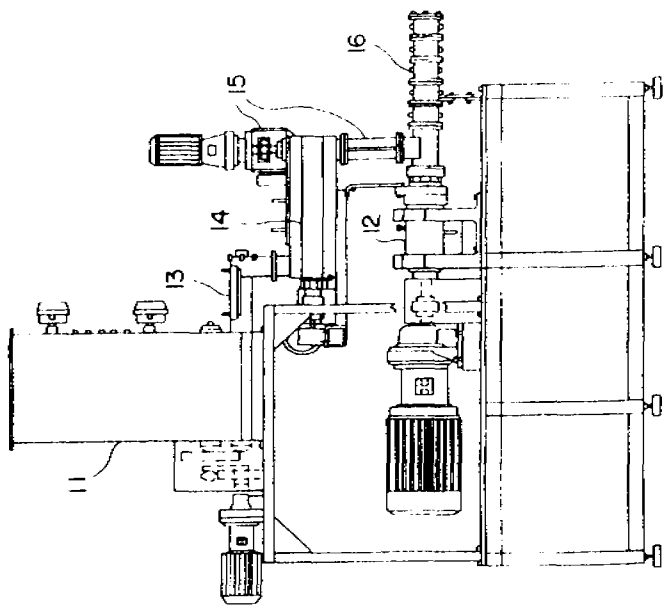


FIG. 2



FIG. 3a

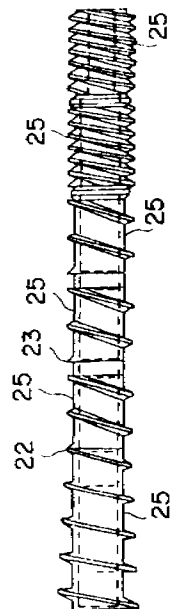


FIG. 3b

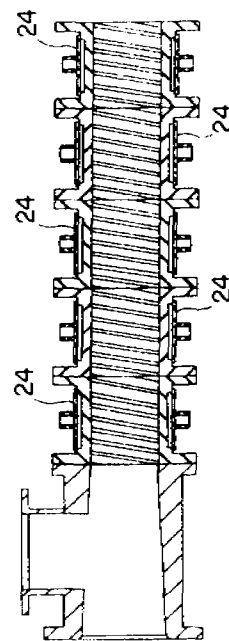


FIG. 3c

PROCESS FOR RECRYSTALLIZING SUGAR AND PRODUCT THEREOF

This application is a continuation of U.S. application Ser. No. 08/703,091 filed on Aug. 26, 1996 and now U.S. Pat. No. 5,779,805, which is a continuation of U.S. application Ser. No. 08/758,410 filed on Jun. 10, 1994, now U.S. Pat. No. 5,549,757.

BACKGROUND OF THE INVENTION

1. Field of the Invention

This invention relates to processes for recrystallizing sugars and products thereof. Specifically, this invention relates to a low moisture process for high shear mixing of powdered sugar and an adjunct such as an invert sugar or molasses and the products thereof.

2. Description of the Background Art

A variety of sucrose crystalline transformation processes are known. These procedures concentrate a sugar syrup by evaporative boiling until the syrup becomes supersaturated. The feed stock sugar syrup is concentrated to an excess of 90 percent solids. Nucleation of crystals is then induced by mechanical means. The initiation of nucleation and the cooling of the supersaturated sugar syrup permits crystallization to proceed very quickly. In order to prevent the formation of a solid mass of sugar crystals, it is necessary to agitate the sugar syrup during crystallization. Agitation is normally achieved by stirring the crystallizing sugar mass with paddles. Such paddles often provide the required nucleation for these transformation processes. Sucrose crystallization is exothermic, because of the positive heat of crystallization, and the liberated heat can be sufficient to evaporate most of the remaining water in the sugar syrup. The resulting "transformed" or crystallized sugar can then be dried to less than 1 percent moisture, milled, and sized in separate operations. The individual grains of transformed sugar are clusters of micronized crystals of sucrose and contain all of the soluble non-sugar solids (i.e., impurities) present in the original syrup.

U.S. Pat. No. 3,365,331 to Miller et al. discloses a sugar process and product. The invention of this patent is a sugar crystalline transformation process for making dry sugar products comprising agglomerates of flulant-size sucrose crystals. Flulant-size sucrose crystals are from 3 to 50 microns. A liquid sucrose feed stock containing 3 to 15 percent by weight soluble nonsucrose solids, based on the solids content of the syrup, is vacuum concentrated to 91 to 97 percent solids and maintained at a temperature of 120° C. to 130° C. so as to avoid premature crystallization. The supersaturated feed sugar syrup is then transformed in a heater-crystallizer device. A heater-crystallizer device is a means for providing a high-intensity combination of impact, turbulence, and shear to nucleate and rapidly crystallize the sugar syrup. The advantages of this heater-crystallizer device are attainable only if a forced and measured co-current air flow is used to, (1) remove the moisture released as water vapor, and (2) cool the product during the impact heating. The paddle velocity at the center of the blade area must be in the range of 50 to 85 feet per second and the air flow must be in the range of 9 to 20 cubic feet of air per pound of sugar solids throughput. The average particle retention time in the heater-crystallizer device is 10 to 60 seconds. The emerging product has a moisture content of 1.5 to 2.5 percent and must be further dried, ground, and sifted.

A disadvantage of the agglomeration processes, such as that of the Miller et al. '331 patent, is the effect of the

humidity level of the forced air flow within the impactor on crystallization efficiency. In hot, humid regions, such as the Louisiana delta, Florida, and other tropical climates, it is almost impossible for a heater-crystallizer device to function properly unless the air is first dried. Such drying is undeniably expensive because of the amount of air flow required in these processes. Also, a significant amount of energy is required to reduce the size of the crystallized sugar mass in the crystallizing zone of the impactor.

U.S. Pat. No. 3,972,725 to Nicol discloses a production of crystalline sugar. A feed sugar syrup in this invention is prepared to the same specifications as those cited in the Miller '331 patent. The hot, supersaturated syrup is subjected to a shear force having a velocity gradient of at least 5000 cm/sec/cm and, preferably, at least 20,000 cm/sec/cm by passing the supersaturated syrup through either a colloid mill or a homogenizer to induce nucleation. The residence time of the feed sugar syrup in this operation is no greater than one second.

U.S. Pat. No. 4,640,717 to Shukla et al. discloses a sugar process. The process of this patent is related to the process of the Nicol '725 patent, but a twin-screw extruder provides shear. The twin-screw extruder provides a progressive nucleation of the feed sugar syrup with an average retention time below 25 seconds for the feed sugar syrup. The nucleated syrup in this process, as well as in the process of the Nicol '725 patent, is immediately discharged before substantial, if any, crystallization has occurred. The nucleated syrup is expelled in a thin layer onto a moving conveyor belt where essentially all of the exothermic crystallization occurs quiescently and without agitation. The crystalline transformation process normally occurs within about five minutes as the product cools and hardens on the conveyor belt. The product is scraped from the conveyor belt and commonly has a moisture content of about 4 percent by weight. The transformed sugar crystals must be further dried, particulated, and screened.

A disadvantage of transformation procedures, such as the Nicol '725 and the Shukla et al. '717, is that the crystallization step must occur "quiescently." This disadvantage does not allow for the use of agitation, which is often a desired procedure in the development of very fine crystals at a rapid rate. In addition, if the nucleated syrup discharged onto the conveyor belt cools too fast, a substantial portion of the syrup can be transformed into an amorphous "sugar glass" with a relatively higher moisture content than the normal desired crystals.

A disadvantage of sugar crystalline transformation processes is the stochastic or random nature of nucleation. Consequently, the control of crystallization in these processes is considered more of an art than a science. These processes are difficult to maintain in equilibrium during continuous production of crystallized sugar.

Another disadvantage with sugar transformation processes is the common requirement for further drying of the crystallized product. Such "post-crystallization drying" is expensive because of the cost of the necessary capital equipment and the use of energy.

Known sugar transformation processes provide unsatisfactory results with the presence of small amounts of foreign matter, including dust particles, entrapped air, or crystals from localized cooling. These conditions can lead to premature nucleation. If a supersaturated syrup is high in soluble impurities, only a few crystals are induced, which then grow to be relatively large in size. When such a feed sugar syrup is introduced into a shearing apparatus, such as

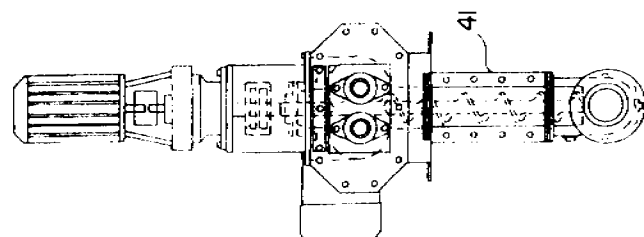


FIG. 4b

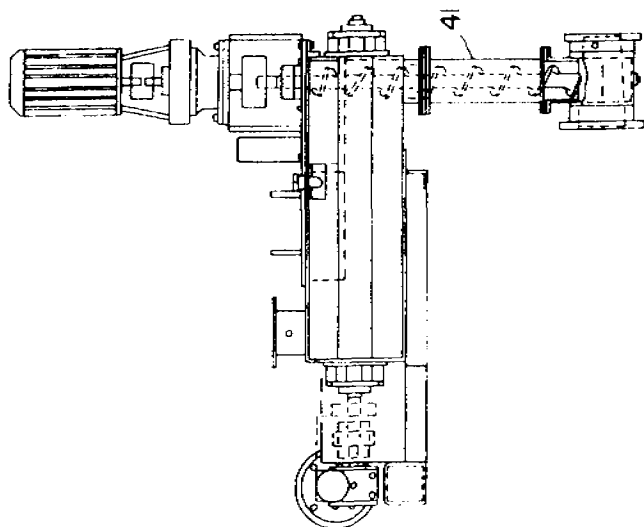


FIG. 4a

537

5/41

an impactor or a colloid mill, the rate of crystallization is slowed. This condition results in the formation of large, relatively wet crystals.

SUMMARY OF THE INVENTION

The invention is a process for recrystallizing sugar. The invention involves admixing a first quantity of a powdered sugar and a second quantity of an adjunct. The adjunct is, desirably, an invert sugar. The admixing of the sugar and adjunct provides a sugar blend. The sugar blend has up to about 3 percent moisture. The invention then involves mixing the sugar blend with a high shear extruding means at a temperature between about 220° F. and about 300° F. with a residence time in the extruding means of between about 0.5 and about 12 seconds.

The invention is an improved process for manufacturing sugar products containing aggregates of fondant-size sucrose crystals. The process can be applied to a large variety of sucrose-containing solids or liquids and can manufacture a large variety of sugar containing products at low to intermediate production volumes with minimal equipment changeover requirements.

The products of the invention are granular, free-flowing, and non-caking. Additionally, the products are readily dispersed and/or dissolved in water.

DESCRIPTION OF THE DRAWINGS

FIG. 1 illustrates a system plan view for performing the preferred embodiment of the process of the invention.

FIG. 2 illustrates the preferred cooker-extruder system for the process of the invention.

FIGS. 3a, 3b, and 3c illustrate a cross sectional view of the extruder barrel of the cooker-extruder system of FIG. 2.

FIG. 4a and 4b illustrate a perpendicular force feeder for the cooker-extruder system of FIG. 2.

DESCRIPTION OF THE INVENTION

The process of the invention prepares a quantity of a powdered crystalline sugar containing up to about 3 percent moisture on a total weight basis and up to about 15 percent soluble nonsucrose solids on a dry weight basis. The minimum amount of moisture required by this process is dependent on the physical and chemical properties of the sugar, but the moisture concentration is generally greater than 0.75 percent and, most commonly, greater than 1 percent. The concentration of soluble nonsucrose solids can be zero. A desirable embodiment of the invention provides dry, agglomerated, fondant sugars, that are desirable for the confectionery industry, from a feed sugar that is substantially free of soluble nonsucrose solids. The crystalline sugar, that is most desirable for use with this invention, is refined white sugar. Suitable white sugar can be from either sugar cane or sugar beets. Refined crystalline sugar is essentially pure sucrose and has a composition of at least about 99.8 percent sucrose with about 0.04 percent moisture and about 0.02 percent ash. This granulated sugar is a fungible article of commerce and the form of sugar most commonly used by consumers and industry.

A crystalline sugar for use with this invention must be of a suitable particle size. Granulated sugar, for example, is milled to a powder wherein at least about 80 percent of the granules pass through a 200 mesh screen, at least about 70 percent pass through a 150 mesh screen, and at least about 85 percent pass through a 100 mesh screen. More preferably, the crystalline sugar is ground such that at least 92 percent

of the granules pass through a 200 mesh screen. Most preferably, and as a critical requirement when preparing dry fondant aggregates by the present invention, at least about 99 percent of the granules pass through a 325 mesh screen. The particle size distributions described above are weight percentages.

A desirable embodiment of the invention feeds the powdered crystalline sugar described above to a ribbon blender. A desired concentration of moisture is then added by blending. Moisture can be added as water or, preferably, as a syrup or aqueous solution of edible solids. The syrup or aqueous solution of edible solids is, desirably, saturated at ambient temperature. The soluble nonsucrose solids can be added as all or any portion of the soluble solids of a syrup. The amount of moisture in the finished admixture is up to about 3 percent, preferably, up to about 2.75 percent, and, most preferably, up to about 2.5 percent. The level of soluble nonsucrose solids based on the total solids content of the final admixture is up to about 15 percent, preferably, up to about 12 percent, and, most preferably, up to about 10 percent.

The moisture-containing component, of liquid syrup, or aqueous solution of edible solids admixed with the sugar can include a member selected from the group consisting of sucrose, invert syrup, whole sugar cane juice or concentrate, sugar beet juice, concentrate, refiners syrup, molasses, and mixtures of these. Also, the liquid syrup or aqueous solution of edible solids can be a starch conversion product, such as a member selected from the group consisting of maltodextrins, regular corn syrups, high fructose corn syrups, dextrose, fructose, and mixtures of these. Polyols such as glycerine, xylitol, mannose, sorbitol, mannitol, as well as hydrogenated starch conversion products can be employed as a moisture-containing component. Other moisture-containing components can be various natural syrups not of sugar cane or sugar beet origin such as honey, maple syrup, malt extract, sweet sorghum syrup, fruit juice concentrates, and the like. Other simple and complex soluble carbohydrates such as lactose, maltose, trehalose, and polydextrose can be used. Blends of two or more of these moisture-containing components can be employed in the invention.

Other additives can be included in the sugar blend to add a taste, a color, a medicinal activity, or a functional food value. Examples of such additives include: natural and artificial flavors, such as botanical flavor extractives; high-intensity natural and artificial sweeteners, such as aspartame, glycyrrhizin, stevioside, saccharin, acesulfame K, and cyclamate; natural and artificial colors; vitamins and pharmaceutical preparations; and various functional food ingredients such as gums and hydrocolloids.

Other crystalline sucrose materials or "substrates" can be substituted in whole or in part for refined, white, granulated sugar. Optionally, some or all of the soluble nonsucrose solids and/or moisture content of the sugar blend can be derived from impure or less refined sugars. For example, the crystallized solids prepared from whole sugar cane or sugar beet juice, that has been concentrated nearly to dryness, can be used in the invention. These crystallized solids contain all of the soluble components of the original sugar cane juice or sugar beet juice and are known as "Concrete Sugars" or, as "noncentrifugal or undrained sugars." These products are commercially available under various names, depending on the country of origin. For example, "aracado" is from Brazil, "guê" is from India, "panocha" and "raspadura" are from Central America. Direct consumption centrifugal sugars contain relatively modest amounts of impurities and are well

suitable for use in this invention. In the United States, these products are known as "edible washed raws" and "plantation granulated sugars" and are off white or yellow in color. Examples include commodities known as "tuhirado" and "demerara" in the United States. Various impure sugars produced within refinery operations can also be employed in the invention. Examples include soft brown sugars and painted brown sugars. These brown sugars are made by boiling and coating procedures, respectively. Refinery brown sugars are significantly higher in nonsucrose impurities than plantation direct consumption sugars.

Also, various crystallized sucrose products, which are not from sugar cane or sugar beets, are useful in the invention. Examples include crystallized maple sugar and sucrose crystallized from the juice of the sweet sorghum plant.

An impure sugar that contains in excess of 3.0 percent moisture or greater than 15 percent nonsucrose solids on a dry weight basis can be suitable for use with this invention. Such a sugar can be blended with either a refined or less impure granulated sugar to provide a combined sugar that meets the requirements of this invention. The nonsucrose solids fraction can be blended with the crystalline sucrose substrate either prior to or after a grinding or milling step. Examples of nonsucrose soluble solids in dry form for use with the invention include a member selected from the group consisting of corn syrup solids, granular sorbitol, dehydrated malt extract, maltose, powder, honey or fruit juice concentrates spray dried in combination with a maltodextrin carrier, and combinations of these.

The process of the invention involves blending or admixing an appropriately powdered crystalline sugar with water or a water-containing component or adjunct to provide a sugar blend. The sugar blend has up to about 3 percent moisture. Desirably, the water-containing component is an invert sugar or molasses. The process then involves mixing the sugar blend with sufficient shear and at a sufficient temperature to establish a combined liquid phase and solid phase of the sugar blend. Desirable extruding means impart a high shear at a temperature between about 220° F. and about 300° F. Desirably, the mixing is performed by a cooker-extruder.

The fondant sugar, adjunct, and any additives must be selected such that they do not degrade at the operating temperature of the extruder means. In particular, sugars must have a glass transition point above the operating temperature. For example, maltose and maltodextrins form an amorphous state below 300° F. and do not recrystallize. However, maltose and maltodextrins can be used as adjuncts that are uniformly dispersed into a fondant sugar via the recrystallization process of this invention. Desirable fondant sugars have a glass transition point above the operating temperature of the extruding means. This temperature is desirably above 225° F. and preferably above 300° F.

The sugar blend, desirably, has a residence time in the extruding means of between about 0.5 and about 12 seconds. The residence time can be as low as 0.5 second when the extruding means is a single-screw cooker-extruder. The residence time can vary depending upon the screw-shaft diameter. For example, at the same revolutions per minute, a small diameter shaft provides a slower throughput or longer residence time than does a large diameter shaft.

The sugar blend must be fed to the extruding means with a continuous positive pressure. A failure to provide a continuous positive pressure permits the sugar blend to clog and back up the feed port to the extruding means. Various positive pressure feeding means, such as conveyor screws, can be used.

The extruding means for most commercial applications of the invention is a cooker-extruder. However, a jacketed "Littleford" mixer can be used to mechanically fluidize a sugar blend. This mixer has a shaft with plow blades on a cylinder. The plow blades rotate at a high speed, but pressure within the cylinder is not elevated as in an extruder. A high shear is created by the mixer. The jacketed cylinder heats the sugar blend and, also, cools the sugar blend before it exits the mixer in order to flash-off moisture or spontaneously dehydrate the sheared sugar blend. A vacuum hand dryer is suitable for this function and can, also, be used to enhance the spontaneous dehydration procedure with a cooker-extruder.

The admixing procedure is accomplished in the preferred embodiment of the invention by charging a quantity of the appropriately powdered crystalline sucrose to a suitable mixing means, such as a ribbon blender. If moisture is to be incorporated into the powdered crystalline sucrose, it can be added as potable water, an aqueous solution, or a saturated syrup. When all of the desired nonsucrose solids are already present within, or by way of prior addition to, the powdered crystalline sucrose, only water need be added to the sugar blend. However, the direct addition of water to the sugar blend can be undesirable because it dissolves some of the original powdered crystalline sucrose. Therefore, the most preferred procedure is to add the required amount of water as a saturated syrup.

When moisture is added to the sugar blend as part of an aqueous liquid, the aqueous liquid can simply be poured onto the powdered crystalline sucrose and blended for about 5 to about 15 minutes, or until a substantially uniform mixture is achieved. Upon mixing, the aqueous liquid gradually forms clusters or "syrup balls" by causing the powdered crystalline sucrose particles to adhere to the surface of the aqueous liquid. The final sugar blend is often discontinuous in its physical appearance. To improve the flow characteristics and physical continuity of the feed of sugar blend, the aqueous liquid can be sprayed or atomized into the powdered crystalline sucrose with agitation. The aqueous liquid is thereby incorporated in the form of fine droplets or a mist. This procedure for adding moisture results in the generation of a large number of miniature aggregates as the powdered crystalline sucrose substrate adheres to the substantially enhanced surfaced area of the syrup or other aqueous liquid.

The temperature of the aqueous liquid during a spraying procedure is not critical. However, it is desirable for the temperature to be room temperature or at least 50° F. Otherwise, the viscosity of the aqueous liquid can be too great for convenient handling and atomizing purposes. Also, a maximum desirable temperature is up to about 160° F. Above this temperature moisture can be lost during the spraying procedure. The temperature of the moisture-containing liquid, preferably, is up to about 150° F. and, most preferably, is in the range of about 95° F. to 125° F.

The finished admixture or sugar blend is an aggregate of the powdered crystalline sugar and has a temperature at or only slightly above ambient conditions. The sugar blend is, therefore, stable and can be stored for an extended time before further processing. The holding time for the sugar blend is typically about 30 minutes to about 150 minutes. This condition is in contrast to the hot, supersaturated syrup feed of the background art transformation processes, which is held at 250° F. and subsequently incurs significant sugar degradation within a relatively short time.

The invention includes a "combined phase recrystallization process." This process provides a thermoreversible

542

phase change by effecting the partial dissolution, uniformization, and recrystallization of the powdered crystalline sugar feed or "sugar blend". The process employs an extruding means. The extruding means provides a controlled combination of temperature, shear, and pressure differential to (1) effect an intermediate and temporary increase in liquid to solid ratio of the sugar blend with a very uniform mixture, and (2) provide the conditions for a spontaneous recrystallization and rapid dehydration. The preferred apparatus or extruder means for the process is a continuous cooker-extruder such as that manufactured by Fette-Technik, of Sabotia, Kans.

FIG. 1 illustrates a system 1 for performing the preferred embodiment of the process of this invention. A mixing means 10 admixes the components of the sugar blend. The mixing means 10 is desirably a ribbon blender. The sugar blend is fed from the mixing means 10 to an extruding means 20. The product of the invention exits the extruding means 20 onto a first conveying means 30 and is transported to a spreader means 40. From the spreader means 40, the product travels through a cooling means 50 to a second conveying means 60. The second conveying means 60 transports the product to a milling means 70 and then a sifting means 80. A third conveyor means 90 transports the product from the sifting means 90 to the packaging means 100.

The operation of the system 1 is best understood by describing the preferred embodiment of the invention. A sugar blend is formed by admixing one gallon or 11.745 pounds of brown sugar molasses to each 100 pounds of powdered sugar. The powdered sugar is granulated white, extruded sugar milled so that at least 99 percent passes through a 325 mesh screen and charged to a ribbon blender. A mixture of molasses and/or refinery sugar cane molasses and syrups is separately prepared to provide the final desired color and flavor of a light brown sugar. This "brown sugar molasses" blend is heated to 180° F. and atomized into the powdered sugar with agitation. The combined sugar blend is then mixed for an additional 5 minutes. The final powdered crystalline sugar feed or "sugar blend" contains 2.3 percent moisture on a wet weight basis and has a sucrose purity content of 94 percent on a dry weight basis and is charged to a holding bin 11 of the extruding means 20. The preferred extruding means is a cooker-extruder 12.

The sugar blend has a relatively low percentage of liquid phase to a comparatively large percentage of solid phase. The solid phase, itself, has a tremendously high total surface area because of its fine granule size. This discontinuous mass of syrup clusters and powdered sugar is transformed into a unified, dry composition of free-flowing, brown sugar, microcrystalline agglomerates.

The solubility of sugar at a given moisture content increases with temperature. Therefore, as the temperature of the feed mass or sugar blend is elevated, sugars are solubilized and the liquid phase to solid phase ratio increases. The temperature of the feed mass is commonly increased in the extruding means to a point at which about 33 percent of the original wet weight composition is in the liquid phase. This concentration of syrup, with adequate shearing conditions, is more than sufficient to allow the feed mass to reach physical uniformity in the extruding means. This elevated temperature not only reduces the viscosity of the high solids liquid, but also applies a uniform coating of the liquid phase syrup over the surface of the equally hot, solid phase. An instantaneous decompression or decrease in pressure occurs as the hot, uniformly dispersed, extruded mass exits the extruding means. The hot, extruded mass releases or "flashes-off"

moisture as it exits the extruding means. This dehydration or drying process is accompanied by a corresponding decrease in temperature due to evaporative cooling and a recrystallization of the supersaturated syrup solids.

FIG. 2 illustrates the preferred extruding means 12 for use with this invention. A sugar feed composition or sugar blend is held in a "live bottom, surge bin" or holding bin 11. A horizontal screw feeder 13 removes the feed product from the holding bin 11 and, desirably, conveys it to a conditioning chamber 14. The conditioning chamber 14 transfers the sugar blend to a vertical feed screw 15. The vertical feed screw 15 forces the sugar blend into the extrusion section 16 of the extruder means 12. The extrusion means 12 of this embodiment is a cooker-extruder.

FIGS. 3a, 3b, and 3c illustrate a cross-sectional view of the preferred extruding means 12. A desirable extruding means 12 can be a continuous cooker-extruder with one or two rotating screw shaft elements. A single screw-extruder is preferred over a twin screw extruder because of its significantly lower capital cost without any discernible processing drawbacks. As depicted in FIG. 3a, the extrusion section of a single-screw unit is driven by a central longitudinal shaft 21 onto which screw segments 22 and steam locks 23 are affixed. The screws 22 and steamlocks 23 are arranged to provide a progressively tighter pitch and greater resistance from the inlet zone to the outlet zone. This arrangement results in the development of a continually increasing pressure gradient; the barrel segments 24 are consecutively affixed onto the extruder housing and are jacketed to receive either steam or cooling water. These jacketed barrels assist in the development and control of a continually increasing temperature gradient. Each screw segment 25 is positioned within a corresponding barrel segment 24 to make up a designated zone. The screw shaft 21 revolves at variable speeds within the barrel to establish the required shearing conditions.

The cooker-extruder shown in FIGS. 2 and 3 is a single-screw extruder having six zones. Each zone is provided with a separate double jacket. The first zone from the extruder means 12 is the inlet zone and the last zone is the discharge zone. The jackets of zones two and three of the extruder means 12 are water cooled, whereas the jackets of the last three zones are heated to specified temperatures. The inlet zone contains a wide flight tapered screw designed to direct the feed mass into the barrel housing. Zones two, three, and four desirably have screws with intermediate flight spacings intended to convey and compress the mass. Zones five and six are equipped with "tight flight" screws. The tight flight screws work and compress the mass. The discharge zone includes an exit die head. The exit die head contains multiple hole outlets to release the extruded mass to the atmosphere.

The powdered crystalline sugar feed or sugar blend is charged to the inlet zone of the extruder means 12. Due to the extremely high total surface area and low moisture content of the sugar blend, particle-to-particle friction caused by the mechanical shear of the rotating screw shaft 21 generates sufficient heat to rapidly increase the temperature of the mass in the extruder barrel. If the sugar mass is heated up too quickly, various feed-flow problems, including the possibility of material blow-back, can occur.

FIGS. 2 and 3 illustrate that zones two and three are water-cooled jackets that decrease the rate of temperature rise of the sugar mass and prevent the above-described problems. Even with these water-cooled jackets, the temperature of the sugar mass in zones two and three is generally about 140° F. and about 180° F., respectively. The

material in zone two is further compounded in the form of a tacky or sticky powder and advanced to zone three. In zone three, as the temperature of the sugar mass is increased from friction within the extruder barrel, the sugar mass develops a heavy, dough-like consistency which is kneaded and conveyed to zone four. In zone four, the material is compressed and cooked to a fluid paste of uniform composition. Zones four, five, and six have steam-heated jackets that rapidly dissolve the solid phase and, correspondingly, increase the amount of liquid phase. The temperatures of zones four and five are usually controlled so as to be at about 90 percent and about 95 percent, respectively, of the temperature in the zone six outlet. The product in zones five and six is in the form of a mass which has been brought to a temperature and pressure such that, upon discharge from the exit die head, an explosive decompression occurs. The decompression, subsequently, causes the desired spontaneous recrystallization and rapid dehydration of the extruded sugar product.

The characteristics of the mass or "extruded sugar product" at the exit die head is an important aspect of the present invention. This mass or "extruded sugar product" is a continuous phase of high-solids syrup into which a large number of undissolved sugar microcrystals are uniformly dispersed. At the discharge point of the cooker-extruder, the mass or "extruded sugar product" still contains at least 40 percent by weight, and, preferably, 50 percent by weight, of sugar microcrystals. Typically, and most preferably, this extrudate contains greater than 60 percent by weight in sugar microcrystals. This fact is significant because it illustrates that a substantial portion of the original pulverized crystalline sucrose substrate is passed through the extrusion system in its original form and that nucleation does not occur, and indeed is not even necessary, by this process.

The temperature and pressure of the mass or "extruded sugar product" at the exit die head is controlled such that, upon its discharge, the associated explosive decompression and exothermic recrystallization combine to cause a sufficient "flashing-off" and evaporation of water so as to result in a final sugar product having a moisture content of 0.7 percent or less. The desired temperature and pressure at discharge depend on the moisture and non-sucrose solids composition of the sugar blend that is fed into the extruding means. The temperature of the sugar product at discharge is between 220° F. and about 300° F., preferably between 235° F. and 285° F., and most preferably between 250° F. and 270° F. The pressure developed at discharge is about 20 to 1,200 pounds per square inch (psi), preferably 100 to 1,000 psi, and most preferably 200 to 800 psi. The screw shaft speed is operated at a constant revolutions per minute (RPM) which depends on the particular processing characteristics of each feed sugar composition. In most cases, the shaft speed is set towards the upper end of the operational limit for that extruding means so as to obtain the maximum product throughput. The operating shaft speed of the preferred extruding means is 100 to 500 RPM, preferably 250 to 450 RPM, and most preferably 320 to 420 RPM. The effective shaft length to outside diameter ratio for the preferred cooker-extruder must be great enough to allow for ample temperature and pressure development of the sugar mass in the extruder barrel. The length to diameter ratio in the preferred extruding means must be at least 6.5, preferably at least 8.0, and most preferably greater than 9.5. Under the above conditions, and depending on the size of the extruding means, one pound of product has a residence time in the extruder barrel of less than 12 seconds, preferably less than three seconds, and most preferably, less than one second.

FIG. 4 illustrates a perpendicular force feeder for use in the preferred embodiment. The preferred force feeder 41 is a vertical force feed screw. Extrusion cooking of microcrystals is well known and is practiced on large commercial scales in countries throughout the world. However, the feed preparation normally involves mixing starchy and/or proteinaceous raw materials with water and relatively lesser amounts of aesthetic or functional ingredients. These grain and cereal flour-based feed materials are gravity fed into the inlet zone of an extruder.

The hygroscopic nature of the powdered crystalline sugar feed used in this invention permits quick conversion into a tacky or sticky powder. The tacky or sticky powder accumulates up and bridges over in the inlet zone of the extruding means. The inlet is thereby obstructed and the feed sugar backs up through the system. The invention uses a positive pressure feeding means such as a ramming piston or stuffing screw to avoid this problem. A vertical force feed screw is preferred.

The process of the preferred embodiment is a batch or ribbon blender to continuous or cooker-extruder procedure. This arrangement is the preferred mode of the invention because it produces a wide variety of different sucrose-based and other sugar products while affording minimal cleanup time and equipment changeover requirements for different compositions.

A conditioning chamber is desirable for long processing runs of a single composition. The preferred conditioning chamber includes a dual shaft paddle mixer where each shaft is equipped with 48 adjustable paddles. The adjustable paddles mix the product and direct its flow. Optionally, the powdered crystalline sugar substrate can be fed directly from a pulverizing or milling means into the conditioning chamber via a live bottom surge bin. A second feed stream of the aqueous liquid can be proportionately metered and atomized into the conditioning chamber. The conditioning chamber mixes the ingredients and conveys the sugar blend to the vertical force feed screw.

The hot, pressured mass or "extruded sugar product" exits the die head holes of the extruder means in the form of multiple continuous ropes. The holes in the die head are desirably about 1/16 inch in size. The number of holes in the die head depends on such factors as the sugar feed composition, production throughput, and the desired back pressure.

The hot, pressured mass or "extruded sugar product" undergoes an explosive decompression as it exits the die head into atmosphere. Most of the water contained in the original feed sugar blend "flashes-off" at the outlet of the die. This flash-off of water results in the simultaneous expansion of the expelled product strands. This expansion occurs by the instantaneous conversion of compressed liquid water into steam. The total volume expansion is proportional to the pressure difference between the inside of the steam bubble and the surroundings. It is common for the expelled product strands to double in volume due to the effect of water vaporization. Further, this water vapor removes the latent heat of vaporization which is reflected in a sudden cooling of the expanded strands. Within about five seconds after discharge onto the conveyor, the product completes its expansion and the temperature of the mass is reduced by over 100° F.

A substantial solid phase of sugar microcrystals exists throughout the extruder barrel. The mass or "extruded sugar product" is discharged at the exit die head, therefore contains a substantial quantity of internal seed crystals. This continuous presence of internal seed crystals eliminates the necessity for nucleation and serves as the "tutor" for recrystallization of

543

the sugar. As a result of the flashing off or vaporization of moisture at the die head and the associated drying and cooling effects, the expelled, extruded product is very super saturated. Even though there is no agitation following discharge, the combined effect of the internal seed and the violent decompression at the die head of the extruded sugar product causes spontaneous recrystallization. The latent heat of crystallization completes the drying process of the extruded sugar product. The final sugar product is a porous, agglomerated structure of extremely small crystals. The crystals are individually and uniformly coated in the preferred embodiment with the non-sucrose solids content of the original feed sugar. In the case of the embodiment for producing brown sugar described above, the color bodies, ash content, invert sugars, and other organic non-sugars contained in the original molasses and/or molasses syrup blend are evenly dispersed throughout the total surface area of the final product.

The extrudate, upon being discharged from the final zone, is on the conveyor for about 30 to about 60 seconds for cooling. This cooling permits the strands to have sufficient physical and mechanical properties that the strands can be handled. This extruded product is transferred by way of a belt spreader into a forced air cooler for an additional 3 to 5 minutes before it is cooled to about ambient temperature and discharged. It is noteworthy that the forced air cooler requires no heating element and that the air used for cooling does not have to be conditioned for humidity. The extruded product exiting the forced air cooler is a friable solid of open or porous structure having a moisture of less than 0.7 percent, preferably less than 0.5 percent, and most preferably of less than 0.3 percent.

The dry, cool extruded product is transferred to a suitable size reduction apparatus, such as comminuting mill. The resulting finely divided product is discharged and passed into a sifting apparatus where various sized particles can be removed on the basis of sieve size. Coarse particles are returned to the mill. The grinding system is preferably designed to avoid the production of fines. However, when fines are generated, they are recycled to the ribbon blender. The aggregate product which has been sieved and accepted for size is then transferred to the packaging means.

The microcrystalline aggregates produced by the invention have desirable texture and mouth feel when dispersed in water. The products of the present invention, that are intended for use as fondants, are desirably prepared from crystalline sucrose substrates which have been pulverized to such that at least 99 percent pass through a 325 mesh screen. It has been found that such milling of sugar produces many ultrafine crystals having a particle size of below two microns. These ultrafine crystals look very much like broken glass, in that the particles are irregular and have jagged edges. These particles are known to impart an undesirable consistency and cloying sensation to the fondant. An important characteristic of sugar crystals is that the smallest particles, which possess the largest surface area per unit weight, are the first to be dissolved. As a result, in performing this process, the minor amount of water added to the feed sugar is sufficient to dissolve substantially all of the ultrafine saccharide particles having a size of less than five microns. Upon recrystallization, these sugars have a particle size distribution similar to the remaining "fines" or internal seed microcrystals.

Another unexpected discovery is that the sugar aggregates made from the process can be reground to a granulation size wherein up to 98 percent pass through a 100 mesh screen without caking. Specifically, when the soluble non-sucrose

solids content of the feed sugar contains at least 6 percent of a low-dextrose equivalent, commonly 100 DE, maltodextrin, it is believed that upon recrystallization of the mass, the maltodextrin becomes an evenly distributed layer over the entire surface area of the microcrystals. It is further believed that any other non-sucrose solids, which may be present in the formulation, become trapped within this maltodextrin layer. The maltodextrin, because of its non-hygroscopic character, acts as an effective anti-caking aid.

The invention is a process for recrystallizing sugar with out requiring a hot, supersaturated syrup as the feed material. The process thereby eliminates the problems related to inducing nucleation, controlling crystallization, and further avoids the necessity for post crystallization drying of transformed sugars. Another unexpected discovery is that fondant aggregates produced by this process demonstrate improved texture and "mouthfeel" when dispersed in water to form cream centers, icings, and fudge bases. Another unexpected result is that the sugar aggregates of certain embodiments of this invention can be subsequently pulverized without caking.

The following Examples are intended to further illustrate the invention and are not intended to limit the scope of the invention.

EXAMPLE 1

The following is an example of the preferred embodiment of the process and the product of the invention. This example provides a free-flowing, medium brown sugar fondant.

One thousand pounds (1,000 lbs.) of granulated, white, refined sugar is pulverized to an average particle size wherein at least 99 percent passes through a 325 mesh screen in a mechanical impact, air-classifier mill. The granulated, white, refined sugar is charged to a ribbon blender. A molasses/refiners syrup blend is adjusted to 79.5 Spindle Hux (11.715 lbs/gal) and is prepared such that a 1 percent water dilution passes through a 0.65 micron filter and yields an absorbency reading at 560 nanometers of 0.004±0.020. Ten gallons of this brown sugar molasses blend is heated to 120° F. and sprayed as fine droplets into the powdered sugar substrate with agitation. The combined mass is mixed for an additional five minutes. This feed sugar admixture contains 2.3 percent moisture on a wet weight basis and has a sucrose purity level of 94 percent on a dry weight basis.

An Extru-Tech Model E325 single-screw cooker-extruder having six zones is equipped such that zones two, three, and four have intermediate tight convey/compress type screws and zones five and six have tight flight work/pressure screws. The unit has a 9.7 length to diameter ratio. The jacket temperatures for zones four, five, and six are set at 235° F., 250° F., and 265° F., respectively. The shaft speed runs constant at 420 RPM. The remaining zone jackets, or zones two and three, are water cooled.

The feed sugar is charged via a vertical force-feed screw to the inlet or first zone of the cooker-extruder. The average residence time in the extrusion section per pound of product is slightly less than seven seconds. The extrudate is discharged onto a conveyor belt, brought to ambient temperature in a forced air cooler, passed through a knife edge comminuting mill, and screened to the desired particle size distribution. The final product is a free-flowing, medium, brown sugar fondant having a moisture content of 0.22 percent.

EXAMPLES 2 & 3

The following are two examples of desirable alternative embodiments of the invention. The same procedures and

equipment as described for Example 1 are used for these examples. These two examples also provide desirable, free-flowing, dark and light brown sugar fondants.

Example 1 is repeated with the same ingredients except that two different types of molasses/refiners syrup blends at 79.5 Spindle Hux are used. The syrup blend for Example 2 is prepared such that a 1 percent water dilution passes through a 0.65 micron filter and yields an absorbency reading at 560 nanometers of 0.004±0.050. The syrup blend for Example 3 is prepared by the same procedure so as to yield an absorbency reading of 0.005±0.005. The particle size distribution of the powdered sugar substrate for Examples 2 and 3 provide particles wherein 80 to 85 percent pass through a 325 mesh screen and 92 to 95 percent pass through a 200 mesh screen.

Both of these feed sugar admixtures contain 2.3 percent moisture on a wet weight basis. Their sucrose purity levels on a dry weight basis are 93 percent and 95 percent, respectively. The average residence time in the extrusion section per pound of product is six seconds. The final products are free-flowing dark and light brown sugars having moisture contents of 0.28 percent and 0.26 percent, respectively.

These two examples demonstrate that the characteristics of a free-flowing brown sugar can be varied by adjusting the molasses/refiners syrup blend. These examples further demonstrate that suitable free-flowing brown sugars can be prepared from medium fine, rather than fondant quality, powdered sugar substrates.

EXAMPLE 4

The following is an example of an alternative embodiment of the invention. The same procedures and equipment as described for Example 1 are used for this example. This example provides a desirable, free-flowing, dry, honey fondant.

Example 1 is repeated with the same ingredients except that ten gallons of light amber honey, as determined by U.S.D.A. color standards, replaces the ten gallons of molasses/refiners syrup blend. This honey has a solids content of 82.8 percent and a density of 11.838 pounds per gallon (lbs/gal). The feed sugar admixture contains 1.8 percent moisture on a wet weight basis. The final product is a free-flowing, dry, honey fondant having a moisture content of 0.17 percent.

EXAMPLES 5, 6, 7, & 8

The following are examples of the alternative embodiments of the invention. The same procedures and equipment as described for Example 1 are used for these examples. These examples provide a desirable, free-flowing, bakery fondant with an attractive surface gloss.

Dry, agglomerated, white, fondant sugars are extensively used in the bakery industry for the preparation of icing and glaze formulations. Free-flowing bakery fondants are most preferred when they contain a suitable amount of invert sugar (desirably 6 to 8 percent) which imparts an attractive surface gloss or sheen as well as a beneficial resistance to surface cracking or drying.

Example 5 charges one thousand pounds (1,000 lbs.) of fondant-quality powdered sugar substrate, as that described in Example 1, to a ribbon blender. One hundred five pounds (105 lbs.) of a refined, full invert syrup having 76 percent total sugar solids including 72 percent invert sugar and 4 percent sucrose is heated to 120° F. and sprayed as fine

droplets into the powdered sugar substrate with agitation. The feed sugar admixture contains 2.3 percent moisture on a wet weight basis and has an invert sugar level of 740 percent on a dry weight basis. The final product has a moisture content of 0.24 percent. This example provides a preferred, free-flowing, white, bakery fondant.

Examples 6, 7, and 8 use the same procedures and equipment as described for Example 5. Colored and flavored free-flowing bakery fondants are prepared by these examples with the incorporation of natural and/or artificial colors and/or flavors into the admixture. Further, stabilized, free-flowing, bakery fondants can be made by adding selected gums or hydrocolloids to the feed sugar.

Example 6 repeats the procedure of Example 5, but adds a suitable quantity of artificial color to the refined full invert syrup. The color can be selected from many commercially available sources and used according to the supplier's instructions. A colored, free-flowing, bakery fondant with an attractive surface gloss is produced. This product can be used to form a colored icing for baked food products.

Example 7 repeats the procedure of Example 5, but adds a suitable quantity of artificial flavor to the refined full invert syrup. The flavor can be selected from many commercially available sources and used according to the supplier's instructions.

Example 8 repeats the procedure of Example 5, but adds a suitable quantity of activated 250 bloom gelatine to the refined full invert syrup. The gelatine has many commercially available sources and is used according to the supplier's instructions. A stabilized, free-flowing, bakery fondant with an attractive surface gloss is produced.

EXAMPLE 9

The following is an example of an alternative embodiment of the invention. The same procedures and equipment as described for Examples 1 and 5 are used for this example. This example provides a desirable fondant or a confectionery cream.

Dry agglomerated white fondant sugars are extensively used in the confectionery industry for the preparation of cream centers. Free-flowing confectionery fondants are most preferred when their composition is essentially pure sucrose. The product of this example provides a relatively low solids (sucrose) syrup to form a cream center which provides sufficient moisture for subsequent invertase enzyme activity.

Example 5 is repeated with the exception that 75 pounds of refined simple (sucrose) syrup is used. The simple syrup is two-thirds refined sucrose and one-third water. The feed sugar admixture contains 2.3 percent moisture on a wet weight basis and essentially zero impurities (i.e., non-sucrose solids). The final product has a moisture content of 0.14 percent.

This example provides a desirable, free-flowing, white, confectionery fondant containing essentially zero impurities. As with Examples 5 through 8, colored, flavored, and stabilized free-flowing, confectionery fondants can be easily made with the procedure of this example.

EXAMPLE 10

The following is an example of an alternative embodiment of the invention. The same procedures and equipment as described for Examples 1 and 5 are used for this example. This example provides a desirable free-flowing instant fudge base.

The preparation of a free-flowing instant fudge base requires the selection of a powdered sugar substrate that

644

imparts a controlled and characteristic grain or "bite" to the reconstituted fudge formulation. Also, an intermediate invert sugar content is desirable so as to provide sufficient surface reflection and cracking prevention without lowering the viscosity or providing too much "creamy" character to the final instant fudge base.

Example 5 is repeated with the exception that a refined partial invert syrup having 36 percent total sugar solids containing 36 percent invert sugar and about 40 percent sucrose is used. The particle size distribution of the powdered sugar substrate is such that 88 to 92 percent of the particles pass through a 325 mesh screen, and at least 98 percent of the particles pass through a 200 mesh screen. This particle size distribution provides a suitable grain to the finished fudge and is very difficult to control when prepared directly from a hot, supersaturated syrup. The final product has a moisture content of 0.21 percent and contains 3.5 percent invert sugar on a dry solids basis.

EXAMPLE 11

The following is an example of an alternative embodiment of the invention. The same procedures and equipment as described for Example 1 are used for this example. This example provides a desirable excipient for pharmaceutical products.

Directly compressible excipients are used in pharmaceutical tabletting operations as well as for manufacturing other stamp-molded sugar forms such as breath mints and candy pellets. Such excipients are most commonly agglomerated carbohydrate matrices which preferably contain a binding ingredient. They must be free-flowing to rapidly fill a die mold and permit the maximum number of punches per minute in the stamping operation. The agglomerated matrices physically disintegrate and deaerate when compressed. The ultimate particles then flow to fill the die mold shape. The binder subsequently holds the new "macro shape" together.

Sucrose microcrystal aggregates prepared by the process of the invention are excellent direct compression vehicles, especially when crystallized in the presence of binders such as low dextrose equivalents (DE) maltodextrins.

Example 9 is repeated except that the simple syrup is replaced by a formulated syrup which contains one-third water, and 42 percent of 10DE maltodextrin with the remainder of the two-thirds solids being sucrose. The final product has a moisture content of 0.32 percent and contains 3.0 percent of 10DE maltodextrin on a dry solids basis.

EXAMPLE 12

The following is an example of an alternative embodiment of the invention. The same procedures and equipment as described for Example 1 are used for this example. This example provides a desirable tabletting sugar.

Various gums and hydrocolloids function as binders in compressible excipients that can be made by the process of the invention. One thousand pounds (1,000 lbs.) of granulated white refined sugar which has been milled to a particle size distribution such that 80 to 85 percent passes through a 200 mesh screen, 92 to 95 percent passes through a 150 mesh screen, and not less than 98 percent passes through a 100 mesh screen, is charged to a ribbon blender. Forty pounds (40 lbs.) of a 30 percent gum arabic (acacia gum) solution was heated to 150° F. and sprayed as fine droplets into the powdered sugar substrate with agitation.

The feed sugar admixture contains 2.7 percent moisture on a wet weight basis and has a gum arabic content of 1.15

percent on a dry weight basis. The final product has a moisture content of 0.32 percent.

This example provides a medium quality powdered sugar that can be used for the production of free flowing, directly compressible sugars. Other gums and hydrocolloids, such as gelatin, xanthan, locust bean gum, and the like, will also function as binding agents.

EXAMPLES 13, 14, & 15

The following are examples of alternative embodiments of the invention. The same procedures and equipment as described for Example 1 are used for these examples. These examples provide desirable colors and flavors.

Example 13 charges seven hundred thirty-three pounds (733 lbs.) of granulated white refined sugar which has been pulverized in a mechanical impact, air-classifier mill such that 95 to 97 percent passes through a 325 mesh screen, and not greater than 1 percent is retained on a 200 mesh screen, to a ribbon blender. Sixty-seven pounds (67 lbs.) of spray dried 10DE maltodextrin, 0.688 lbs. of FD&C Red #40 dye, and 18.122 lbs. of FD&C Yellow #5 dye are added to the mixer and the combined mass is dry blended for one minute. Twenty and one-half pounds (20.5 lbs.) of water at ambient temperature is atomized into this dry blend with agitation. The combined mass is mixed for an additional five minutes. An orange extrudate containing 2.333 percent total dye on a dry solids basis (dsb) is produced.

Example 14 substitutes the orange formulation of Example 13 with 5.842 lbs. of FD&C Red #40 dye. This example produces a red extrudate containing 0.725 percent total dye dsb.

Example 15 substitutes the colorants in the orange formulation of Example 13 with 14.248 lbs. of FD&C Yellow #5 dye. This example produces a yellow extrudate containing 1.750 percent total dye dsb.

The feed sugar admixtures all contain greater than 2.4 percent, but less than 2.5 percent, moisture on a wet weight basis and have 10DE maltodextrin contents of about 80 percent on a dry weight basis. The respective extrudates are cooled and ground such that 92 to 98 percent passes through a 100 mesh screen (150 micron opening) and produce free flowing, nonhygroscopic, fine flours having moisture contents of about 0.35 percent.

These examples dry blend a crystalline sucrose substrate with nonsucrose solids in dry form. All moisture added to the blend is added as pure water.

These examples also demonstrate the unexpected discovery that products made by the process of the present invention, which contain at least 6 percent of a low DE equivalent maltodextrin, can be reground to a fine granulation without caking. It is believed that the maltodextrin is primarily on the surface of the microcrystals and, thereby, functions as a moisture barrier.

The color dispersion products of these examples are useful in continuous or batch color metering operations and for imparting a tint to dry mixes. For instance, the orange powder of Example 13 is useful as a colorant for carrot cake mixes and, thereby, lends an appealing tint to the flour blend. In a similar fashion, the red powder of Example 14 can be used in strawberry cake mixes. The yellow powder of Example 15 can be used in lemon cake mixes.

EXAMPLE 16

The following is an example of an alternative embodiment of the invention. The same procedures and equipment

as described for Example 1 are used for this example. This example provides a desirable fruit characterizing ingredient.

A powdered sugar substrate of the same quality and amount as used in Example 1 was charged to a ribbon blender. Seventy-four pounds (74 lbs.) of a 72 percent Brix raspberry juice concentrate and 16 pounds of a 50 percent solids color and raspberry flavor emulsion are sequentially added to the powdered sugar substrate with agitation.

The feed sugar admixture contains 2.6 percent moisture on a wet weight basis and has a raspberry juice solids content of 5.0 percent on a dry weight basis. The final product has a moisture content of 0.24 percent.

The product of this example imparts fruit flavor to other food formulations. The product can also be used as a bakery fondant in the preparation of raspberry icings or as a directly compressible excipient for the manufacture of fruit flavored chewable vitamins.

EXAMPLES 17 & 18

The following are examples of alternative embodiments of the invention. The same procedures and equipment as described for Example 1 are used for these examples. These examples provide desirable powdered sports drink mixes.

Example 17 charges one thousand pounds (1,000 lbs.) of granulated, white, refined sugar, which had been milled to a particle size distribution such that 50 to 55 percent passes through a 200 mesh screen, about 70 to 75 percent passes through a 150 mesh screen, and about 85 to 90 percent passes through a 100 mesh screen, to a ribbon blender. Also added to the mixer are 40.5 lbs. of citric acid, 1.4 lbs. of ascorbic acid, 30.2 lbs. of a selected mineral mix, including sodium citrate, potassium chloride, tricalcium phosphate magnesium gluconate, and calcium chloride, and 14.7 lbs. of a spray dried lemon-lime flavor, including gum arabic, 10DE maltodextrin, natural lemon-lime essential oils, and flavorings, FD&C Yellow #5 and Blue #1, clouding agent, and a natural leopold antioxidant. These added ingredients are premilled to the same particle size distribution as the sugar. The combined mass is then dry blended for one minute.

Thirty-three pounds (33 lbs.) of a simple sucrose syrup is heated to 120° F. and sprayed as fine droplets into the dry blend with agitation. The combined mass was mixed for an additional five minutes. This feed sugar admixture contains 1.0 percent moisture on a wet weight basis and has a sucrose purity level of 92 percent on a dry weight basis.

The equipment and procedures of this example are the same as those for Example 1, except that the jacket temperatures for zones four, five, and six are reduced to 200° F., 210° F., and 220° F., respectively. The extrudate has a uniform composition and appearance. The final product is the "cut" that passes through a 1.19 millimeter screen opening (14 mesh), but is retained by a 250 micron screen opening (60 mesh). The product is an instantly soluble, free-flowing agglomerate having a moisture content of 0.43 percent and a representative lemon-lime color and flavor.

Example 18 substitutes the spray dried lemon-lime flavor with a liquid emulsion prepared from the water portion of the simple syrup into which all of the ingredients making up the composition of the spray dried flavor are homogenized. This liquid flavor emulsion can be added to the formulation described in place of the simple syrup.

These examples demonstrate the use of a particle size distribution at the coarse end of the specified range for this invention. It further illustrates the use of a feed sugar

moisture content and an extruder discharge zone temperature which are both at the low ends of their specified ranges. In the presence of the relatively high acid levels common to drink mix formulations, these three range extremes allow feed sugars to be processed without the significant inversion or degradation of sucrose which otherwise damages the physical, compositional, and aesthetic integrity of the final product.

EXAMPLE 19

The following is an example of an alternative embodiment of the invention. The same procedures and equipment as described for Example 1 are used for this example, except for the cooker extruder. This example provides a desirable, powdered, brown sugar.

Example 1 is repeated with the only change being that an Extru Tech Model 1750 single-screw cooker-extruder is used. The average residence time in the extrusion section per pound of product is about one second. A desirable brown sugar is produced. This example illustrates that the average residence time is inversely proportional to the size (screw-shaft diameter) of the cooker-extruder.

EXAMPLE 20

The following is an example of an alternative embodiment of the invention. The same procedures and equipment as described for Examples 1 and 2 are used for this example. This example provides a desirable, powdered, natural sweetener.

Central American panela sugar, which is also known as whole sugar cane juice solids or concrete sugar, having a composition of 88.5 percent sucrose, 4.2 percent reducing (invert) sugars, 1.8 percent ash, 2.7 percent organic nonsugars, and 2.8 percent moisture is pulverized to the same particle size distribution as that provided in Example 2. No other moisture or nonsucrose solids containing ingredients are added to this powdered sugar substrate. The final product has a moisture content of 0.38 percent.

This example provides a specific embodiment of the invention wherein all of the desired soluble nonsugar solids and moisture content are derived from those components already present within an impure crystalline sugar.

EXAMPLE 21

The following is an example of an alternative embodiment of the invention. The same procedures and equipment as described for Examples 1, 3 and 20 are used for this example. This example provides a desirable, powdered, off-white or yellow sugar.

Louisiana demerara crystals, which are also known as plantation granulated or edible raws, having a composition of 95.7 percent sucrose, 1.8 percent reducing sugars, 0.4 percent ash, 0.6 percent organic nonsugars, and 1.5 percent moisture are pulverized to the same particle size distribution as is specified in Example 13. The powdered sugar substrate is processed in the same manner as in Example 20. The final product has a moisture content of 0.16 percent and is a desirable, powdered, brown sugar.

EXAMPLE 22

The following is an example of an alternative embodiment of the invention. The same procedures and equipment as described for Examples 1, 20 and 21 are used for this example. This example provides a desirable, blended, powdered, brown sugar.

19

Brazilian muscovado sugar having a composition of 83.9 percent sucrose, 7.0 percent reducing sugars, 1.3 percent ash, 4.3 percent organic nonsugars, and 3.2 percent moisture is too high in both total nonsucrose solids and water content to be processed in accordance with the present invention. Equal weight quantities of this muscovado sugar and the plantation granulated sugar from Example 20 are blended together to yield a mix containing only 7.6 percent nonsucrose solids and a moisture level of 2.6 percent. From this point, the blend of muscovado and plantation sugars is pulverized and processed in the same manner as Example 20. The final product has a moisture content of 0.29 percent.

I claim:

1. A process for preparing a recrystallized sugar product, comprising:

combining a powdered feed sugar with an adjunct in a mixer, to provide a sugar blend of up to about 3% moisture;

mixing the sugar blend with sufficient high shear, and at a sufficient temperature and positive pressure, to uniformly mix the sugar and the adjunct throughout the sugar blend; and

dispensing the sugar blend from the mixer;

wherein, upon discharge, an explosive decompression occurs, and the dispensed sugar blend rapidly dehydrates and expands to a friable solid.

2. The process of claim 1, further comprising controlling the temperature and pressure of the sugar blend at the dispensing end of the mixer such that, upon discharge, the dispensed sugar blend dehydrates to a friable solid having a moisture content of up to about 0.7 percent.

3. The process of claim 1, wherein the mixing step is performed at a temperature between about 220°-300° F.

4. The process of claim 3, wherein the residence time of the sugar blend in the mixer is about 0.5-1.2 seconds.

5. The process of claim 1, further comprising maintaining the pressure at the dispensing end of the mixer at about 20-1,200 psi.

6. The process of claim 1, further comprising drawing a vacuum at the dispensing end of the mixer to dehydrate the sugar blend.

7. The process of claim 6, wherein the mixing step is performed in a jacketed high shear mixer to mechanically mix the sugar blend, and heat and then cool the sugar blend before dispensing the sugar blend from an end of the mixer.

8. The process of claim 1, wherein the mixing step is performed in a cooker-extruder.

9. The process of claim 1, further comprising, after the combining step, feeding the sugar blend under positive pressure to an extruder for mixing.

10. The method of claim 1, further comprising comminuting the dispensed sugar blend to a finely divided product.

11. The process of claim 1, wherein the powdered feed sugar is sucrose.

12. The process of claim 1, wherein the adjunct is water.

13. The process of claim 1, wherein the adjunct is an aqueous solution of an edible solid.

20

14. The process of claim 13, wherein the adjunct is selected from the group consisting of sucrose, invert syrup, honey, maple syrup, malt extract, sweet sorghum syrup, sugar cane juice concentrate, sugar beet juice concentrate, fruit juice concentrate, cellulose syrup, molasses, and combinations thereof.

15. The process of claim 13, wherein the adjunct is a starch conversion product selected from the group consisting of maltodextrin, regular corn syrup, high fructose corn syrup, dextrose, fructose, and mixtures thereof.

16. The process of claim 13, wherein the adjunct is a polyol selected from the group consisting of glycerine, xylitol, mannose, sorbitol, mannitol, a hydrogenated conversion product, and mixtures thereof.

17. The process of claim 1, further comprising combining the sugar blend with an additive selected from the group consisting of an artificial flavor, artificial color, natural flavor, natural color, botanical flavor extractive, artificial sweetener, pharmaceutical agent, gum, hydrocolloid, and mixtures thereof.

18. The recrystallized sugar product produced by the process of claim 1.

19. A process for recrystallizing sugar, comprising:

combining a powdered feed sugar with an adjunct in a mixer, to provide a sugar blend of up to about 3% moisture;

mixing the sugar blend with sufficient high shear, and at a sufficient temperature and pressure, to mechanically fluidize the sugar blend and uniformly disperse the sugar and the adjunct throughout the sugar blend;

dispensing the sugar blend from the mixer into atmosphere, such that, upon discharge, an explosive decompression of the sugar blend occurs, moisture is rapidly released from the dispensed sugar blend, and the sugar blend explosively expands to a friable solid having a crystallinity different than the powdered feed sugar.

20. The process of claim 19, wherein the dispensed sugar blend undergoes spontaneous recrystallization to provide a sugar product that is porous crystals uniformly coated with a non sucrose solid.

21. A process for providing a recrystallized sugar product, comprising:

combining a powdered sucrose with an adjunct to provide a sucrose blend having up to about 3% moisture;

mixing the sucrose blend with sufficient high shear, and at a sufficient temperature and positive pressure, to uniformly mix the sugar and the adjunct throughout the sucrose blend;

dispensing the sucrose blend from the mixer such that, upon discharge, an explosive decompression occurs, and the dispensed sucrose blend rapidly dehydrates and expands to a friable solid.

* * * * *

5/2/90
GAB

543

HANDBOOK OF CANE SUGAR ENGINEERING

E. HUGOT

*Ingenieur des Arts et Manufactures,
Administrateur Général des Sucreries de Bourbon,
Saint-Denis (Réunion)*

Revised by the author,
with the collaboration of the translator,
and translated by

G.H. JENKINS¹, M.Sc.App.
*University of Queensland (retired),
St. Lucia, Brisbane (Australia)*

THIRD, COMPLETELY REVISED, EDITION



ELSEVIER
AMSTERDAM - OXFORD - NEW YORK - TOKYO
1986

ELSEVIER SCIENCE PUBLISHERS B.V.
Sara Burgerhartstraat 25
P.O. Box 211, 1000 AD Amsterdam, The Netherlands

Distributors for the United States and Canada:

ELSEVIER SCIENCE PUBLISHING COMPANY INC.
52, Vanderbilt Avenue
New York, NY 10017

First edition 1960
Second impression 1964
Second, completely revised, edition 1972
Second impression 1979
Third, completely revised, edition 1986

ISBN 0-444-42438-5 (Vol. 7)
ISBN 0-444-41897-0 (Series)

© Elsevier Science Publishers B.V., 1986

All rights reserved. No part of this publication may be reproduced, stored in a retrieval system, or transmitted in any form or by any means, electronic, mechanical, photocopying, recording, or otherwise, without the prior written permission of the publisher.

Elsevier Science Publishers B.V./Science & Technology Division,
P.O. Box 330, 1000 AH Amsterdam, The Netherlands

Special regulations for readers in the USA - This publication has been registered with the Copyright Clearance Center Inc. (CCC), Salem, Massachusetts. Information can be obtained from the CCC about conditions under which photocopies of parts of this publication may be made in the USA. All other copyright questions, including photocopying outside of the USA, should be referred to the publisher.

Printed in The Netherlands

543

544

The coefficient in this case, however, takes into account only heat losses, as the water for diluting molasses is included in the 1st column; this gives a mean coefficient $k_m = 1.30$:

$$\begin{aligned} k_A &= 1.27 \\ k_B &= 1.32 \\ k_C &= 1.38 \\ k_m &= 1.30 \end{aligned}$$

At Pleystowe, in Australia¹⁵, and in the Philippines¹⁶, the quantities of water, in addition to concentration requirements, have been measured. Table 33.8 gives the figures obtained:

TABLE 33.8

QUANTITY OF WATER TO BE EVAPORATED AT PANS, IN kg/t.c. (lb./t.c.)

	Australia	Philippines
Movement or balancing water	13.7 (30.2)	26.0 (57.5)
Pan washout water	2.9 (6.5)	
Molasses dilution water	11.2 (29.1)	6.5 (14.3)
Wash water at centrifugals	5.5 (12.2)	1.9 (4.2)
Total added water	35.3 (78.0)	34.4 (76.0)
Original water from syrup		49.8 (110.0)
Total water to be evaporated		84.2 (186.0)

The figures for the Philippines correspond to an evaporation 1.7 times the theoretical quantity of water to be evaporated from the syrup. However, the quantities added may show great variations between one country and another, in Taiwan¹⁶, for example, figures have been reported of 1.3 with defecation and 1.6 for carbonation.

We may determine this coefficient k by a calculation similar to that of p. 562 applied to a vacuum pan for the whole period of a strike. The heat lost is obviously very important, on account of the time necessary to effect the necessary heat exchange. It may be estimated at about 20% of the total heat transferred during the strike. The result depends to a great extent on the quantity of water added to the molasses and returned to the pan, expressed as a percentage of the water originally present in the syrup. This varies greatly according to the methods used. In the French sugar factories which we are acquainted with, it should scarcely exceed 10–20%.

In these conditions, we find $k = 1.5$. FCB admits $k_m = 1.52$.

For the individual steam consumption of a vacuum pan, we may take as a mean¹⁷ for the duration of the charge 0.22 t/h of steam per m³ (14 lb./h/cu.ft.) of nominal capacity for A massecuite, or 0.18 (11.5) for C massecuite.

Values generally accepted. Widely diverging figures are given in the technical literature for the steam consumption of vacuum pans:

	Steam consumption (kg/t.c.)	(lb./t.c.)
Copez and Clark ²¹ :	123	275
Palmarin ²² :	125	280
Fletcher and Stewart, vapour at 104°C:	140	314
Jenkins ¹⁶ : 115–170 kg/t.c., mean:	150	336
In Australia ¹⁵ :	160	358
In Brazil:		
ordinary pan:	165	370
pan with circulator:	128	287

Calculation of steam consumption. For each of the three massecuites, we may reckon:

$$\text{Steam consumption} = Q \text{ km kg/h per t.c.} \quad (33.29)$$

Q = kg of massecuite per t.c.h.

$$\begin{aligned} \text{Massecuite A: } k &= 0.275 & \text{Batch operation: } m &= 1.5 \\ \text{Massecuite B: } k &= 0.300 & \text{Continuous operation: } m &= 1.2 \\ \text{Massecuite C: } k &= 0.360 \end{aligned}$$

Example. Assuming A massecuite is boiled in batch operation, and B and C in continuous operation:

$$\begin{aligned} \text{Volume of A massecuite} &= 140 \text{ l/t.c.} & \text{Weight} &= 140 \times 1.47 = 206 \text{ kg/t.c. (460 lb./t.c.)} \\ \text{Volume of B massecuite} &= 54 \text{ l/t.c.} & \text{Weight} &= 54 \times 1.47 = 80 \text{ kg/t.c. (180 lb./t.c.)} \\ \text{Volume of C massecuite} &= 36 \text{ l/t.c.} & \text{Weight} &= 36 \times 1.47 = 53 \text{ kg/t.c. (119 lb./t.c.)} \end{aligned}$$

Steam consumption:

$$\begin{aligned} \text{A strike: } 206 \times 0.275 \times 1.5 &= 85 \text{ kg (190 lb.) steam per t.c.} \\ \text{B strike: } 80 \times 0.300 \times 1.2 &= 29 \text{ kg (65 lb.) steam per t.c.} \\ \text{C strike: } 53 \times 0.360 \times 1.2 &= 23 \text{ kg (50 lb.) steam per t.c.} \\ \hline &= 137 \text{ kg (305 lb.) steam per t.c.} \end{aligned}$$

Steam for agitation. Due to the high density of the massecuite at the end of the charge, it circulates very slowly at that stage and remains almost motionless in certain zones of the pan. Mechanical circulation contributes strongly to improve the situation, but one remedy adopted is admission of live steam into the massecuite by means of a circular perforated pipe at the bottom of the old type of pans, about one-third of the radial width of the calandria, reckoned from the outer wall of the pan, that is, at a distance from the wall of:

$$\frac{1}{3} \left(\frac{\Delta}{2} - \frac{D}{2} \right)$$

548

In South Africa, this agitating steam is given the name of "jigger steam" (perhaps implying steam which makes the massecuite dance a jig). The quantity of additional steam thus consumed may attain 50% of the evaporation produced as a whole in the pan. The coefficient m indicated above can thus extend, for example, from 1.5 to 2.25. For economy, Fives Cail-Babcock, in its continuous pans, uses for such agitation the incondensable gases escaping from the pan.

HEATING SURFACE AND RATIO OF HEATING SURFACE TO VOLUME

A very important factor in the design and performance of vacuum pans is the ratio of their heating surface to their working capacity. We have just seen (p. 598) that this ratio in itself is not sufficient to characterise the evaporative capacity or the speed of a pan; but, for the majority of pans with tube diameters as used at present, it constitutes a dominating factor.

For a convenient expression of this ratio, the working volume is expressed in cubic metres, with heating surface in square metres (in cubic feet and square feet in the British system).

We have then:

$$\frac{S}{V} = \frac{\text{Heating surface of pan}}{\text{Working capacity}} \quad (33.30)$$

A well designed pan should have a definite ratio S/V . However, this ratio should depend:

- On the steam used for heating
- On the massecuite to be handled

(a) **Steam.** Coil pans, utilising steam at pressures between 0.5 and 4 kg/cm² (7 and 60 p.s.i.), generally have a ratio S/V of 3.3–4.9 m²/m³ (1–1.5 sq.ft./cu.ft.), preferably 3.9–4.6 (1.2–1.4).

Calandria pans, utilising exhaust steam at a pressure of 0.5–1 kg/cm² (7–15 p.s.i.), should have a ratio S/V of 4.9–6.6 m²/m³ (1.5–2.0 sq.ft./cu.ft.).

If these pans are intended to use normally bled vapour from effects, at a pressure of 0–0.42 kg/cm² (0–6 p.s.i.), it will be advisable to increase their heating surface so as to raise their ratio S/V to 6.6–7.2 m²/m³ (2–2.2 sq.ft./cu.ft.).

The optimum proportions of heating surface are summarised in Table 33.9.

In other words, the heating surface will be increased all the more according as the steam used is at lower temperature.

TABLE 33.9

Type of H.S.	Steam used	RATIO OF HEATING SURFACE TO VOLUME			
		Steam press.		Optimum S/V ratio	
		(kg/cm ²)	(p.s.i.g.)	(m ² /m ³)	(sq.ft./cu.ft.)
Coils	Live steam	0.5–4	7–60	3.9–4.6	1.2–1.4
Calandria	Exhaust	0.5–1	7–15	4.9–6.6	1.5–2.0
Calandria	Bled vapour	0–0.4	0–6	6.6–7.2	2.0–2.2

(b) **Massecuite.** The influence of the massecuite to be treated is less important than that of the steam. However, it is desirable to take it into account, since the massecuite becomes more viscous as its purity decreases. Now it is necessary to heat a viscous, badly circulating massecuite more carefully and more gently, on account of the risk of caramelisation and formation of false grain. Hence it is desirable to decrease the heating surface and also the steam pressure, when low-grade material is being treated, so that the rate of boiling may be reduced as required by the viscosity of the material.

Table 33.10 gives, for example, suitable figures for different grades of massecuite, using exhaust steam.

TABLE 33.10

OPTIMUM VALUE OF RATIO S/V FOR DIFFERENT STROKES

	Time for stroke (hours)	Ratio S/V	
		(m ² /m ³)	(sq.ft./cu.ft.)
Refined sugars	2	9.8	1
Special white sugars	2½–3	8.2	2.5
Low massecuites	3–4	5.9	1.8
Low-grade massecuites	4–8	4.9	1.5

HEIGHT OF MASSECUIE, CIRCULATION, HEATING SURFACE AND GRAINING VOLUME

It must not be supposed that a desired ratio of heating surface to volume and a certain graining volume can be adopted independently. There are in effect four important factors to which one should strive to give the optimum value when designing a pan of a given capacity:

(a) The maximum height of the massecuite, which should be as small as possible, to avoid re-solution of crystals.

(b) The circulation, which should be as rapid as possible, in order to give rapid working and a good exhaustion.

(c) The graining volume, which should be as small as possible, in order to permit the maximum exhaustion with the minimum volume of massecuite per tonne of cane.

(d) The heating surface required to give the desired ratio S/V . For A and B massecuites, the higher the heating surface, the faster will be the pan; for low-grade pans, where such fast boiling is not required, the greater the heating surface, the lower will be the pressure and temperature of the heating steam required, hence lower heat losses and less colour formation.

It is readily seen that these four factors are contradictory:

(a) If the height of the massecuite is decreased, circulation will be improved, but the graining volume will be increased. Or, if the same graining volume is maintained, the heating surface will be decreased.

(b) If the circulation is to be improved, for a given type of pan, it is often necessary to increase the centre well or the annular space, and thus to decrease the heating surface. The graining volume at the same time is increased. In the same way, increasing the tube diameter would improve the circulation, but at the expense of heating surface, in two ways: firstly,

9/10

546

because, for a given calandria, the heating surface is inversely proportional to tube diameter; secondly (see Tables 33.5 and 33.6), since, when the tube diameter is increased, the diameter of the centre well or the width of the annular space must be increased in order to conserve optimal proportions.

Finally, we see that, for a given type of pan, a given diameter of tubes, and a given circulation space (central or other downtake), a compromise must be reached between height of massecuite, graining volume and heating-surface : volume ratio. It is not possible to do more than choose the optimum compromise for the duty desired.

These dictates of design render it difficult to design a pan having, for example, more than 5.9 m² heating surface per m³ (1.8 sq. ft./cu. ft.) of useful capacity, without exceeding a graining volume of 30%.

Only the adoption of mechanical circulation would render solutions possible which otherwise are absolutely incompatible. In particular, it permits of much greater massecuite heights, of the order of 2.1 m (7 ft.), without serious risk as regards resolution of grain.

CAPACITY OF PANS

The capacity of a vacuum pan is generally measured by the maximum volume of massecuite which it can contain. This maximum level is generally (cf. p. 646) in the middle of the top sight glass; which obviously is a way of saying that the designer places the top sight glass in such a position that its centre coincides with the maximum level which he has fixed.

However, the volume of a pan is only superficially the principal factor in its capacity in terms of tonnes cane per hour. The determining factor is in reality its heating surface, which determines the quantity of water which it can evaporate in the course of the season from the syrups, molasses and massecuite which it will have to handle. Many people reckon the capacity of a factory as regards its pans, according to the heating surface of the latter.

There exists moreover a certain proportion between heating surface and working volume (cf. p. 667). If a comparison is made between various pans, some with coils and some calandrias, and if allowance be made for the fact that some of these are heated with exhaust steam, others by bleed vapour, and if it be assumed that all these pans are correctly proportioned (that is to say, they have the desired heating-surface : volume ratio), it will then be preferable to refer to them in terms of volume, because the heating surface has been modified according to the steam or vapour used for heating. In other words, three pans each of 28 m² (1,000 cu. ft.):

the first a coil pan, using reduced live steam, with heating surface $s = 130 \text{ m}^2$ (1,400 sq. ft.),

the second a calandria pan, using exhaust steam, $s = 165 \text{ m}^2$ (1,800 sq. ft.),

the third a calandria, heated by vapour from the 1st vessel, $s = 185 \text{ m}^2$ (2,000 sq. ft.), will have practically the same working capacity, that is to say, they would boil massecuites of the same category (A, B or C) in the same time.

For this reason it remains logical to reckon pan capacities in terms of volume. It will be of interest to indicate also the heating surface.

We consider that in raw sugar manufacture and for calandria pans, a pan capacity of 1.6

m³ (57 cu. ft.) with a heating surface of $9 - 10 \text{ m}^2/\text{t.c.h.}$ ($100 - 110 \text{ sq. ft./t.c.h.}$) should be provided. The distribution of this will be indicated later (p. 676). With horizontal pans with plate elements of the F.L.C. type, these figures could be very readily reduced to 1.5 m³ (54 cu. ft.) and $9 \text{ m}^2/\text{t.c.h.}$ ($100 \text{ sq. ft./t.c.h.}$). In South Africa and Mauritius²⁰, 1.7 m³/t.c.h. (60 cu. ft./t.c.h.) is generally available as a mean volume.

SUGAR-BOILING PROCEDURES

When concentration of the syrup coming from the evaporators is continued in a vacuum pan, when the massecuite has been "grained" and "built up", and when this massecuite has been subsequently passed to the centrifugals, the sugar remains in the centrifugal basket, and the mother liquor passes through the gauze. The mother liquor so separated is termed the "molasses" from the centrifuged massecuite. The first massecuite obtained from virgin syrup (to which sometimes a certain proportion of first molasses is "boiled in" to the pan) is called A (or first) massecuite, and the mother liquor separated from it in the centrifugals is called A molasses, sometimes first molasses or A syrup.

However, this A molasses still contains a high proportion of crystallisable sugar. It is therefore put aside, and is used, for example, to "build up" further massecuites on a suitable footing. Such a massecuite is then called B or second massecuite, and the mother liquor which is separated from it in the centrifugals is termed B (or second) molasses.

This operation may be repeated several times, but the number of massecuites is soon limited, because:

- (1) The molasses becomes more and more exhausted of sugar
- (2) All the sugar which it contains is not crystallisable, since the non-sugars immobilise a certain proportion of sugar
- (3) The decrease of purity consequent on the removal of sugar, together with the repeated boiling, mixing and centrifuging, give rise to an increase in the viscosity of the successive molasses obtained, rendering the last massecuites very difficult to treat and to keep in circulation in the pans.

The last molasses obtained, which is considered to be practically exhausted, or from which no further recovery is attempted, is termed "final molasses", or in common parlance simply "molasses". It is sent out from the factory to the distillery, where unfortunately it takes with it the considerable proportion of sugar which it still contains; though the attempt to recover this sugar has been given up, it is very far from being negligible in quantity, since it generally constitutes the greatest loss suffered in the manufacture.

The procedure employed in order to attain the desired recovery of sugar is obviously of great importance. Accordingly we shall study the processes generally employed.

Purities. All processes of sugar boiling are based on purity. Indeed, purity is the simplest criterion of exhaustion. Unfortunately, it is not the best: one molasses at 36 apparent purity may be well exhausted; another, at 34, may result from defective work and could have been easily reduced to 32.

546

There are several ways of calculating the purity p . The purity has the value:

$$p = \frac{s}{B} \times 100 \quad (33.31)$$

p = purity

s = sugar % in the material analysed

B = total material in solution, as % of this material.

Now, the quantity of sugar s may be estimated in two ways:

(a) As *sucrose*: for this it is necessary to use the Clerget method of analysis, which is time consuming.

(b) As *polarisation*, for which a single reading in the polariscope is sufficient. Since this method is much simpler and more rapid, it is the one most frequently used. However, on account of the presence of reducing sugars, the rotatory power of which is opposite to that of sucrose (levo-rotary instead of dextro-rotary), the polarisation always gives a figure for sugar content lower than the true quantity of sucrose contained in the solution.

In the same way, the total solids in solution (sugars plus non-sugars) are determined in three different ways:

(a) *Dry substance*, or solids by drying.

(b) *Refractometric dry substance*, obtained by the reading of a refractometer. This figure generally differs only slightly from the true dry substance, but is always higher.

(c) *Gravimetric solids*, or "brix", obtained by the reading of a Brix saccharometer or a hydrometer. This figure differs from the true dry substance in the same direction but more markedly than the refractometric brix, thus giving a figure appreciably higher. Although the use of the refractometer has increased greatly, many sugar countries still use the hydrometer, which means that brix and purity figures are not comparable between the two groups of countries.

According to the analytical methods employed, we thus distinguish:

(a) *True purity*:

$$p = \frac{\text{sucrose}}{\text{dry substance}} \quad (33.32)$$

(b) *Gravity purity*:

$$p = \frac{\text{sucrose}}{\text{brix}} \quad (33.33)$$

(c) *Apparent purity*:

$$p = \frac{\text{pol}}{\text{brix}} \quad (33.34)$$

Certain American countries still conduct factory control on the basis of apparent purities. There is little disadvantage in this for control of the clarification or for that of molasses exhaustion. It is useful, however, to determine the sucrose (Clerget) for materials which influence the sucrose balance to a substantial extent, that is, at least for mixed juice and for final molasses. The question of exhaustion will be discussed in terms of apparent purities, with special comment when the question of Clerget purity is involved for molasses.

An approximate calculation is given by

$$\text{True purity} = 24.5 + 0.785 \times \text{Apparent purity} \quad (33.35)$$

In the discussion which follows we shall assume that all the purities are apparent figures.

The boiling process commences with syrup the purity of which is of the order of 85, and generally finishes in the cane sugar factory with a molasses the apparent purity of which is approximately:

Mediocre exhaustion (or unfavourable conditions):	40
Good exhaustion (or normal conditions):	36
Very good exhaustion (or good conditions):	32
Exceptional exhaustion (or very favourable conditions):	28

(1) Two-massecuite system

This term describes the process of operating in two stages. It is little used except in temperate countries where the syrup purity is very low. It consists (Fig. 33.18) of forming two types of massecuite:

(a) A first massecuite, of purity 75, formed from a footing of straight syrup, with return of high-purity first molasses and, if necessary, lower-purity first molasses (see below)

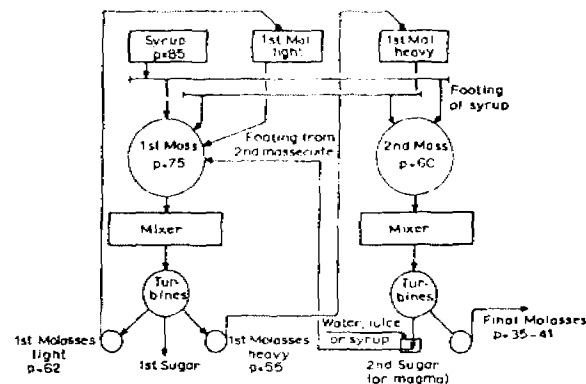


Fig. 33.18. Two-massecuite system.

(b) A second massecuite, of 60 purity, built up on a footing of straight syrup, with return exclusively of lower purity molasses.

At the centrifugals the first massecuite may be treated by double purging, or by single purging with separation of heavy molasses (fugalling without washing) and light molasses of higher purity (corresponding to the period of washing with water and steam during which a certain quantity of sugar dissolved by the water or steam goes out with the molasses).

The purities which should be obtained are indicated in the diagram given (Fig. 33.18), which is self-explanatory. The sugar from the second massecuite may be either despatched as it is, for sale, or made into magma in the mixer below the centrifugals for use as footing for the first massecuites.

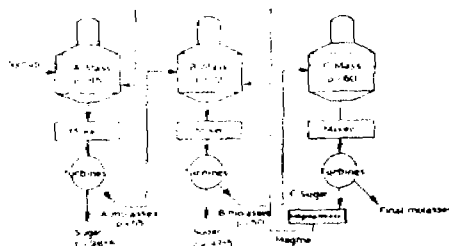


Fig. 33.19. Three-massecuite system

(2) Three-massecuite system (Fig. 33.19)

This is the system most frequently adopted. Three types of massecuite are boiled:

(a) A massecuite of purity 80–85, formed on a footing of C magma and built up, according to the syrup purity, either entirely of straight syrup or on syrup with more or less substantial additions of A molasses near the end of the strike.

(b) B massecuite of purity 68–72, formed on a magma footing and built up entirely of A molasses.

(c) C massecuite of purity 56–60, grained on a blend of syrup and A molasses of purity 72–75, and built up with B molasses, after establishing and growing the grain.

The A and B sugars are despatched for sale, being centrifuged generally with light washing with water. In this case a light-coloured raw sugar is obtained, of polarisation about 98.5 for the A and 97.5 for the B sugar. The amount of washing may be varied according to the quality of sugar required. More often a more thorough washing with steam is used. Generally the rich and poor molasses are not separated, to avoid complicating the operation, since these two molasses differ only slightly according to the degree of washing employed.

The C sugar is pasty (due to adhering molasses); it may be remelted, but the general and most economic method consists of removing it below the low-grade centrifugals with water, juice or syrup. The best solution is perhaps the use of juice, taken from the clear-juice box of the clarifier, stored and cooled in a small unlagged tank.

If there is an excess of C sugar relative to the requirements for A and B footings, it is remelted; but this excess can be avoided by controlling the grain size. For example, it may be planned to produce a C sugar of 0.3 mm, a B sugar of 0.7 and an A sugar of 1 mm. The size of the C grain depends on the quantity of ground-sugar slurry introduced in the graining, and on the fineness of the mixture.

Remelting the C sugar, though it is less economical, has at least the advantage of helping to give a purer A sugar crystal and one of better filterability.

The purity drops are generally of the order of:

- 18–20 points between A massecuite and A molasses
- 21–23 points between B massecuite and B molasses
- 22–30 points between C massecuite and C molasses.

(3) Four-massecuite system

As far as we know, this system is utilised only in a few factories in Hawaii and the Antilles and to a diminishing extent in Australia. The author has used it only in exceptional cases.

Four types of massecuite are boiled¹²:

(a) A massecuite, formed from the straight syrup.

(b) AB massecuite, formed from one-third of syrup and two-thirds of A molasses.

(c) B massecuite, formed from one-quarter of syrup and three-quarters of AB molasses.

(d) C massecuite, formed from one-eighth syrup and seven-eighths of B molasses.

The purities obtained are, according to the mutual control of Queensland factories^{12a} (averages for 1940), as given in Table 33.11.

The sugar from the first three massecuites forms the shipment sugar, with purities of 99.5, 99 and 98, respectively.

This system, like the preceding one, may equally well be used with magma or grained footings.

TABLE 33.11

PURITIES IN 4-MASSECUIE SYSTEM

Massecuite	Brix	Massecuite purity	Mol. purity	Purity drop	Crystal % brix
A	91.8	86.9	68.8	18.1	57.8
AB	92.4	79.4	59.5	19.9	49.1
B	92.9	72.9	55.4	19.5	41.8
C	93.5	61.2	36.8	24.4	38.6

This procedure increases the quantity of molasses reboiled, and consequently tends to increase their viscosity, to an extent which risks losing the benefits obtained from the additional complications of the system.

Double-magma system. In the 3-massecuite process, which is by far the commonest, it is possible to arrange to produce only A sugar, by utilising C sugar, mixed into magma as footing for the B massecuites, and using B sugar again in the form of magma as footing for

452

the A strikes. Even in this case, it may be arranged so that there is no excess of C sugar; but there is unavoidably an excess of B sugar. The neatest way of operating then consists of separating the B centrifugals into two equal groups: one which supplies the sugar to be mixed as magma to serve as footing for the A massecuites, the other furnishing commercial sugar. The latter receives some water wash, while the other half receives no wash.

This system has the advantage that only about 13% of the commercial sugar consists of B sugar, instead of about 27%. It allows of more rapid fugalling of the portion of B sugar which is used as magma, with a better exhaustion since it is not washed; and, contrary to what may be expected, it requires hardly any extra capacity in pans or A centrifugals than does the single magma process.

Alternative procedures. There are three main systems of operating the three-massecuite system:

(a) CB-CA. The C massecuite is seeded and its grain is used as magma to serve as footing for the A and B strikes.

(b) CBA. The C massecuite is seeded and its grain is used as magma to serve as footing for the B strike, the grain of which serves as footing for the A strike. The excess of crystal is remelted.

(c) System of footing for B and A. A syrup strike is seeded and this grain serves as footing for the B and C strikes. The C sugar is remelted, the B sugar serves as footing for the A massecuite.

Quantities of massecuites

Taking into account the molasses returned to the various charges, the total volume of massecuite will be of the order given in Table 33.12.

These volumes of massecuite per ton of cane will obviously vary with the brix and the purity of the mixed juice, above or below the mean values given.

TABLE 33.12
MASSECUIE VOLUME, IN litres/l.c. (cu.ft./l.c.)

	2-mass.	System			4-mass.
		3-mass			
		Single-magma	Double-magma		
A massecuite	140 (5)	95 (3.4)	125 (4.5)	85 (3)	
AB massecuite				55 (2)	
B massecuite	30 (1)	50 (1.8)	50 (1.8)	35 (1.3)	
C massecuite		37 (1.3)	37 (1.3)	25 (0.9)	
Totals	170 (6)	182 (6.5)	212 (7.6)	200 (7.2)	

Influence of purity on boiling time

Purity has a marked influence on velocity of crystallisation. Van Hook²⁹ indicates that, for

certain syrups, this crystallisation velocity falls by half when the purity drops from 100 to 95, and to one ninth of its value when the purity drops from 100 to 80. Hence there are considerable differences between the times necessary for boiling A, B and C massecuites.

For a given massecuite, it is considered in Jamaica²⁸ that, provided the purity does not differ too greatly from normal, the time for boiling a strike increases by 2% when the purity falls by one unit (83-82, for example).

Distribution of pans between the various massecuites

The time necessary for a strike increases rapidly in proportion as the purity of the charge decreases (cf. Fig. 33.3 and Table 33.10). It follows that the proportions of the total pan volume to be reserved for each of these massecuites vary greatly from the proportions of the respective volumes of the massecuites.

With modern and well-designed pans, the following times of boiling are typical:

	<i>S. Africa</i>	<i>Fives C&I-Babcock</i>
A massecuite: $2\frac{1}{2}$ - 3 h	4½ h	3.3 h
B massecuite: 3 - 4 h	6 h	4.5 h
C massecuite: 4 - 8 h	9 h	8 h

This leads to the following distribution of pans in terms of useful capacity:

	(hl./l.c.h.)	(cu.ft./l.c.h.)	
A massecuite:	6	(21)	or: 37.5%
B massecuite:	4	(14)	or: 25 %
C massecuite:	6	(21)	or: 37.5%
Total	16	(56)	100

For the 4-massecuite formula, Tromp⁴¹ suggests:

A massecuite: 8 =	33%
AB massecuite: 7 =	29%
B massecuite: 5 =	21%
C massecuite: 4 =	17%
	24 100%

The first column simply gives the relative proportions.

Relative location of pans

The order in which pans are arranged or aligned on the pan stage is of some importance. In a 3-massecuite system, for example, there will be two (single-magma) or three (double-magma) sizes of grain, and it is important to avoid mixing grain of different sizes. Now the

549

pans are connected by a "run-over" pipe of large diameter, since massecuites and magmas are difficult materials to transfer through a pipe, and there always remains a considerable volume of crystals in this piping after each "cut over" or transfer. The row or rows of pans should accordingly be located so that the normal transfers of the different types of massecuite or magma do not use the same portion of this piping system. This is easily avoided by a judicious arrangement of the pans; if it is impossible, in an old factory, two run-over pipes may be provided.

Crystal yield from massecuites

The crystal yield from a massecuite (sometimes termed the exhaustion of the massecuite) is the proportion of crystal recovered from the massecuite, expressed as percentage of its sucrose content. It has the value

$$j = \frac{100(j - m)}{j(100 - m)} \quad (33.36)$$

j = purity of massecuite

m = purity of molasses from that massecuite.

The following figures have been reported from South Africa⁴² for average crystal yield:

A massecuite:	62.5%
B massecuite:	60.3%
C massecuite:	56.6%

The recovery from the C massecuite is by far the most important, since it determines the purity of the final molasses and consequently the overall recovery. It may vary between 42 and 60.

MOLASSES

Exhausted molasses

There is no absolute criterion to indicate whether the molasses obtained is really exhausted. According to Deerr⁴³, experience indicates that, in an exhausted molasses, for unit of non-sugar, 0.455 water is required to maintain the non-sugar in solution, and for unit of water, there is approximately 1.8 of sugar dissolved in this water. Hence about 0.82 of sugar for 1 of non-sugar.

Deerr states that sugar will not crystallise from such a molasses when further water is removed.

The composition of such molasses would be as follows:

Dry substance:	80%
Polarisation:	27
Sucrose:	36%
Non-sucrose:	44%
Brix:	90
True purity:	45
Gravity purity:	40
Apparent purity:	30

This composition obviously is given as typical only, and Deerr comments that in practice better figures are often obtained.

Exhaustibility of molasses

Lacking a better criterion, the degree of exhaustion of a molasses has generally been judged until recently by its purity, the Clerget purity being a better index than the apparent purity. However, it has been long realised that the purity reached depended on the composition of the impurities contained in the juice and consequently in the molasses. In particular, the purity attainable was:

- (a) Lower as the proportion of reducing sugars was higher
- (b) Higher as the proportion of ash was higher.

Many formulae have been proposed, of which several have been given in the second edition. The more important are the following:

(a) The Douwes Dekker⁴⁴ formula:

$$P = 36 - 0.08r + 0.26c \quad (33.37)$$

P = true purity attainable with normal exhaustion of the molasses (sometimes termed target purity)

r = reducing sugars % of non-sucrose in the molasses

c = ash (sulphated) % non-sucrose in the molasses with:

$$\text{Non-sucrose} = \text{dry substance} - \text{Clerget sucrose}$$

and⁴⁵:

$$\text{Carbonated ash} = \text{sulphated ash} \times 0.752$$

The Douwes Dekker formula applied only to defecation factories was:

$$P = 33 - 0.055r + 0.31c \quad (33.38)$$

634

Dry substance, difficult to determine accurately, may be obtained by the formula of Sijmans for defecation factories:

$$\text{Dry substance} = \text{brix by dilution } 1 : 9 \text{ by weight} \times (0.72 \times \text{sulphated ash } \%)$$

The value for dry substance varies greatly depending on the method of analysis. The following are figures determined in Mauritius** for the same product the ash content of which was 14.36%:

Brix by dilution $\frac{1}{10}$ (wt./vol.):	93.34
Brix by dilution $\frac{1}{10}$ (wt./wt.):	93.09
Brix by dilution $\frac{1}{10}$ (wt./wt.):	88.60
Refractometric brix by dilution $\frac{1}{10}$ (wt./wt.):	83.98
By drying (under vacuum):	81.37
By drying (at 105°C):	79.94

It will be noticed that the refractometric brix approaches the true figure more closely than the gravimetric figure.

(b) In Queensland^{††}, the formula of the Sugar Research Institute is:

$$P = 40.67 - 17.8 \log \frac{R}{C} \quad (33.39)$$

P = true purity obtainable
 R = reducing sugars % molasses
 C = sulphated ash %.

(c) In South Africa^{‡‡}:

$$P = 39.94 - 19.60 \log \frac{R}{C} \quad (33.40)$$

The similarity with the Australian formula suggests that a more general formula could be:

$$P = 40 - 18.5 \log \frac{R}{C} \quad (33.41)$$

(d) On account of the differences in these various formulae, Réunion uses the very simple formula:

$$P = 40 - 4 \frac{R}{C} \quad (33.42)$$

P = refractometric - Clerget purity obtainable, R and C as above.

Quantity of molasses per tonne of cane

If the molasses is not weighed, or if it is desired to check the result given by the materials balance of the factory, it is easy to calculate the weight of molasses per tonne of cane which the factory should produce.

Let:

Q = weight of mixed juice % cane

B = brix of mixed juice

P = purity of mixed juice

q = weight of molasses % on cane

B_m = brix of the molasses

P_m = purity of the molasses

ϵ = loss in muds + undetermined losses, expressed as a ratio of the sugar contained in mixed juice

r = boiling-house recovery (cf. p. 838).

The sugar contained in the mixed juice has the value QBP . Of this, the factory recovers QBP_r .

The remaining sugar:

$$QBP(1 - r)$$

should be found in the molasses, muds and undetermined losses, if losses by inversion or caramelisation are neglected. Now the sugar lost in the molasses has the value:

$$qB_mP_m$$

We should therefore have:

$$QBP(1 - r) = qB_mP_m + QBP\epsilon$$

Hence:

$$q = \frac{QBP(1 - r - \epsilon)}{B_mP_m} \quad (33.43)$$

Example:

$$\begin{array}{lll} Q = 98 & B = 15 & P = 85 \\ B_m = 95 & P_m = 40 & \\ r = 0.90 & \epsilon = 0.01 & \end{array}$$

This gives:

$$q = \frac{98 \times 15 \times 85 (1 - 0.90 - 0.01)}{95 \times 40} = 2.96\% \text{ on cane}$$

551

551

CONDUCT OF THE SUGAR BOILING

The job of the sugar boiler is certainly the most critical of all those in the factory. Although it tends to become more and more simplified and controlled by instruments, sugar boiling is still certainly a matter of skill, and this skill and this craft on the part of the sugar boilers still have a profound influence on the quality and yield of sugar.

A strike consists of four principal phases; these will be described with particular reference to C massecuites, which are the most critical.

(a) Concentration

The sugar boiler introduces into the pan a certain quantity of either syrup or a mixture of syrup and molasses of about 75 purity. This quantity is determined by the graining volume. It should be as small as possible, while being sufficient to cover the calandria, or the bottom coil; otherwise there would be caramelisation of the splashes and small drops of syrup which would make contact with the exposed portions of the heating surface.

The smaller the volume of syrup drawn in, or the graining volume, the smaller will be the number of crystals in the final massecuite, and the larger will be the crystals.

The sugar boiler should add further syrup as the volume in the pan is decreased owing to the concentration of the charge, so as to maintain the liquid level in the pan always high enough to cover the heating surface in use.

(b) Graining

As the syrup becomes concentrated, it becomes more viscous. When the supersaturation has attained the required value, graining is carried out. This was formerly done by the "waiting method" or by *shocking*, i.e. by sudden introduction of a "drink" of cold syrup. It is now done (with few exceptions) only by seeding.

In the absence of instruments which will be described later (p. 686), the right moment corresponds to a brix of the order of 80. The sugar boiler recognised this condition by the viscosity of the syrup, the drops of which flow down more and more slowly on the sight glasses. He also used the "string proof"; he took a sample of syrup by means of the proof-stick and, taking a small portion between thumb and index finger, he separated the fingers quickly; the right condition for graining corresponds to a string which breaks at a length of about one inch. If it is too soon, the string breaks as soon as the fingers are separated; if too late, it does not break.

Graining by the waiting method took place in the labile zone (cf. p. 631). Graining by shocking was done in the intermediate zone, the shock itself giving a rapid passage into the labile zone ($S = 1.60-1.70$). Graining by seeding takes place in the metastable zone, at about $S = 1.10-1.20$ for high-purity strikes, 1.15-1.18 for lower-purity material. At the right moment the vacuum is reduced to 58.5-61 cm (23-24 in.), and the operator waits until the instruments (or the string proof) indicate afresh the correct concentration at this new temperature. The slurry of ground sugar is then introduced, generally by a cock provided for the purpose, which must of course discharge into the pan below the syrup level. This cock and attached tube should be of rather small diameter, in order that the quantity of air taken in with the slurry should not take the fine seed grain with it towards the condenser, through

the massecuite, in the form of fine bubbles. The cock will be opened cautiously to avoid this.

After the grain has been introduced, steam is shut off completely to avoid possible solution of the fine crystals by contact with the heating surface. After waiting a few minutes, boiling is then continued very gently, so as to allow the grain to grow. Further additions of syrup are not made until 30-60 min after seeding, and the vacuum is then gradually brought back to normal, in a further 15-30 min.

Since graining for a C massecuite is a long and critical operation, with risk of forming false grain, it is recommended that the operation be carried out in a small pan and in a medium of relatively high purity; this is best obtained by a mixture of syrup with a high-grade molasses. The B molasses is not introduced until the crystals have reached a reasonable size (40-50 microns). To avoid at that stage an excess supersaturation, the molasses is diluted by addition of water: 5-10 min in A and B massecuites, 2-8 min with C strike. This may also be done by reduction of the vacuum.

Preparation of the seed. The grain of the ground sugar slurry should be as uniform as possible, the aim being a size of 10-25 microns. Knowl and Moller¹⁹ recommend a time of grinding of 8 hours at least, followed by a period in rotating containers of 24 hours, which reduces the grain to 5 or 8 microns.

Since the icing sugar used for preparing the grain has a great tendency to settle as a compact mass, this disadvantage can be avoided by adding 1% of tricalcium phosphate. The prepared slurry on its part has a tendency to settle, so it is advisable to use it promptly, or to keep only the necessary quantity, in a small bottle and for a short time only.

Quantity of seed to introduce. Honig and Alewijn²⁰ estimate (and we share their view) that best results are obtained when seeding is effected by means of a slurry of very finely powdered refined sugar. This slurry is prepared in a small ball-mill where the sugar is suspended in an organic liquid which does not dissolve sucrose, such as isopropyl alcohol, ethyl alcohol, petrol, etc. They recommend 160 g of sugar per 100 m³ (4.5 g/100 cu.ft.) of final C massecuite. The quantity obviously depends on the fineness of grinding of the seed grain and the size of final grain required. Roger Bax²¹, in Mauritius, reckons 530-565 g of sugar per 100 m³ (15-16 g/100 cu.ft.) of final C massecuite. Belle Glade in Florida²² gives 1.6 kg per 100 m³ (1 lb./1,000 cu.ft.).

The sugar for preparing the seed should be very dry. If moist, it forms small lumps. It is necessary to keep it in demijohns, in airtight tins or in stoppered bottles. The ball-mill is left to run for 3, 6, 12 or even 24 hours, in order to obtain the desired fineness of seed crystal.

(c) Building up the grain

After introducing the seed slurry into the pan, supersaturation continues to increase for 3-5 min. As soon as this time has elapsed it is necessary to commence the use of movement water, in order to maintain an evaporation rate sufficient to give good circulation. Use of movement water will be continued for 15-20 min until the crystals become visible to the naked eye; this practice avoids an increase of supersaturation which would involve formation of secondary grain.

As soon as the grain is large enough to be observed in a proof, the experienced sugar boiler

SSZ

SSZ

well know whether he has enough grain or too much. If he has too much he proceeds to dissolve a portion of it by the rapid introduction of a large charge of syrup. If he has insufficient grain, there is little remedy: he will be obliged to boil a large grain, which is not a great disadvantage for high-grade massecuites, but will lead to unsatisfactory exhaustion in a final massecuite. To avoid having an irregular grain, it is necessary to take particular care not to form a further crop of grain, otherwise crystals of two different sizes will be formed, which will be very detrimental to the fagalling.

The remainder of the strike consists particularly of developing the existing grain without forming false grain (that is to say, new grains which may form either crystals of a different size, rendering the fagalling very difficult, or a fine crystal which is liable to pass through the holes in the centrifugal gauzes and so enrich the molasses which is separated).

With this object, it is necessary to strive to maintain the greatest possible uniformity of operation, and to maintain constant both the vacuum and the steam pressure.

Any sudden increase in vacuum or any sudden fall in steam pressure causes a risk of forming secondary grain, due to the reduction in boiling temperature in the pan (causing a sudden passage into the labile or intermediate zone).

Apart from these two common causes, false grain may also be due to:

- (1) Rate of evaporation forced too high
- (2) Introduction of syrup or molasses at too low a temperature
- (3) Entry of air by leakage at the bottom door of the pan, if it is not tightly closed.

If false grain does form, the sugar boiler should notice this promptly, and proceed to dissolve it by:

- (a) Raising the temperature in the pan, by decreasing the vacuum
- (b) Introducing a large quantity of syrup or of water so as to dissolve the fine grain.

When boiling large-grain sugar, it may even be difficult to avoid false grain unless a very dilute syrup or even juice is available for use as pan feed.

If false grain is formed near the end of the strike, the high viscosity and the lack of circulation in the massecuite render it almost impossible to redissolve it (cf. Fig. 33.17).

The sugar boiler will not resume feeding the pan with syrup (A massecuite) or will not commence feeding molasses (B and C massecuites) until the crystals have attained a size such that they represent about one-third of the volume of the massecuite.

(d) Tightening the massecuite

Guided by experience, the sugar boiler introduces syrup (or molasses) into the pan at a rate sufficient (1) to compensate for the quantity of water evaporated, (2) to increase slowly and progressively the volume of the massecuite in the pan, in such a way that the concentration increases with the level of the massecuite, and so that the brix will approximate to the maximum value desired when the massecuite has reached the level corresponding to the full pan.

During the last phase of the strike, we have therefore in the pan a very tight and very viscous massecuite, circulation of which is very laborious. Concentration is continued to "tighten" the material to the maximum obtainable.

In order to maintain an acceptable circulation during this final phase of the strike, movement water will be introduced as was done after graining; this will be done during the last half hour or hour of the strike. As well as giving some improvement in the circulation, this

practice at the same time achieves a reduction in the supersaturation and so reduces the risk of formation of very fine false grain in this last critical period of the strike.

When it is observed that the crystals occupy the maximum space, and that the mother liquor occupies only the void volume remaining between the adjacent crystals, which are touching each other, the strike is "dropped". That is, the vacuum connection is shut off, the cock communicating to the atmosphere is opened, which breaks the vacuum with a characteristic whistle, and then the discharge door of the pan is opened to the crystallisers or mixers below.

When the pan is empty, steaming out is commenced: a steam valve is opened to admit steam to the interior of the pan, leaving the bottom door open. The steam dissolves the sugar and cleans the vessel.

Exhaust steam will be used, as it is more effective and more economical than live steam. A more complete washing is obtained by using water sprays arranged round the upper part of the pan, the water should be hot and under pressure, well directed on the sides of the pan.

Actually, only the upper portion of the pan need be steamed out, since the part corresponding to the graining volume is automatically washed by the thin syrup introduced at the beginning of the following charge, while that syrup is being concentrated.

Feeding. There are two principal methods of feeding the syrup or molasses to the pan:

- (a) Discontinuously by "drinks"
- (b) Continuously by leaving the inlet valve set at a reduced but constant opening.

The latter method permits a constant supersaturation to be maintained, or allows the supersaturation to be increased in a progressive and regular fashion. It is much better than the former method, which gives poor or inferior results; it also gives appreciably faster boiling.

Automatic feeders give continuous feeding, the actuating valve opening more or less according to requirements.

Supersaturation. It is not possible to indicate precisely the supersaturation to be maintained, since it depends on the purity of the syrup or mother liquor, which itself varies in the course of the strike. However, since graining is carried out practically always on a syrup of 80-85 purity, it is possible to indicate typical figures. Although graining may be carried out by seeding in the metastable zone, it is generally carried out, whether by seeding or by shocking or by the waiting method, in the labile zone. The following supersaturations may therefore be recommended:

- | | | |
|----------------------------|-------------------|---------|
| (a) Graining: | $1.25 < S < 1.40$ | (33.44) |
| (b) Building up the grain: | $1.08 < S < 1.20$ | |

Wehre¹³ considers that, for C massecuites, a normal supersaturation is 1.325, and may vary from 1.25 to 1.40.

Tests carried out in Australia¹⁴ have shown that, for growing the crystals in A massecuites, it is necessary to keep between 1.07 and 1.17, according to the zone of the pan involved, if it is desired to avoid formation of false grain.

SS3

98-7

34. Crystallisation

Object

The massecuite when discharged from the pan is at a high supersaturation. If it is allowed to stand, the sugar still contained in the mother liquor will continue to be deposited as crystals, but this massecuite is very dense and the mother liquor very viscous. Crystallisation will soon cease if the massecuite is left undisturbed, because the layer of mother liquor surrounding the crystals will be rapidly exhausted, and the viscosity of the mass will prevent the more distant molecules of sugar from circulating and coming in contact with the crystals.

If we are to take advantage of the strong tendency of the massecuite to crystallise after boiling, it must be kept in motion in order to change constantly the relative positions of the particles of mother liquor and of crystals. In factory parlance this is termed "crystallisation"; strictly speaking, of course, the whole process in the pans constitutes crystallisation of the sugar, but in the factory the term "crystallisation" is used particularly for the crystallisation in motion after dropping the massecuite from the pan.

Crystallisation, then, is a process which consists of mixing the massecuite for a certain time after dropping from the pans, and before passing to the centrifugals; and which aims at completing the formation of crystals and forcing further exhaustion of the mother liquor.

Proportions of different massecuites

We repeat in Table 34.1 figures for average proportions of the three massecuites:

TABLE 34.1			
3-MASSECUIE SYSTEM			
(Quantities in dry wt. (cu. ft.))			
	Trump	Our figures	
		Single magma	Double magma
A massecuite	85 (3.1)	95 (3.4)	130 (4.5)
B massecuite	45 (1.6)	50 (1.8)	50 (1.8)
C massecuite	40 (1.4)	35 (1.3)	35 (1.3)
Total	170 (6.1)	180 (6.5)	215 (7.6)

Density of massecuite

For hot massecuite we have taken (Table 32.3 and Chap. 33) a specific gravity of 1.47 for massecuites (density 92 lb./cu.ft.). For cold material, between 30 and 40°C (85 and 105°F), a value of 1.50 (94 lb./cu.ft.) may be taken.

Dilution of the massecuite

When the massecuite purges badly at the centrifugals it is sometimes diluted with water, or with a suitable grade of molasses. This dilution, especially with water, impairs the exhaustion and should be avoided. If it proves necessary to dilute for fagalling, it should be done only 2 or 3 hours before passing to the centrifugals.

Flow of the massecuite

The minimum slope of chute to be provided for discharge of the massecuite leaving the pans is given by Trump¹ as 9° (16%). He recommends preferably 11°, or 20%. However, he indicates elsewhere² 5%, or 3°, for the cold massecuite after crystallisation. This value is certainly a minimum and it would be advisable to keep well above it.

Temperature of cooling of the massecuite

The massecuite on leaving the pans is at a temperature of 70–75°C (160–165°F). To what temperature is it advisable to cool it in the crystalliser?

Low-grade massecuites. Deere³ considers that the best temperature to which to cool the low-grade massecuite is 41–43°C (105–110°F), and that if it is taken below that figure, the mother liquor becomes so viscous that the gain in sugar crystals is offset by the quantity of additional water needed for purging in the centrifugals.

Jenkins⁴ suggests 38°C (100°F) as about the practical limit.

If the massecuite is reheated before fagalling, a lower temperature may be employed, 36°C (97°F), for example.

High-grade massecuites. For massecuites of higher purity the limit of temperature would be lower, since the increase in viscosity with cooling would be less than with low grades. Jenkins recommends crystallising A and B massecuites as for C strikes, but emphasises the importance of efficient pan work; and has since expressed the view that with modern pans capable of producing a massecuite of maximum crystal content, crystallisation of high grades is less attractive. Few factories have considered it in their interests to practice crystallisation of high grades, firstly on account of the danger of having the massecuite go solid in the crystalliser, and secondly on account of the space required for the extra equipment necessary. However, the operation would be interesting, particularly on B massecuite.

High-purity massecuites present the dangerous possibility of going solid, that is, of solidifying in such a manner that they can be dealt with only by attacking with a pick or by dissolving the mass. This possibility is a nightmare for overseers after stoppages due to strikes or power failures of long duration.

Such setting of a massecuite can occur if the purity is above 75 and the brix above 90, and when the stirring gear has been stopped for a few hours.

Reheating of the massecuite. If the massecuite is difficult to handle at the centrifugals, it may be reheated before centrifuging in order to reduce its viscosity. We shall discuss this again in connection with centrifugals (cf. p. 807).

SSY

Speed of crystallisation

Speed of crystallisation in a massecuite is a function of the supersaturation, the temperature and the crystal surface area. If a constant speed of crystallisation is to be maintained, temperature must be regulated as a function of the supersaturation, or inversely (cf. Table 33.2, p. 000). Experience, moreover, has shown¹ that the best results correspond to crystallisation at constant supersaturation of the mother liquor. The object will thus be to maintain the supersaturation in the neighbourhood of 1.2.

Purity drop during crystallisation

Prager² claims that, in the 3-massecuite system, it would be possible to obtain by crystallisation an additional 6 points³ purity drop for each grade of massecuite.

In Louisiana, Dauthier² claims that, it should normally be possible to obtain, with a well controlled C massecuite, an apparent purity drop of 27 points between massecuite and molasses, e.g.:

15–16 points in the pan

11–12 points in the crystalliser

This is a maximum value, which we have rarely known to be achieved.

In Australia, Foster⁴ considers that, provided the massecuite is allowed to attain equilibrium, the true purity will be reduced by one point for each 4°C (7°F) of reduction in temperature.

Supersaturation

The same author considers that final massecuite can be discharged from the pan at a supersaturation of 1.2 without risk of the formation of false grain in a crystalliser. On the other hand, mixing a residue of cold massecuite with freshly discharged massecuite inevitably forms false grain.

Sugar recovery

Problem. What are the proportions of sugar and molasses produced by a given massecuite?

Solution. Let

P_m = purity of massecuite

P_s = purity of sugar

P_r = purity of the molasses

B_m = weight of dry substance % of massecuite

B_s = weight of dry substance % sugar

B_r = weight of dry substance % of molasses

Q_m = weight of massecuite

Q_s = weight of sugar produced

Q_r = weight of molasses obtained.

By a reasoning identical with that of the problem on p. 801, we obtain:

$$\frac{Q_s}{Q_m} = \frac{B_m}{B_s} \cdot \frac{P_m}{P_s} \cdot \frac{P_r}{P_r} \quad (34.1)$$

where the first term represents the weight of sugar % on weight of massecuite.

Since the massecuite is generally reckoned by volume, we shall have:

$$Q_m = V_m d_m$$

V_m = volume of massecuite, in m³ (cu.ft.) for example

d_m = density of massecuite, in kg/m³ (lb./cu.ft.) for example.

Hence:

$$\frac{Q_s}{V_m} = \frac{B_m d_m}{B_s} \cdot \frac{P_m}{P_s} \cdot \frac{P_r}{P_r} \quad (34.2)$$

We have, very closely:

$$\begin{aligned} d_m &= 1,500 \text{ kg/m}^3 \text{ (94 lb./cu.ft.)} \\ B_s &= 100 \end{aligned}$$

which gives:

$$\frac{Q_s}{V_m} = 15 B_m \frac{P_m}{P_s} \cdot \frac{P_r}{P_r} \quad \left(\frac{Q_s}{V_m} = 0.94 B_m \frac{P_m}{P_s} \cdot \frac{P_r}{P_r} \right) \quad (34.3)$$

where the first term represents the recovery R from 1 m³ (cu.ft.) of massecuite, in kg (lb.) of sugar.

Example. If we assume the mean values of Table 34.2:

TABLE 34.2

YIELD OF SUGAR FROM MASSECUTES (NORMAL VALUES)

	B_m	P_m	P_s	P_r
A massecuite	95	85	99	65
B massecuite	96	72	98	50
C massecuite	98	58	95	35

we would have theoretically:

$$R_A = 840 \text{ kg/m}^3 \text{ (53 lb./cu.ft.)}$$

$$R_B = 660 \text{ kg/m}^3 \text{ (41 lb./cu.ft.)}$$

$$R_C = 560 \text{ kg/m}^3 \text{ (35 lb./cu.ft.)}$$

55

On account of the dilutions carried out, these yields in practice would barely exceed:

$$\begin{aligned} R_A^* &= 800 \text{ kg/m}^3 \text{ (50 lb./cu.ft.)} \\ R_B^* &= 600-650 \text{ kg/m}^3 \text{ (37 lb./cu.ft.)} \\ R_C^* &= 500-550 \text{ kg/m}^3 \text{ (31 lb./cu.ft.)} \end{aligned}$$

In crystal per cent by weight of massecuite, Hong⁸ and Eisner⁹ give (Table 34.3):

TABLE 34.3

CRYSTAL YIELD % MASSECUIE (BY WEIGHT)

	Purcs	Hong	Eisner (3 mass.)	Eisner (2 mass.)
A massecuite	80-90	50	51	60
B massecuite	65-80	45	47	45
C massecuite	58-65	40	38	

Exhaustion of the massecuite

It is interesting to express the efficiency of operation, not in weight of sugar per unit volume or unit weight of massecuite, but in weight of crystal recovered as percentage of sucrose in the massecuite¹¹. This ratio has the advantage of varying little with the massecuite considered, A, B or C. This recovery with A massecuite should be of the order of 60-65%, double purging giving values slightly superior to those obtained by single purging (60% with B and 50% with C massecuite).

Exhaustion is given by a convenient expression¹¹ derived by the same reasoning as that of p. 839:

$$\text{Exhaustion} = \frac{10,000 (\text{massecuite purity} - \text{molasses purity})}{\text{massecuite purity} (100 - \text{molasses purity})} \quad (34.4)$$

Similarly:

$$\text{Crystal \% massecuite} = \frac{\text{massecuite purity} - \text{molasses purity}}{100 - \text{molasses purity}} \quad (34.5)$$

Installation of crystallisers

In most factories, the crystallisers are placed at ground level. This is a mistake which is detrimental to the recovery.

In such a case, much trouble has been taken, particularly with the third strike, to obtain a very tight massecuite. Hence it is inevitably thick, stiff, dense (sometimes wrongly called viscous) and difficult to handle, especially when it is cold, after crystallisation. The pumps refuse to handle it, and the result practically always is that the operators responsible for feeding the low-grade centrifugals add molasses, sometimes even water, to dilute the mass so that it will be more readily accepted by the pump. Hence there is a complete destruction

of all the work laboriously carried out, up to that stage, to obtain a dense massecuite; a destruction all the more complete because the operators have a tendency to abuse the dilution-water valve.

One palliative consists of having good pumps of Rota type, well located below the trough which supplies them, and fitted with short suction pipes of large diameter.

Another palliative consists of reheating the massecuite in the delivery trough, by furnishing this trough with a double bottom which is heated by exhaust steam, but this again involves some risk of re-solution of crystal.

However, there exists only one elegant method of really and completely solving the problem: that is, to design each installation in such a way as to avoid and completely banish the handling of the massecuite by a pump. For this it is necessary to locate the pans at a higher level, above the crystallisers, which consequently will be located on the first-floor level, just below the pans; and the crystallisers in their turn should be above the distributor-mixer supplying the centrifugals, which then will be located at floor level, and just below their mixers.

This arrangement of the plant has an influence on the final recovery, the importance of which can hardly be exaggerated. The modifications to the installation which it might involve in a badly laid out factory would probably be amply repaid in the first season.

Ordinary crystalliser

The ordinary or "kneading-trough" crystalliser (Fig. 34.1) is a simple steel vessel, of U-shaped cross-section, fitted with an agitator permitting it to maintain the mass in slow and continuous motion.

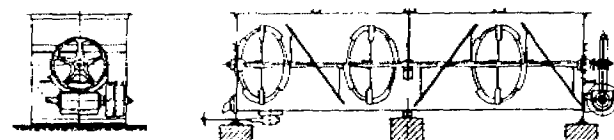


Fig. 34.1. Ordinary crystalliser.

Speed of rotation. Deerr¹² recommends a rotational speed of the screw of one turn in 1 min 45 s. Tromp⁷ suggests $\frac{1}{2}$ r.p.m. This speed is not of very great importance, the best values being the lowest ($\frac{1}{2}$ r.p.m.). It has been found, by varying the speed, that it has hardly any perceptible effect as long as there is some movement.

The best values are accordingly the lowest, and the author would recommend $\frac{1}{2}$ r.p.m.

Power. The power required for the crystalliser depends on this speed of rotation. Deerr¹² estimates about 25 kW/1,000 m³ (1 h.p./1,000 cu.ft.) of massecuite; Tromp⁷ 1-2 kW (1.5-3 h.p.) per crystalliser, according to its volume (12-50 m³; 450-1,750 cu.ft.), or 6-12 m³/kW (300-600 cu.ft./h.p.).

Houig¹³ recommends that the installed power should be 210 kW/1,000 m³ (8.5 h.p./1,000 cu.ft.), in order to allow for the most unfavourable conditions. In Australia¹⁴ a figure of

375 = 400 kW/1,000 m³ (4.5 = 16 h.p./1,000 cu.ft.) is suggested.

For typical crystallisers, of about 20 = 50 m³ (60 = 1,800 cu.ft.) capacity, and for a speed of $\frac{1}{2}$ c.p.m., Houg's figure of 210 kW per 1,000 m³ may be used.

While crystallisers generally adopt the U shape, certain makers prefer a cylindrical cross-section, with an opening only of 600 mm (24 in.) at the top.

Time for crystallisation. Tromp¹¹ gives the following times of crystallisation.

- A massecuite: 12 h
- B massecuite: 12 h
- C massecuite: 72 h

General practice is to keep the A massecuite a very short time in the crystalliser, to give a short period of crystallisation for the B massecuite, and to keep as many crystallisers as possible for the C massecuite.

It is essential to provide long and careful crystallisation for the final massecuite, but there would be some advantage in doing the same for the higher massecuites. When ordinary crystallisers are provided, it is not recommended to go below the following times:

- 12 h crystallisation for A massecuite
- 24 h crystallisation for B massecuite
- 72 h crystallisation for C massecuite

Capacity. Deert estimates a total capacity for the battery of crystallisers of 5 m³/t.c.h. (180 cu.ft./t.c.h.).

Tromp, from the above times, estimates the proportions of the respective massecuites as follows:

- A massecuite: 50% = 85 l/t.c. (3 cu.ft./t.c.)
- B massecuite: 28% = 45 l/t.c. (1.6 cu.ft./t.c.)
- C massecuite: 22% = 40 l/t.c. (1.4 cu.ft./t.c.)

From these figures, and the crystallisation times just quoted, he calculates the required crystalliser capacities as:

$$85 \times \frac{12}{24} + 45 \times \frac{12}{24} + 40 \times \frac{72}{24} = 42.5 + 22.5 + 120$$

or:

$$185 \text{ l/t.c./24 h} = 44 \text{ hl/t.c.h. (160 cu.ft./t.c.h.)}$$

This is a theoretical figure. However, taking into account loss of time and allowing a necessary margin of safety, he finally quotes the following as practical figures for Cuba and

the Philippines; figures for other countries have been added (Table 34.4):

TABLE 34.4

CAPACITY OF CRYSTALLISERS, IN hl/t.c.h. (cu.ft./t.c.h.)

	Minimum	Maximum	Mean
Cuba (Tromp)	58 (480)	70 (250)	—
Philippines (Tromp)	—	—	75 (270)
Natal ¹²	40 (335)	170 (620)	—
Puerto Rico ¹³	17 (61)	58 (208)	33 (119)

In Cuba¹⁴, requirements are estimated as follows:

- A massecuite: 6 hl/t.c.h. (21.5 cu.ft./t.c.h.)
 - B massecuite: 9 hl/t.c.h. (32.2 cu.ft./t.c.h.)
 - C massecuite: 30 hl/t.c.h. (107.5 cu.ft./t.c.h.)
- or a total of: 45 hl/t.c.h. (161.2 cu.ft./t.c.h.)

Where figures are given for C massecuite only, which is the most important, we find¹⁵:

- Queensland: 20 hl/t.c.h. (70 cu.ft./t.c.h.)
- Hawaii: 84 hl/t.c.h. (300 cu.ft./t.c.h.)

In order to arrive at a figure among values varying so greatly, we would comment that the times of crystallisation which we have recommended above (12, 24 and 72 hours) when allowing a safety margin of 25%, give figures of:

$$1.25 \left[95 \times \frac{12}{24} + 50 \times \frac{24}{24} + 35 \times \frac{72}{24} \right] \quad \begin{array}{ccc} A \text{ mass.} & B \text{ mass.} & C \text{ mass.} \\ 60 & + & 62 & + & 131 & \text{l/t.c./24 h} \end{array}$$

or respectively:

$$14 + 15 + 32 \text{ hl/t.c.h.}$$

or a total of 60 hl/t.c.h. (222 cu.ft./t.c.h.).

Unit capacity. The unit capacity of the crystallisers, or capacity of each unit, should be fixed as a function of that of the pans. It is necessary to avoid mixing in the same crystalliser, crystals from two different pans, and also to avoid running a hot massecuite into a crystalliser partly filled with one which has already been cooled. The unit capacity of the crystallisers will thus be chosen equal to that of the pans supplying them, increased by

88

(5–20%) crystallisers of 36 m³ for example, for pans of 30 m³. Alternatively, two crystallisers may be installed to serve one pan (two crystallisers each of 18 m³, for example, for a pan of 30 m³).

Calculation for cooling in an ordinary crystalliser

This calculation is made in a manner fully analogous to that which we have seen with relation to heaters (cf. p. 449). Let:

V = useful volume of crystalliser, in m³ (cu.ft.)

d = density of massecuite, in kg/m³

c = specific heat of massecuite (= 0.44)

P = weight of massecuite in crystalliser, in kg (lb.)

S = cooling surface of crystalliser, in m² (sq.ft.)

D = diameter of crystalliser, in m (ft.)

L = length of crystalliser, in m (ft.)

θ = ambient temperature, in °C (°F)

T_0 = initial temperature of massecuite (at $t = 0$), in °C (°F)

T = temperature of massecuite at time t , in °C (°F)

t = time of cooling, in hours

k = heat transfer coefficient, in kcal/m² °C/h (B.T.U./sq.ft./°F/h).

We assume the crystalliser to be of standard U-section. Its cooling surface is equal to the area of the walls (ends and sides) of the vessel plus that of the surface of the massecuite.

Generally, the value of T (1.4) is taken for $k^{2.0}$. This is an overall approximate value, which allows for the massecuite surface, where the heat transfer is assisted by the absence of a metal surface, but adversely affected by convection.

Now:

$$S = 2 \times \frac{\pi D^2}{8} + 2 \frac{D^2}{2} + \frac{\pi D}{2} L + 2 \frac{D}{2} L + 4L$$

or:

$$S = D \left[D \left(1 + \frac{\pi}{4} \right) + 2L \left(1 + \frac{\pi}{4} \right) \right] = D(D + 2L) \left(1 + \frac{\pi}{4} \right)$$

Let:

$$\frac{L}{D} = m \quad L = mD$$

We have:

$$S = D^2 \left(1 + \frac{\pi}{4} \right) (1 + 2m) \quad (34.6)$$

Similarly,

$$V = \frac{\pi D^2}{8} L + \frac{D^2}{2} L = \frac{mD^3}{2} \left(1 + \frac{\pi}{4} \right) \quad (34.7)$$

Hence:

$$\frac{S}{V} = \frac{2(1 + \frac{\pi}{4})}{mD} \quad (34.8)$$

The formula for cooling, similar to that for heating, is:

$$\ln \frac{T_0 - \theta}{T - \theta} = \frac{kS}{Pc} t \quad (34.9)$$

or:

$$T = \theta + (T_0 - \theta) e^{-(kS/Pc)t} \quad (34.10)$$

But:

$$\frac{kS}{Pc} = \frac{kS}{Vdc} = \frac{2k(1 + \frac{\pi}{4})}{mDdc}$$

Hence,

$$T = \theta + (T_0 - \theta) e^{-(2k/dc)(1 + \frac{\pi}{4})t/mD} \quad (34.11)$$

Replacing the quasicontant expressions by their values, we thus have:

$$T = \theta + (T_0 - \theta) e^{-0.027(1 + \frac{\pi}{4})(1 + 2m/mD)} \quad (T = \theta + (T_0 - \theta) e^{-0.027(1 + \frac{\pi}{4})(1 + 2m/mD)}) \quad (34.12)$$

Now taking the mean or commonest values for the other terms:

$$\begin{aligned} T &= 70^\circ\text{C} \quad (160^\circ\text{F}) \\ \theta &= 30^\circ\text{C} \quad (86^\circ\text{F}) \\ D &= 1.8 \text{ m} \quad (6 \text{ ft.}) \\ m &= 3.33 \end{aligned} \quad T = 30 + 40 e^{-0.027t} \quad (34.13)$$

we obtain the cooling graph as given in Fig. 34.2 (°C).

Description. Vertical crystallisers are manufactured by SEUM and Fives Cail - Babcock in France, by B.M.A. in Germany, and in several other industrial sugar countries.

They consist of a cylindrical tank with a vertical axis, in steel plate 8–12 mm in thickness, 3.60–5.20 m (12–17 ft.) in diameter and 7–16 m (23–52 ft.) in height. The roof of the tank supports the drive gear for the stirrers and also provides a man door and massecuite entry. A vertical shaft, consisting of a large-diameter pipe, is suspended from a substantial bearing and supported at the bottom by a thrust bearing; it carries at regular intervals several groups of horizontal stirrers covering practically the full interior diameter of the tank, alternate stirrers being set at 90° spacings. In the French designs, the cooling elements consist of horizontal layers of parallel pipes, 6–19 in number, connected by U-bends and filling the interior circle of the crystalliser (Fig. 34.10). These layers of tubes are connected one to the other by pipes outside the crystalliser. In neighbouring layers, the pipes are alternated at 90° to those above and below.

In the B.M.A. equipment, the cooling elements consist of discs with a gap of 30 or 60°, consisting of two sheets of metal separated by vertical ribs in the form of concentric circles covering the major part of the remaining 300 or 330°, and forcing the water to cover practically the full surface of the disc (Fig. 34.11). The elements are connected in series by suitable pipes, and the 30–60° gaps are displaced in successive discs by 90° in the anticlockwise direction. The agitator immediately below rotating in the clockwise direction thus assists the massecuite flow to pass to the lower stage by the gap in the disc. In the case of an upward-flow crystalliser, the displacement of the gap in the disc is in the opposite direction, that is, clockwise. The pipes are of 76.2 mm (3") diameter, and thickness 2.9 mm.

In the Fives Cail - Babcock and SEUM crystallisers, the drive of the stirring gear is effected by means of 3 pins fixed on a disc at 120°, actuated by 2 jacks which act alternately on these pins producing a 60° movement, thus giving a complete revolution in 6 such movements. The jacks are actuated by a hydraulic system powered by electrically driven pumps serving the group of crystallisers. In the SEUM drive, the driving disc is controlled by a clutch, the setting of which may be regulated according to the resistance offered by the

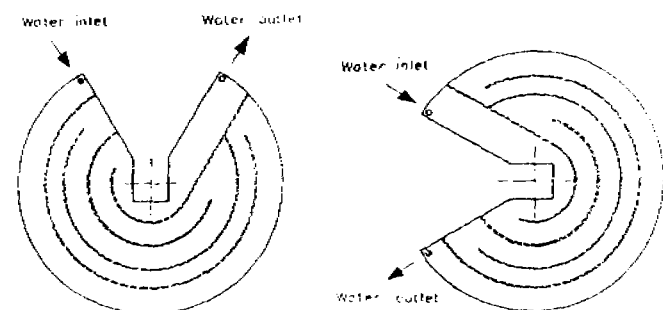


Fig. 34.11. Horizontal section of a cooling disc of a B.M.A. vertical crystalliser with discs

massecuite, thus the degree of lightness of the massecuite may be controlled. The stirrers do not stop, as a valve slows the mechanism down when it approaches the maximum resistance. The B.M.A. drive is effected by an electric motor with reducing gear. A "diluter" is mounted on top of the crystalliser; this communicates with the different stages by exterior pipes, and permits dilution with molasses or water.

Particulars of the Fives Cail - Babcock, SEUM and B.M.A. are given in Tables 34.9, 34.10 and 34.11, respectively. The Fives Cail - Babcock series offers adjustable speed up to 0.6 r.p.m., while the B.M.A. series offers a choice of 2 heat-exchange surfaces for each size of crystalliser.

TABLE 34.9

FIVES CAIL - BABCOCK VERTICAL CRYSTALLISER-COOLER

	80	100	120	150	175	200	300
Capacity (m ³)	7	8.2	9.7	11.7	13.6	11.3	16
Height (m)	4.45	4.45	4.45	4.45	4.45	5.20	5.20
Diameter (m)	6	7	8	13	15	12	19
Rows of tubes	86	100	115	187	218	250	375
Heat-exchange surface (m ²)	11	15	15	19	22	26	38
Power (kW)							

TABLE 34.10

SEUM VERTICAL CRYSTALLISER-COOLER HEATERS

	150	179	200	227	275	310
Capacity (m ³)	10	11.95	13.50	10	12.10	13.70
Height of massecuite (m)	4.50	4.50	4.50	5.50	5.50	5.50
Diameter (m)	12	15	17	12	15	17
Rows of tubes	190	237	269	293	366	415
Heat-exchange surface (m ²)	17,000	25,000	30,000	30,000	40,000	40,000
Torque (m.kg)	15	19	23	23	38	38
Power (kW)						

TABLE 34.11

B.M.A. VERTICAL CRYSTALLISER-COOLER

	100	150	185
Capacity (m ³)	10	12	12
Height (m)	3.6	4.5	4.5
Diameter (m)	93 or 186	150 or 300	175 or 350
Heat-exchange surface (m ²)	11	15	15
Power (kW): n = 0.8 r.p.m.	7.5	11	11
n = 0.55 r.p.m.			

559

Application. Vertical crystallisers may be grouped in series; they are often installed in threes, the massecuite descending in the first, rising in the second, and descending again in the third; this avoids pumping between the different units. However, since the density of massecuite increases as it cools, it is more logical to pump it to the top and let it descend in all units. The three cooling units may be followed by a fourth used for reheating before fagalling, in which the massecuite naturally rises while being heated.

The temperature sought in cooling massecuites is of the order of 40°C (105°F). To obtain such a result with low grade material, it is essential that cooling should be slow. Generally, it is recommended that the cooling rate should not be greater than $0.8 - 1^{\circ}\text{C}$ ($1.5 - 1.8^{\circ}\text{F}$) per hour, which requires 36 - 50 hours, and limits the mean temperature difference between massecuite and water to 15°C (27°F). The volume of vertical crystallisers facilitates maintaining these conditions. If a temperature difference of 25°C (45°F) could be tolerated, a cooling rate of 3°C/h (5°F/h) could be maintained. Some authors state that a rate of 2°C/h (3.5°F/h) could be maintained without producing false grain, while maintaining a supersaturation of 1.2. Care should be observed in attempting this; according to B.M.A., massecuites with a ratio of 4.5 of non sugars to water may be treated without difficulty, which indicates the high efficiency of their equipment.

Advantages. Vertical crystallisers appear destined to replace other types, even the Wernspoor, on account of their advantages:

- (a) Large volume for small floor space occupied
- (b) Suitability for installation out of doors
- (c) High efficiency, due to better contact between massecuite and heat-exchange surface (high S/V)
- (d) Facility of automatic regulation
- (e) Little or no short circuit flow
- (f) Very good thermal efficiency, leading to improved purity of molasses
- (g) The efficacy of these crystallisers is such that a viscosity of 12,000 - 13,000 poises may be obtained in the outgoing massecuite; normally a value of 9,000 - 10,000 is readily obtained
- (h) Cost is reduced.

When two or three crystallisers are available, one-third, half or two-thirds of the last one may be used for reheating the massecuite before centrifuging.

Design for vertical crystallisers for C massecuites

We consider here the requirements for a vertical crystalliser station for cooling and reheating of C massecuite; conditions assumed are a factory of 250 t.c.h. producing 40 t of C massecuite/t.c. (1.43 cu.ft./t.c.), or 10,000 l/h, amounting to 11,500 l/h (415 cu.ft./h) by addition of 15% of molasses for dilution. The temperature of massecuite from the pan is assumed as 75°C (165°F), to be cooled to 40°C (105°F) and then reheated to 50°C (110°F) before fagalling. At 1°C per hour, we require 35 hours, hence a crystalliser capacity of 400 m^3 (14,200 cu.ft.).

If we choose crystallisers of the SEUM or Five Cail - Babcock type of 150 m^3 (5,300 cu.ft.) each, we require 3 units of 150 m^3 ($D = 4.45 \text{ m}$, $H = 10.5 \text{ m}$), of which the first two would be used for cooling and, of the third unit, one-third would be used for cooling and the re-

maining two-thirds for reheating. Following the recommendations above, these would be arranged for downward flow in the first and second units, with a pump between, and upper flow in the third unit, which is connected to the bottom of the second by a very short pipe.

These crystallisers have 12 or 13 layers of heat-exchange tubes each of $14.4 - 15.8 \text{ m}^2$ (155 - 170 sq. ft.) of heat-exchange surface, or a total of 190 m^2 (2,044 sq. ft.) per crystalliser. In these designs approximately 1 m^2 of tube surface is installed per m^3 of cross-section of the equipment. The interval between layers of tubes is approximately 800 mm (32 in.). The heat-transfer coefficient may be taken as $25 - 30 \text{ kcal/m}^2/^{\circ}\text{C/h}$ ($5 - 6 \text{ B.T.U./sq.ft./}^{\circ}\text{F/h}$) for the tubular units, and 10 (2) for the walls of the tank.

Cooling. Since the areas of walls and tubes increase linearly along the travel of the massecuite, we can add the effects of the two coefficients, while remembering that they apply

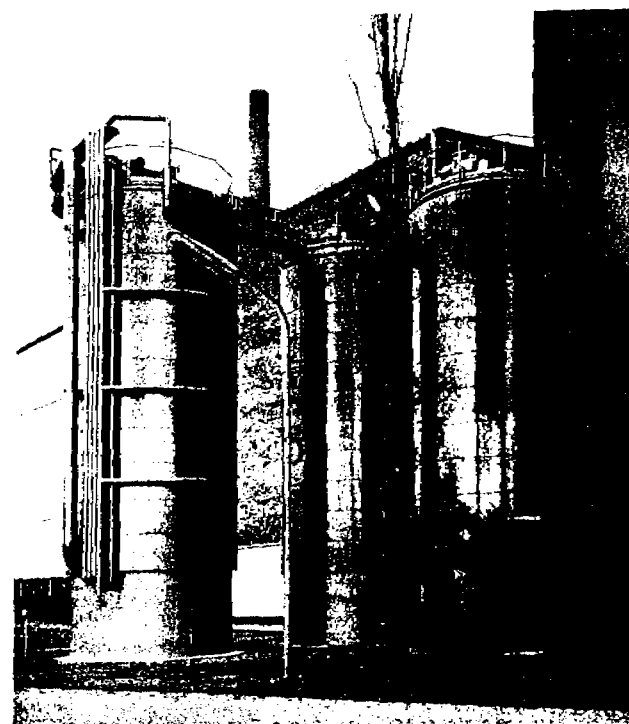


Fig. 34.12. Series of three vertical crystallisers (B.M.A.).

560

to different areas. For the reheating, on the other hand, only the former, for tubes, is relevant.

The upper limit permissible for the temperature difference between massecuite and water is 15°C (27°F) otherwise crystals may deposit on the tubes and cause a marked drop in efficiency of heat transfer. Accepting this figure, we design for a temperature of 60°C (140°F) for the water leaving the crystalliser, with water entering at 25°C (77°F).

The area of tubes for cooling is $190 \times 2.3 = 437 \text{ m}^2$ (4,700 sq.ft.) and the area of the walls $\pi D \times 10.5 \times 2.3 = 338 \text{ m}^2$ (3,635 sq.ft.).

The heat quantity (total heat transfer per hour) coming into play is:

$$11,500 \times 1.5 \times 0.44 (75 - 40) = 265,450 \text{ kcal/h (1,071,566 B.T.U./h)}$$

This corresponds to:

$$\begin{aligned} (a) \text{ Tube layers: } & 437 \times 15^\circ \times 25 = 163,875 \text{ kcal/h (649,728 B.T.U./h)} \\ (b) \text{ Walls: } & 338 \times 30^\circ \times 10 = 101,400 \text{ kcal/h (402,284 B.T.U./h)} \\ & \hline & 265,275 \text{ kcal/h (1,052,012 B.T.U./h)} \end{aligned}$$

We assume a temperature difference of 30°C (54°F) for the walls, taking the mean massecuite temperature as $0.5(75 + 40) = 57.5^\circ\text{C}$ (135.5°F), and ambient temperature as 27.5°C (81.5°F).

Quantity of water required. The quantity of water to be used per kg of massecuite is:

$$w = \frac{(75 - 40) 0.44}{(60 - 25)} = 0.44 \text{ kg/kg massecuite}$$

and the total quantity:

$$W = 11,500 \times 1.5 \times 0.44 \frac{75 - 60}{60 - 25} = 7,590 \text{ kg/h (17,000 lb./h)}$$

0.44 = specific heat of massecuite

1.5 = density of massecuite (93.6 lb./cu.ft.).

Reheating. If we were to use for reheating the water leaving crystalliser No. 1, the quantity would be insufficient to obtain the required temperature rise of 10°C (18°F). It will be necessary to pass this water through a small heater to raise its temperature to something above 60°C (140°F) and compensate the quantity by the higher temperature. The water will in any case lose 10°C, since:

$$7,590 \text{ kg water} \times 10^\circ\text{C} = 11,500 \times 1.5 \times 0.44 (50 - 40) = 75,900 \text{ kcal}$$

It is a question of finding to what temperature t' this water should be heated to obtain the 10°C rise required, by means of the 133 m² of crystalliser surface reserved for reheating. As the coefficient of heat transfer is 30 kcal/m²/°C/h (6 B.T.U./sq.ft./°F/h), and the mean temperature of the massecuite between 40 and 50°C is 45°C, we require:

$$133 \times 30 (t' - 45) = 75,900 \quad t' = 64^\circ\text{C (147}^\circ\text{F)}$$

It will be sufficient to heat the water from 60 to 64°C (140 to 147°F) in order to heat the massecuite to 50°C. Care will be taken to insulate the upper two-thirds of the reheating crystalliser.

Coefficients. We recall the values of the heat-transfer coefficients involved in these calculations, with the possible range of variations in practice:

Specific heat of massecuite:

Used in calculations:	0.44
Quoted by Honig ¹³	0.525, 0.45 - 0.50
Quoted by other authors:	0.35 - 0.4

Precise values may be calculated by formulae (33.48) and (36.3).

Heat-transfer coefficient:

	(kcal/m ² /°C/h)	(B.T.U./sq.ft./°F/h)
Tubes (heating or cooling):	25 - 30	5 - 6
Walls:	10	2

Precise figures. When the temperatures differ by more than those assumed, the simple calculation above is not satisfactory. It is then necessary to use the precise formulae:

Heat transferred to the massecuite:

$$M = \alpha V dc (T_0 - T)$$

Heat-exchange surface required:

$$S = \frac{\alpha V dc}{k} \frac{T_0 - T}{(T_0 - t) - (T - t_0)} \ln \frac{T_0 - t}{T - t_0}$$

The calculation is often made also in the following manner: the logarithmic mean temperature Δt_m between hot and cold massecuite is calculated:

$$\Delta t_m = \frac{(T_0 - t) - (T - t_0)}{\ln \frac{T_0 - t}{T - t_0}} \quad S = \frac{M}{k \Delta t_m}$$

561

- S = heat-exchange surface, in m^2 (sq.ft.)
 cc = coefficient taking into account the diluting molasses added
 T_0 = massecuite temperature at entry, in $^{\circ}C$ ($^{\circ}F$)
 T = required exit temperature of massecuite, in $^{\circ}C$ ($^{\circ}F$)
 t_0 = entry temperature of cold water, in $^{\circ}C$ ($^{\circ}F$)
 t = exit temperature of water, in $^{\circ}C$ ($^{\circ}F$).

REFERENCES

- 1 L. A. TROMP, *Machinery and Equipment of the Sugar Cane Factory*, Norman Rodger, London, 1936, p. 449.
- 2 L. A. TROMP, *op. cit.*, p. 521.
- 3 N. DEER, *Cane Sugar*, Norman Rodger, London, 1921, p. 404.
- 4 G. H. JINKINS, *Int. Sugar J.*, 44 (1942) 123.
- 5 A. VANLOOKE, in P. HONG (Ed.), *Principles of Sugar Technology, Vol. II*, Elsevier, Amsterdam, 1959, p. 181.
- 6 A. H. PRÄGER, *Int. Sugar J.*, 42 (1940) 287.
- 7 W. S. DAVENPORT, *Int. Sugar J.*, 50 (1948) 159.
- 8 D. H. FOSTER, *Int. Sugar J.*, 61 (1959) 84.
- 9 W. F. ALLEWELL AND P. HONG, in P. HONG (Ed.), *Principles of Sugar Technology, Vol. II*, Elsevier, Amsterdam, 1959, p. 337.
- 10 J. EISNER, *Basic Calculations for the Sugar Factory*, Booklet Brothers & McConnell, London, 1956, p. 8.
- 11 C. G. M. PERK, *Proc. 38th Conf. SASSA, 1964*, p. 35.
- 12 S. African Sugar Technol. Assoc., *56th Ann. Rep.*, p. 14.
- 12 N. DEER, *op. cit.*, p. 403.
- 13 P. HONG, *Sugar J.*, 18 (2) (1955) 43.
- 14 P. G. WEAVER, *et al.*, *Sugar Res. Inst. Mackay, Queensland, Tech. Rep. No. 76*, p. 25.
- 15 L. A. TROMP, *op. cit.*, p. 517.
- 16 A. C. WATSON, *Facts Sugar*, 28 (1953) 256.
- 17 C. EASON, *Sugar J.*, 13 (5) (1950) 53.
- 18 J. G. SALINAS, *Facts Sugar*, 35 (1940) 31.
- 19 M. A. DOOLAN, *Int. Sugar J.*, 41 (1939) 425.
- 20 H. J. SPALSTRA, *Int. Sugar J.*, 69 (1967) 195.
- 21 R. C. PITCAIRN, *Int. Sugar J.*, 33 (1971) 141.
- 22 L. A. TROMP, *op. cit.*, p. 525.
- 23 D. H. FOSTER, B. D. SOKKILL AND L. E. RILEY, *Int. Sugar J.*, 61 (1959) 84.
- 24 P. HONG, *Sugar J.*, 18 (2) (1955) 41.
- 24a G. N. ALLAN, *Proc. 48th Conf. SASSA, 1966*, p. 185.
- 25 V. E. BAILEY, *Sugar Azucar*, 11 (4) (1956) 5h.
- 26 P. HONG, *Sugar J.*, 15 (4) (1952) 22.
- 27 L. A. TROMP, *op. cit.*, p. 518.
- 28 P. HONG, *Sugar J.*, 14 (5) (1951) 11.
- 29 B. G. ADKINS, *Proc. 23rd Conf. JSSC T, 1956*, p. 49.
- 30 G. C. DE BRUYN, in P. HONG (Ed.), *Principles of Sugar Technology, Vol. II*, Elsevier, Amsterdam, 1959, p. 471.
- 31 A. H. PRÄGER, *Int. Sugar J.*, 42 (1940) 286.
- 32 J. H. PAYNE, in P. HONG (Ed.), *Principles of Sugar Technology, Vol. II*, Elsevier, Amsterdam, 1959, p. 504.
- 33 P. HONG, *Principles of Sugar Technology, Vol. III*, Elsevier, Amsterdam, 1963, p. 565.




CRYSTALLIZATION TECHNOLOGY HANDBOOK

Second Edition
Revised and Expanded

edited by
A. Mersmann
Technical University of Munich
Garching, Germany



MARCEL DEKKER, INC.

NEW YORK • BASEL

ISBN: 0-8247-0528-9

This book is printed on acid-free paper

Headquarters

Marcel Dekker, Inc.
270 Madison Avenue, New York, NY 10016
tel: 212-696-9000; fax: 212-685-4540

Eastern Hemisphere Distribution

Marcel Dekker AG
Hutgasse 4, Postfach 812, CH-4001 Basel, Switzerland
tel: 41-61-261-8482; fax: 41-61-261-8896

World Wide Web

<http://www.dekker.com>

The publisher offers discounts on this book when ordered in bulk quantities. For more information, write to Special Sales/Professional Marketing at the headquarters address above.

Copyright © 2001 by Marcel Dekker, Inc. All Rights Reserved.

Neither this book nor any part may be reproduced or transmitted in any form or by any means, electronic or mechanical, including photocopying, microfilming, and recording, or by any information storage and retrieval system, without permission in writing from the publisher.

Current printing (last digit):

10 9 8 7 6 5 4 3 2 1

PRINTED IN THE UNITED STATES OF AMERICA

Contents

Preface

Contributors

1. Physical and Chemical Properties of Crystalline Systems

A. Mersmann

1. Measures of Solubility and Supersaturation
2. Solubility and Phase Diagram
3. Heat Effects (Enthalpy-Concentration Diagram)
4. Crystalline Structure and Systems
5. Polymorphism and Racemism
6. Real Crystals (Polycrystals)
7. Physical Properties of Real Crystals
8. Surface Tension of Crystals
- References

2. Activated Nucleation

A. Mersmann, C. Heyer, and A. Eble

1. Homogeneous Nucleation
2. Heterogeneous Nucleation
3. Surface Nucleation on Crystals
4. Comparison of Nucleation Rates
- References

3. Crystal Growth

A. Mersmann, A. Eble, and C. Heyer

1. Diffusion-Controlled Crystal Growth
2. Integration-Controlled Crystal Growth
3. Estimation of Crystal Growth Rates
4. Growth in Multicomponent Systems and Solvent Effects
5. Influence of Additives and Impurities
6. Metastable Zone, Recommended Supersaturation
- References

4. Particle Size Distribution and Population Balance

A. Mersmann

1. Particle Size Distribution
2. Population Balance
3. Clear-Liquor Advance (Growth-Type Crystallizers)
4. Fines Destruction with Solute Recycle
5. Classified Product Removal with Fines Destruction
6. Classified Product Removal
7. Deviations from the MSMPR Concept
8. Population Balance in Volume Coordinates
- References

5. Attrition and Attrition-Controlled Secondary Nucleation

A. Mersmann

1. Attrition and Breakage of Crystals
2. Growth of Attrition Fragments
3. Impact of Attrition on the Crystal Size Distribution
4. Estimation of Attrition-Induced Rates of Secondary Nucleation
- References

6. Agglomeration

A. Mersmann and B. Braun

1. Population Balance
2. Interparticle Forces
3. Agglomeration Rates
4. Avoidance and Promotion of Agglomeration
5. Collisions in Multiparticle Systems
6. Tensile Strength of Aggregates
- References

7. Quality of Crystalline Products

A. Mersmann

1. Median Crystal Size
2. Crystal Size Distribution
3. Crystal Shape
4. Purity of Crystals
5. Flowability of Dried Crystals and Caking
- References

8. Design of Crystallizers

A. Mersmann

1. Crystallization Apparatus
2. Operating Modes
3. Mass Balance
4. Energy Balance
5. Fluidized Bed
6. Stirred Vessel (STR)
7. Forced Circulation
8. Heat Transfer
9. Mass Transfer
- References

9. Operation of Crystallizers

A. Mersmann and F. W. Rennie

1. Continuously Operated Crystallizers
2. Batch Crystallizers
3. Seeding
4. Crystallizers for Drowning-Out and Precipitation
5. Sampling and Size Characterization

6. Incrustation

7. Fitting the Process Parts Together
- References

10. Challenges in and an Overview of the Control of Crystallizers

S. Rohani

1. Introduction
2. Dynamic Modeling of Crystallization Processes
3. Instrumentation in Crystallization Control
4. Control of Crystallization Processes
5. Conclusion
- References

11. Reaction Crystallization

R. David and J. P. Klein

1. Introduction
2. Driving Force of Reaction Crystallization
3. Reaction Crystallization Kinetics
4. Fluid Dynamics, Mixing, and Precipitation
5. Conclusion: A General Methodology to Solve a Reaction Crystallization Problem
- References

12. "Tailor-Made Additives" and Impurities

I. Weissbuch, L. Leiserowitz, and M. Lahav

1. Introduction
2. Tailor-Made Additives for Crystal Morphology Engineering
3. Tailor-Made Additive Molecules for Crystal Dissolution: Stereospecific Etchants
4. Theoretical Modeling
5. Mode of Occlusion of Impurities in Crystals
6. Tailor-Made Additives for Inhibition and Promotion of Crystal Nucleation
7. Outlook
- References

13. Suspension Crystallization from the Melt

K. Toyokura and I. Hirasawa

1. Introduction

2. Fundamentals of Crystallization from the Melt
3. Suspension Crystallization (Indirect Heat Transfer)
4. Direct Contact Cooling Crystallizers
- References

14. Layer Crystallization and Melt Solidification

K. Wintermantel and G. Wellinghoff

1. Layer Crystallization
2. Melt Solidification
- References

15. Thermal Analysis and Economics of Processes

A. Mersmann

1. Capital Costs of Crystallizers and Operating Parameters
2. Role of Incrustation for Economics
3. Model of Solids Production Processes
4. Energy of the Evaporation Step
5. Energy of the Drying Step
6. Solid Liquid Separation
7. Crystallization or Precipitation Step
8. Thermal Analysis of the Entire Process
9. Overall Economics
- References

Appendix

Notation

Bibliography

Substance Index

Handwritten signatures and initials at the bottom right of the page.

06-19254

S67

