

CAPÍTULO I
INTRODUCCIÓN

I. INTRODUCCIÓN

1.1. ANTECEDENTES

El proceso de obtención de ceras a partir de la cachaza, viene siendo estudiado desde años atrás, con la finalidad de extraer la cantidad de cera que contiene la cachaza usada como bioabono y así evitar que los suelos pierdan su permeabilidad, además de aprovechar un subproducto de la industria azucarera.

El azúcar, desde hace varios años, enfrenta una situación muy crítica como producto de comercialización internacional, los países productores de caña de azúcar tienen el interés de desarrollar una estrategia para incrementar la competitividad, lo que ha incluido como una acción fundamental la diversificación de la misma, mediante el uso integral de la caña de azúcar como materia prima para un elevado número de derivados y subproductos.

Los principales subproductos de la industria azucarera son el bagazo, las vinazas y la cachaza. El bagazo y las vinazas encuentran aplicaciones en otras industrias o procesos, sin embargo, la cachaza se emplea fundamentalmente como aditivo en alimento animal y fertilizante para campos agrícolas. Dicho uso, se ve limitado por la capacidad de los suelos para aceptarla, lo que provoca serios problemas de contaminación. Por tales motivos, se hace necesario extraer la cera de este residuo y encontrar una solución a gran escala para la revalorización de este desecho.

Las experiencias productivas de plantas industriales cubanas indican que como valor medio se obtienen 180 g de cera refinada por tonelada de caña que entra al proceso de producción de azúcar. El resto del material ceroso queda en el bagazo y en el jugo, debido a la ineficacia del proceso de refinación, un 60 % de la llamada cera dura que, trae la cera cruda, pasa a las fracciones aceite y resina (García, 1986 citado en Pozo, 2017).

En Bolivia la producción de ceras no se lleva a cabo, si bien existen ocho ingenios azucareros con una capacidad instalada conjunta de alrededor 76.000 T.C.D., sólo uno de ellos ha diversificado su producción con una gama de subproductos, el resto sólo se

dedica a elaborar azúcar, alcohol y bioabono. A continuación se muestra en la TABLA I – 1 que productos elaboran los ingenios azucareros de Bolivia.

Tabla I-1 Diversificación de productos en los Ingenios azucareros de Bolivia

DEPARTAMENTO	INDUSTRIA	PRODUCTOS
Santa Cruz	Unión Agroindustrial de cañeros S.A. (UNAGRO)	Alcohol potable, azúcar: refinado, blanco especial, blanco y azúcar crudo.
	Planta Industrial Don Guillermo Ltda.	Alcohol, azúcar, pastobol y levabol.
	Compañía Industrial Azucarera San Aurelio S.A. (CIASA)	Alcohol, Azúcar: crudo, refinado, refinado exportación, blanco de refinería, blanco especial y azúcar estándar.
	Ingenio Alcohólico Santa Cecilia	Alcohol
	Ingenio Sucroalcohólico Aguá S.A.	Alcohol, azúcar sin azufre
	Ingenio Azucarero Guabirá S.A.	Azúcar blanco: refinado, extrafino y especial. Azúcar crudo. Alcoholes: extraneutro, potable y deshidratado. Alimento balanceado. Energía eléctrica. Ron de caña. Miel y melaza de caña. Levadura seca. Bioabono. Bagazo hidrolizado.
Tarija	Industrias Agrícolas de Bermejo I.A.B.S.A.	Alcohol. Azúcar blanco, azúcar crudo y bioabono.
La Paz	Ingenio Azucarero San Buenaventura E.A.S.B.A.	Alcohol y azúcar

Fuente: BBV S.A., 2015.

La superficie de caña cultivada en territorio boliviano ha ido creciendo gradualmente en el 2013 la cantidad de caña cultivada aumenta debido a que entran en operación industrias como Aguai y San Buenaventura. Lo cual es importante ya que indica una mayor cantidad de cachaza generada en toda Bolivia. En la siguiente TABLA I - 2 se muestra la producción de caña de azúcar desde el 2010 hasta 2017.

Tabla I-2 Producción de caña de azúcar en Bolivia

AÑO	PRODUCCIÓN CAÑA DE AZÚCAR [t]
2010	5.335.735
2011	5.494.370
2012	7.241.104
2013	8.064.683
2014	7.598.630
2015	7.192.512
2016	7.374.751
2017	8.049.439

Fuente: I.N.E. Bolivia, 2013.

Hasta ahora no se ha pensado un uso alternativo que se pueda dar a la cachaza producida en todos los ingenios azucareros de Bolivia a parte del uso actual que es el bioabono.

En la región sur de Bolivia se cuenta sólo con un ingenio azucarero (I.A.B.S.A.)¹, que dedica su producción a elaborar azúcar de mesa, azúcar morena, alcohol y bioabono. La cantidad de caña procesada en este ingenio azucarero se muestra en la TABLA I - 3.

¹ Industrias Agrícolas de Bermejo Sociedad Anónima

Tabla I-3 Cantidad de caña procesada en I.A.B.S.A. (2012 - 2017)

AÑO	2012	2013	2014	2015	2016	2017
CAÑA [t]	559.073	374.610	275.087	61.643	316.044	258.701

Fuente: Informe de producción de I.A.B.S.A., 2018.

La cachaza representa entre el 3 – 5 % del total de caña procesada. Esta cachaza que se produce en el ingenio se usa en su totalidad para elaborar bioabono, por lo que obtener cera de caña de azúcar, a partir de cachaza, permite hacer una mejor disposición del residuo y aprovechar este subproducto para generar dos nuevos productos: cera refinada y bioabono.

1.2. OBJETIVOS

Los objetivos que se persiguen con la realización de este proyecto de investigación son:

1.2.1. Objetivo General

Obtener cera refinada de caña de azúcar (*Saccharum officinarum*) a partir de cachaza generada en el ingenio azucarero de Bermejo (I.A.B.S.A.) Tarija (Bolivia).

1.2.2. Objetivos Específicos

- ❖ Caracterizar las propiedades físico - químicas de la materia prima (cachaza) generada en el ingenio azucarero de Bermejo (I.A.B.S.A.) Tarija (Bolivia).
- ❖ Analizar y seleccionar el proceso tecnológico experimental de obtención de cera refinada de caña de azúcar (*Saccharum officinarum*) a partir de cachaza generada en el ingenio azucarero de Bermejo (I.A.B.S.A.).
- ❖ Diseñar y ejecutar la fase experimental del proceso tecnológico de obtención de cera refinada de caña de azúcar (*Saccharum officinarum*) a partir de cachaza generada en el ingenio azucarero de Bermejo (I.A.B.S.A.).
- ❖ Determinar y valorar las propiedades físico - químicas; así como los parámetros de calidad de la cera refinada de caña de azúcar (*Saccharum officinarum*) obtenida en la fase experimental.
- ❖ Determinar el rendimiento del proceso tecnológico de obtención utilizado para la obtención de cera refinada de caña de azúcar (*Saccharum officinarum*) a partir de cachaza generada en el ingenio azucarero de Bermejo (I.A.B.S.A.).
- ❖ Presentar, analizar y discutir los resultados del proceso tecnológico experimental de obtención de cera refinada de caña de azúcar (*Saccharum officinarum*) a partir de cachaza generada en el ingenio azucarero de Bermejo (I.A.B.S.A.)

1.3. JUSTIFICACIÓN DEL PROYECTO

En la fabricación de azúcar a partir de la caña de azúcar se generan subproductos, como la cachaza, que es necesario darle un uso adecuado dentro de la industria.

Actualmente, el ingenio azucarero de Bermejo usa los subproductos como la melaza para elaborar alcohol; bagazo como combustible para las calderas de generación de vapor y la cachaza para elaborar bioabono, mismo que vuelve al campo para fertilizar los cultivos de caña y que retorna en mayor tonelaje de caña por hectárea, acción que beneficia tanto a cañeros como a industriales. El bioabono elaborado en el ingenio azucarero de Bermejo es utilizado por la sub gobernación de Tarija con la cual existe un convenio; utilizan también los agricultores de la vid del valle central de Tarija y Camargo obteniendo buenos rendimientos en sus cultivos.

Según el Ing. Mario Gallardo gerente técnico I.A.B.S.A., (2018) la venta de bioabono en Bermejo se vio disminuido: “Por problemas de organización de los propios cañeros, estos no hacen uso del bioabono que entrega la fábrica, es decir no renuevan sus terrenos a falta de recursos y mala organización, por lo tanto, no se cumple el ciclo de beneficio.

Es importante el aprovechamiento de los subproductos de la industria azucarera por ello una alternativa es obtener la cera de caña de azúcar; además de elaborar bioabono con una cachaza libre de cera. Los recientes desarrollos en el campo de transformación de los subproductos del ingenio azucarero justifican el presente proyecto de investigación sobre la obtención de cera refinada a partir de cachaza que se genera en el ingenio azucarero de Bermejo.

1.3.1. Impacto Económico

La cachaza es un subproducto de la industria azucarera, que hasta la fecha solo se usa como bioabono. El presente estudio nos muestra que el mercado de ceras vegetales va en alza ya que su aplicación se está diversificando. En la actualidad los países que manejan el mercado de ceras vegetales son Brasil con (15.900 t) y México (1.723 t) con ceras de Carnauba y de Candelilla respectivamente.

Se ha demostrado que a partir de la cachaza se puede obtener cera con características necesarias para competir en el mercado de las ceras vegetales; el precio de las ceras vegetales está alrededor de 5,11 [\$/kg].²

1.3.2. Impacto Tecnológico

Se explora el proceso de extracción de cera refinada de la caña de azúcar a partir de un subproducto “cachaza”, permitiendo que los ingenios azucareros aprovechen al máximo un subproducto disponible.

Las experiencias tecnológicas muestran que se puede lograr un porcentaje de extracción de 86,17 % y un rendimiento de extracción de cera de 7,56 % a partir de cachaza³. Consiguiendo que los ingenios azucareros se diversifiquen en cuestión de nuevos productos.

1.3.3. Impacto Social

Las ceras vegetales por sus componentes y propiedades pueden ser usadas en la industria farmacéutica. De la cera refinada se puede obtener un producto de alto valor agregado llamado Policosanol, que ayuda en el control del colesterol, además de ser usado para tratamiento de complicaciones arterioscleróticas⁴.

1.3.4. Impacto Ambiental

Al igual que otros materiales orgánicos, la cera de la cachaza puede deteriorar la permeabilidad, aireación, estructura y composición del suelo. Los residuos de la industria azucarera y sus posibles aprovechamientos, son un tema de actualidad en las zonas cañeras, las cuales deben ajustarse a nuevas normativas ambientales.

Debido a la cantidad de sales y cera que contiene la cachaza, no se puede usar esta como abono directamente. Por ellos pasa antes por un tratamiento en el que se

² Estudio de producto “Ceras vegetales” en I.T.C.

³ Porcentaje de extracción y rendimiento sacados de MSc. Rebollar I., Ing. García D., Ing. Hernández González R., Ing. Guerra Rodríguez L., Dra. Ramos G. *Extracción de cera a partir de cachaza con etanol 96°GL a escala de laboratorio.*

⁴ Usos de la cera de caña de azúcar sacado de Mario R. Muñoz, Mario J. Merida, Telma M. Cano, *Evaluación del potencial de la cera de cachaza como un coproducto de la caña de azúcar.*

transforma la cachaza a bioabono.

Obtener cera refinada a partir de cachaza asegura tener un bioabono libre de lípidos que podrían impermeabilizar los suelos en un futuro. Otro atractivo que tiene la obtención de cera es que la extracción se realiza con solventes orgánicos naturales que no son tóxicos ni restringidos para la compra en nuestro país.

CAPÍTULO II
CONSIDERACIONES DE LA MATERIA PRIMA Y
EL PRODUCTO

II. CONSIDERACIONES DE LA MATERIA PRIMA Y EL PRODUCTO

2.1. Consideraciones de la cachaza

2.1.1 La industria azucarera en el sur de Bolivia

En Bolivia la producción de azúcar está constituida por caña de azúcar, característica de zonas geográficas donde se produce; dichas zonas están comprendidas por los departamentos de Santa Cruz, Tarija y La Paz, departamentos en los cuales se cultiva la totalidad de la caña de azúcar que se procesa en Bolivia.

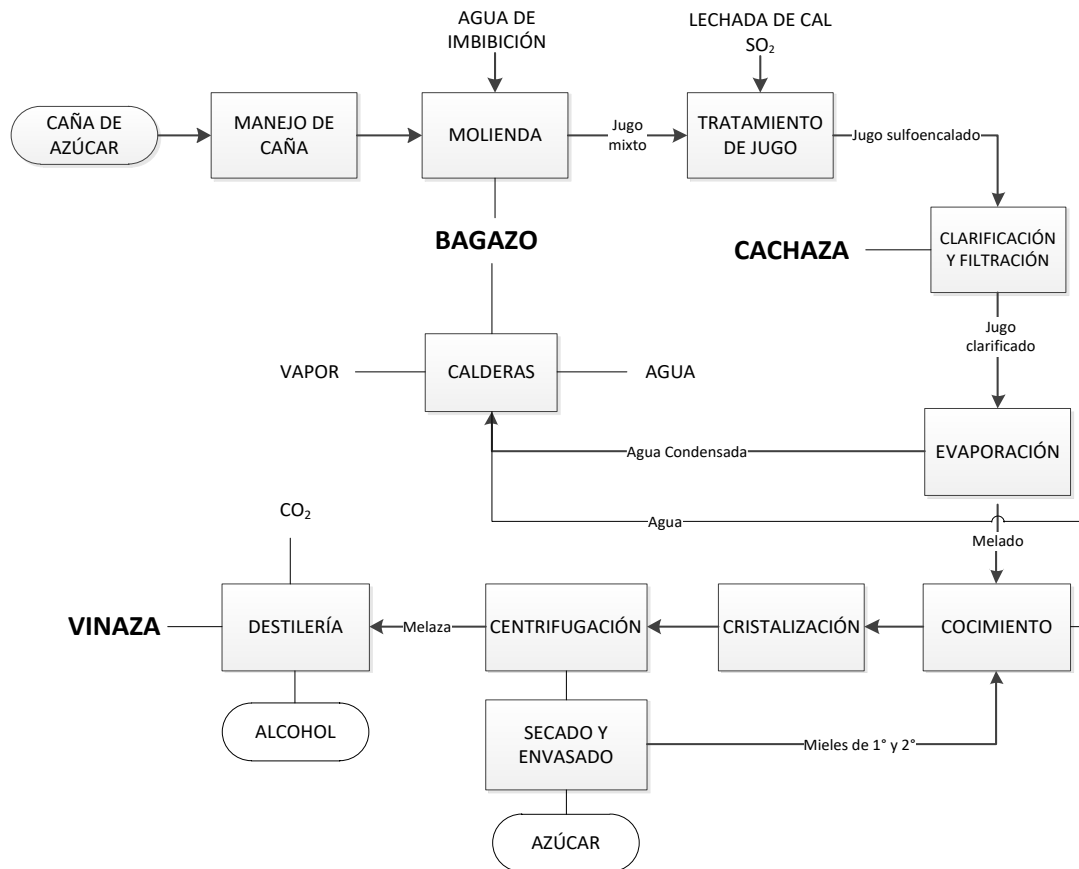
El área de producción de Tarija está ubicada en la provincia Aniceto Arce municipio Bermejo y parte de Padcaya.

El único ingenio azucarero que se tiene en el sur de Bolivia es Industrias Agrícolas de Bermejo Sociedad Anónima (I.A.B.S.A.) que está ubicado a 7 km en la comunidad de arrozales, provincia Aniceto Arce del departamento de Tarija, según el censo agropecuario del 2013 Bermejo cuenta con 8.698,2 hectáreas de plantaciones de caña en toda la región y 2.223,1 hectáreas que son aptas para plantaciones de cítricos y otros cultivos tropicales.

El proceso de producción que se tiene en el ingenio azucarero de Bermejo es similar al de todos los ingenios de Bolivia, obteniendo en su proceso subproductos como la cachaza, bagazo y vinaza.

A continuación, en la FIGURA 2 - 1 se muestra de manera resumida el proceso de obtención de azúcar, además de especificar en qué parte del proceso se tienen los subproductos mencionados anteriormente.

Figura 2 -1 Diagrama de bloques de producción de azúcar (I.A.B.S.A.)



Fuente: Elaboración propia, 2018.

2.1.2. Subproductos de Industrias Agrícolas de Bermejo Sociedad Anónima

En las plantas procesadoras de azúcar se generan subproductos que en la actualidad son de gran importancia, pues a través de éstos se puede realizar una diversificación de los ingenios azucareros con beneficios tanto económicos como sociales, la información que se presenta en la TABLA II - 1 permite conocer un poco acerca de dichos subproductos.

Tabla II-1 Subproductos de la industria azucarera

SUBPRODUCTO	DESCRIPCIÓN	USOS
Bagazo	Es el residuo fibroso que se obtiene durante la extracción del jugo.	Combustible para producir azúcar, producción de furfural, obtención de alcohol y proteínas para alimentación animal, producción de papel, material para producción de madera artificial.
Melaza	Es una miel obtenida del lavado de los granos de azúcar.	Producción de levadura panadera, producción de ron, alimento para animal y su conversión en alcohol.
Residuos de la cosecha	Aquéllos llamados barbojo, resultan de despajar la caña y descogollarla.	Alimentación para ganado, fuente de productos hidrolíticos, como fuente energética.
Cachaza	Es el residuo que se obtiene del proceso de filtración de los jugos.	Fertilizante para campos de caña, composta extracción de cera, extracción de policosanol, alimento para animales.

Fuente: Pozo Sebastián Andrés, 2017.

En el ingenio azucarero de Bermejo se generan todos estos subproductos a excepción de los residuos de cosecha. El uso relevante se da al bagazo pues se emplea para generar energía eléctrica; la melaza para producción de alcohol y la cachaza para elaborar bioabono.

La utilización del bagazo para la generación de energía eléctrica, permite al ingenio no sólo eliminar un residuo que tiene que acumularse constantemente, sino que al mismo tiempo le permite generar un producto que puede ser comercializado, además de la autosostenibilidad eléctrica del ingenio.

A partir de la melaza se produce alcohol. Para ello se pesa la melaza, se la almacena en tanques o se la lleva directamente a cubas de fermentación para su centrifugado y

destilación, obteniéndose así el alcohol que luego es vendido al mercado interno y externo.

La cachaza se destina en su totalidad para preparar bioabono, se mezcla la cachaza con una cantidad de cenizas de combustión de bagazo y vinaza para formar un compost que se depone en la planta de bioabono listo para ser entregado a los cañeros de la región.

Nuissier, 2002 citado en Muñoz, Mérida y Cano (2019 : 3) explica que la cera puede extraerse a partir de la caña, la cachaza, el bagazo o la vinaza. La cachaza es la fuente más práctica, ya que es un residuo natural del proceso de fabricación de azúcar y no implica sacrificar materia prima como la vinaza donde la cera se transforma debido a la fermentación y destilación; en caso del bagazo se utiliza como combustible en los hornos de las calderas.

2.1.3. La cachaza como subproducto

2.1.3.1. Beneficios de usar la cachaza como bioabono

La cachaza permite incrementar los rendimientos de los suelos donde se planta la caña de azúcar. Usar la cachaza como un abono trae consigo las ventajas siguientes:

- ▶ Soluciona el problema de disposición de la cachaza.
- ▶ Reemplaza el fertilizante nitrogenado.
- ▶ Sirve como mejorador físico del suelo.
- ▶ Recupera la capacidad productiva del suelo.

Por su origen la cachaza no tiene costo de producción debido a que es un residuo del ingenio, por ello es factible el uso de este subproducto para obtener otros productos terminados de mayor valor agregado.

2.1.3.2. Características físico - químicas de la cachaza

La cachaza es un residuo que se produce en el proceso de clarificación del jugo de caña de azúcar, el porcentaje de cachaza por cada tonelada molida de caña es alrededor del 3 – 5 %.

La cachaza es un material suave, esponjoso, amorfo de color oscuro y café que contiene

fibra, coloides coagulados incluyendo cera de caña, albuminoides, partículas grasas. Donde aproximadamente un 80 % es agua y 0,90 – 1,5 % azúcar, materia orgánica, nitrógeno, fósforo, potasio, calcio, azufre y otros materiales en diferentes porcentajes.

La cachaza según Ávila y Hernández (2007), contiene: 2 – 3 % de cera cruda, 7 % de arcillas e impurezas orgánicas, 15 % de bagacillo y azúcares disueltos, y aproximadamente 75 % de humedad, todos estos porcentajes están dados en peso. Sirve como materia prima para obtener cera, pues cuando se muele la caña se desprende del 40 a 50 %, pasando al jugo y formando parte de la materia suspendida.

La cachaza que se genera en el ingenio azucarero de Bermejo se la puede definir como un residuo en forma de torta que se elimina en el proceso de clarificación del jugo de caña. Es una masa muy húmeda, su temperatura a la salida de los filtros es mayor a 70 °C y su densidad como promedio es de 0,8 g / cm. Por ello se muestra a continuación la composición física de la cachaza:

Tabla II-2 Composición física de la cachaza generada en I.A.B.S.A.

% Humedad	71,74
% Fibra	26
PH	6,2
Conductividad	2200 Umhos / cm (15 °C)
% MO	74,51
% Sólidos totales	28,25
% Sólidos volátiles	79,3

Fuente: Flores Estela, 2001

La composición química de la cachaza del ingenio azucarero de Bermejo (I.A.B.S.A.) se aprecia en la tabla siguiente:

Tabla II-3 Composición química de la cachaza generada en I.A.B.S.A.

Sulfatos	62 mg / l
Cloruros	161,9 mg / l
Carbonatos	0 mg / l
Bicarbonatos	973 mg / l
Dureza total	3043 mg CaCO ₃ / l
Calcio	2300 mg CaCO ₃ / l
Ceniza	0,20 %
Magnesio	743 mg CaCO ₃ / l
Sólidos totales	19,35 g / l
Sodio	10,11 mg / l
Potasio	83,6 mg / l
Fósforo	0,16 %

Fuente: Flores Estela, 2001

La constitución de la cachaza depende de los siguientes factores: tipo de suelo, variedad de caña, tipo de cosecha (mecanizado o manual), grado de extracción del jugo, cantidad de cal y otros productos clarificadores, métodos de filtración empleados y tamaño de los orificios del colador.

2.1.4. Cantidad de cachaza generada en Industrias Agrícolas de Bermejo Sociedad Anónima

Para cuantificar la cachaza es importante indicar que la cantidad de ésta es directamente dependiente de la cantidad de la caña de azúcar que se procesa en el ingenio azucarero de Bermejo, se muestra en la TABLA I - 3 la cantidad de caña de azúcar que se molió en los últimos seis años.

La información bibliográfica muestra que la cachaza representa el 3 – 5 % del total de

caña de azúcar que se procesa, debido a la importancia de este porcentaje se presenta el porcentaje de cachaza a partir de la cantidad de caña molida en los últimos seis años dentro del ingenio azucarero de Bermejo (I.A.B.S.A.).

Tabla II-4 Porcentaje de cachaza generada en I.A.B.S.A. en los últimos seis años

AÑO	2012	2013	2014	2015	2016	2017
% CACHAZA	3,05	3,58	2,86	4,75	3,85	2,69

Fuente: Informes de producción de IABSA, 2018.

Con los datos de la TABLA II - 4 porcentajes de cachaza que se tiene por cada gestión de la caña molida y con la cantidad de caña de azúcar que entró a molienda en dichos años (TABLA I – 3) se puede cuantificar la cantidad de cachaza en toneladas que se tuvo en los últimos seis años:

Tabla II-5 Cantidad de cachaza generada en I.A.B.S.A. en los últimos seis años

AÑO	2012	2013	2014	2015	2016	2017
CACHAZA [t]	17.027	13.415	7.860	2.929	12.176	6.273

Fuente: Elaboración propia, 2018.

En los últimos seis años se observa que la cantidad de cachaza ha disminuido (2014, 2015 y 2017). La zafra del 2014 se vio afectada por la promulgación de la ley N° 307 ley del complejo productivo de la caña de azúcar, en la que se manifiesta la cancelación de la materia prima para el sector cañero debe ser una coparticipación del azúcar de 60,60 % y 55 % del alcohol, llegando ese año a una mitad de zafra. El 2015 prácticamente no hubo zafra porque los cañeros exigían el pago de 55 % más del alcohol, por lo que bloquearon e ingresó un mínimo de caña. Al no existir zafra el 2015 se perjudicó al cañero quien decidió cambiar de rubro, entrando la empresa un una crisis porque no se llegó a producir ni 100.000 qq de azúcar.

La situación del ingenio va mejorando por lo que en la gestión 2018 se estima moler mayor cantidad de caña. Como indica el Ing. Gallardo - Gerente técnico de I.A.B.S.A.

“...en este año se estima procesar 500.000 tm de caña. La cantidad de cachaza que se produce representa aproximadamente el 4 % por cada tonelada que entra a producción de azúcar, por lo tanto se tendría la producción de 20.000 t de cachaza.”

2.2. Consideraciones de la cera de caña de azúcar

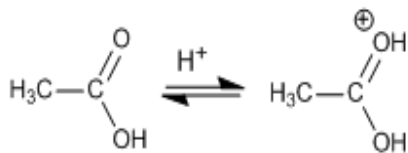
2.2.1. Generalidades de las ceras

Los lípidos son un conjunto de moléculas constituidas por carbono, hidrógeno y en menor medida oxígeno. También pueden contener fósforo, azufre y nitrógeno. Son moléculas hidrófobas (insolubles en agua), pero solubles en disolventes orgánicos. A los lípidos se los llama incorrectamente grasas, ya que las grasas son procedentes solamente de animales. Los lípidos cumplen funciones diversas en los organismos vivientes, entre ellas la de reserva energética como los triglicéridos y estructural como los fosfolípidos.

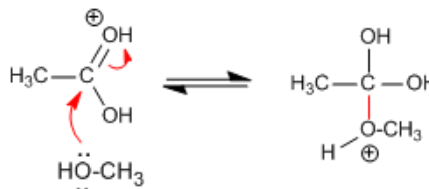
Las ceras son moléculas que se obtienen por esterificación de un ácido graso con un alcohol, a continuación un breve ejemplo del mecanismo de esterificación:

Tabla II-6 Ejemplo del mecanismo de esterificación o formación de ceras

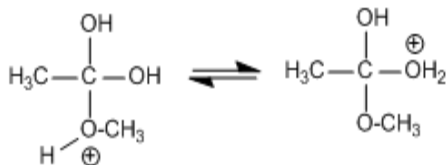
Etapa 1. Protonación del oxígeno carbonílico



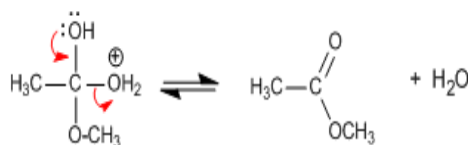
Etapa 2. Adición del alcohol



Etapa 3. Equilibrio ácido base.



Etapa 4. Eliminación de agua



Fuente: Fernández G., 2009.

A temperatura ambiente son sólidas y duras. En los animales se puede encontrar cera en la superficie del cuerpo, piel, plumas, cutícula, etc. como se muestra en los siguientes ejemplos:

$CH_3(CH_2)_{14}COOCH_2(CH_2)_{28}CH_3$ palmitato de micirilo (de la cera de abejas)

$CH_3(CH_2)_{24}COOCH_2(CH_2)_{30}CH_3$ cerotato de micirilo (de la cera de carnauba)

$CH_3(CH_2)_{14}COOCH_2(CH_2)_{14}CH_3$ palmitato de cetilo (en esperma de ballena)

San Anastasio, 2010 citado en Muñoz, Mérida y Cano (2019, Febrero 11) indica que en los vegetales, las ceras recubren la epidermis de frutos y tallos, evitando junto con la cutícula la pérdida de agua por evaporación.

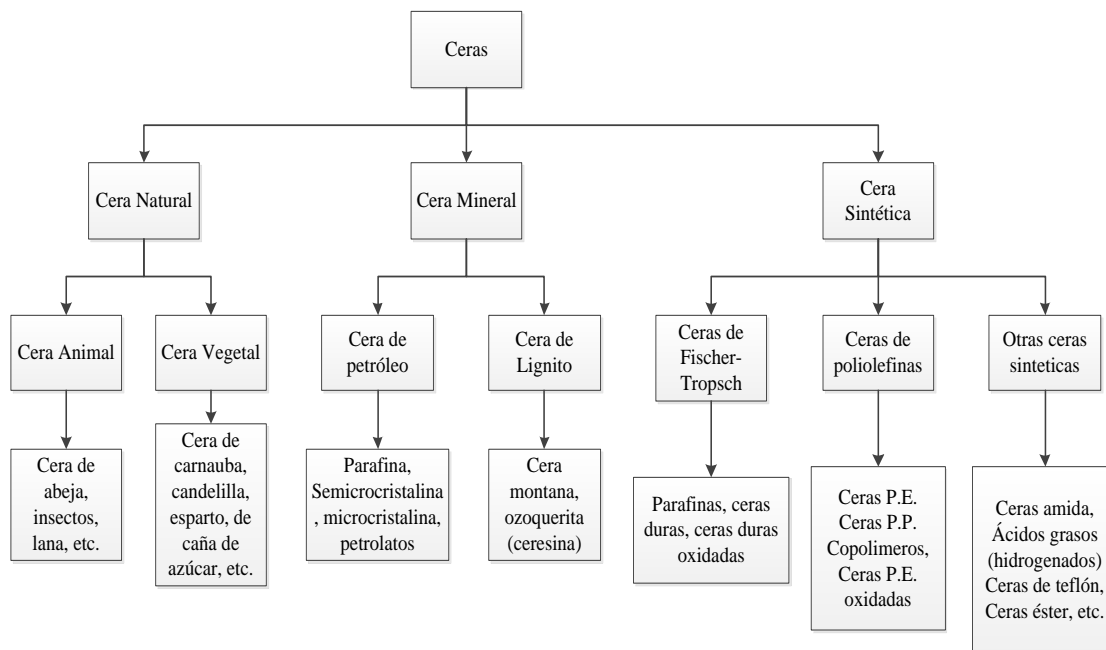
Todas las ceras son compuestos orgánicos, tanto los sintéticos como los de origen natural.

2.2.2. Ceras naturales

Desde la antigüedad, las ceras han sido ampliamente utilizadas por el hombre, ya sea en el embalsamado de las momias, pinturas rupestres y más recientemente, en industrias textiles, de cosméticos y farmacéutica.

Mundialmente, se usaban diferentes clases de ceras, en dependencia de las calidades requeridas para cada aplicación. Las ceras más utilizadas se pueden clasificar de acuerdo a su origen como ceras minerales, animales y vegetales. A continuación en la FIGURA 2 – 2 se muestra la clasificación de las ceras:

Figura 2-2 Clasificación de las ceras



Fuente: Madrigal P. C., 2007.

Las ceras están compuestas por series homólogas de diversas sustancias, dentro de las que se incluyen monoésteres, hidrocarburos, cetonas, aldehídos, ésteres de esteroides y triacilglicerol, ácidos grasos y alcoholes libres e hidroxácidos. Además, terpenoides, flavonoides y compuestos no volátiles.

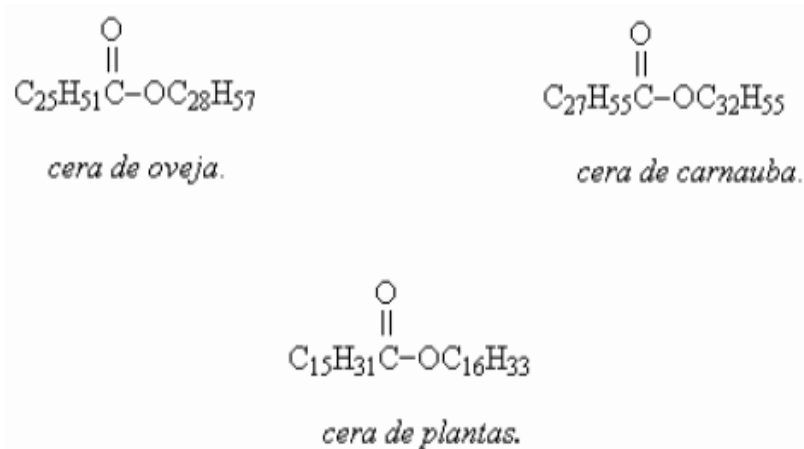
La cera de caña de azúcar (*Saccharum officinarum*) según su origen es una cera vegetal.

2.2.3. Ceras vegetales

Las ceras vegetales se encuentran formando un revestimiento de las hojas, tallos y semillas, esto se presenta en el reino vegetal como una protección de la planta para reducir la evaporación de agua, particularmente en las regiones tropicales.

Como se explicó en el punto 2.2.1. Las ceras son lípidos que se encuentran en la superficie de plantas y funcionan como impermeabilizantes. Los ácidos grasos que forman parte de estos lípidos, pueden ser ramificados, insaturados o formar anillos como se muestra en la siguiente figura.

Figura 2-3 Estructura de distintos tipos de ceras



Fuente: Madrigal Carlos, 2007.

La FIGURA 2 - 3 muestra la estructura de algunas ceras, en las cuales se puede observar claramente la variación en la cantidad de átomos de carbono según el tipo de cera. Las ceras no son grasas, ni aceite, porque en su formación no interviene el alcohol propanotriol (glicerol).

En los vegetales, las ceras normalmente se encuentran recubriendo las superficies de las hojas, cortezas, frutos y en las cutículas de los tallos. Dentro del grupo de ceras de origen vegetal se puede citar:

- 1) **La cera de uricuri** (del Brasil o curicuri) extraída de las hojas de una variedad de palmera (*Attalea excelsa*).
- 2) **La cera de palmera**, exudada espontáneamente en la intersección de las hojas de otra variedad de palmera (*Ceroxylon andicola*), que se recoge del tronco del árbol; se presenta generalmente en trozos esféricos porosos y quebradizos, de color blanco amarillento.
- 3) **La cera de algodón y la cera de lino**, contenidas en las fibras de estos vegetales, de los que se extraen con disolventes.
- 4) **La cera de ocotilla**, que se extrae con disolventes de la corteza de un árbol que crece en México.

- 5) **La cera de pisang**, procedente de una especie de polvo extendido en las hojas de algunas especies de bananeros de Java.
- 6) **La cera de esparto**, extraída del polvo que se forma al abrir las balas de esparto seco.
- 7) **La cera de carnauba**, exudada por las hojas de una variedad de palmera (*Corypha cerífera* o *Copernicia cerífera*, llamada palmera de la cera), es una sustancia cética de color verdoso, grisáceo o amarillento, más o menos untuosa, de estructura casi cristalina, muy frágil y de agradable olor a heno.

Figura 2-4 Hoja de planta de carnauba



Fuente: Cosmética natural, 2009.

- 8) **La cera de candelilla**, que se obtiene hirviendo en agua una planta de México (*Euforbia antisyphilitica* o *Pedilanthus pavonis*); es una cera parda, translúcida y dura.

Figura 2-5 Planta de candelilla



Fuente: Instituto de la candelilla, 2013.

- 9) *La cera de caña de azúcar*, que en estado natural se encuentra en la superficie de la caña recubriendo el tallo en forma de una película y se separa industrialmente de los lodos residuales (cachaza) durante la fabricación del azúcar; en bruto es una cera negruzca, blanda y con un olor que recuerda al de la melaza de la caña.

Figura 2-6 Planta de caña de azúcar



Fuente: Congreso latinoamericano de química, 2010.

2.2.4. Aspectos generales del mercado de ceras vegetales

Las ceras vegetales han sido utilizadas desde hace mucho tiempo, como compuestos de bajo valor comercial en productos no derivados del petróleo (Revelo Vargas, 2012). Las ceras tienen un papel importante en muchas industrias, son extraídas en grandes volúmenes de distintas fuentes naturales y sintéticas, poseen propiedades y calidades que diferencian unas de otras sobre todo en el aspecto del valor monetario.

Según estudios del I.T.C.⁵, la mayor demanda de cera se encuentra en Europa con un requerimiento de 29.347 t / año de ceras vegetales y animales. En la siguiente tabla se presentan los principales países consumidores de ceras naturales.

Tabla II-7 Principales países consumidores de ceras naturales

PAÍS	CANTIDAD [t / año]
E.E.U.U.	8.891
Francia	8.019
Alemania	6.220
China	4.448
Japón	3.196
Reino Unido	3.049
India	2.285
México	1.772

Fuente: ITC / producto 1521 ceras vegetales, animales y otros, 2016.

El mercado competidor se reporta desde 1985, la producción industrial de cera de caña de azúcar en la India y en Cuba, con capacidades de extracción y refinación de cera para cubrir el mercado interno, donde la cera se obtiene a partir de la cera cruda de caña, que se extrae de la cachaza húmeda, con n-heptano como solvente. En la actualidad el mercado competidor de las ceras vegetales se ha incrementado, ubicándose la competencia en el continente americano con 22.303 t / año. El

⁵ International Trade Statistics

competidor más importante con el que se compite es Brasil, donde se encuentra la cera más buscada, que es la cera de carnauba.

Tabla II-8 Principales países competidores de ceras vegetales

PAÍS	EXPORTACIONES ANUALES [t]
Brasil	15.900
China	9.739
E.E.U.U.	3.182
Indonesia	2.574
Alemania	2.440
Malasia	2.407
México	1.723

Fuente: ITC / producto 1521 ceras vegetales, animales y otros, 2016.

Los precios de las ceras van en crecimiento, por lo que el precio podría encontrarse alrededor de los 6 \$us / kg. Pudiendo constatar esto por el estudio de la I.T.C. ⁶, que muestra los precios que se tenía desde el 2013 hasta el 2016:

Tabla II-9 Precio de las ceras vegetales en dólares americanos

Año	2013	2014	2015	2016
Precio [\$us / kg]	3,39	4,148	4,601	5,114

Fuente: ITC / producto 1521 ceras vegetales, animales y otros, 2016.

En Bolivia, no existe ningún tipo de fábrica que se dedique a la extracción de ceras ya sea vegetales, minerales o animales. Sin embargo se encuentra información en el INE (Instituto Nacional de Estadística de Bolivia) sobre importación de ceras animales y vegetales de países latinoamericanos como Brasil, Colombia, China, Chile, India y Alemania.

⁶ International Trade Statistics

La cera importada se usa como insumo para la manufactura de productos. Por ejemplo, para realizar acabados de juguetes de madera en forma de animales, rompecabezas; que posteriormente exporta la empresa Boliviana Ecowoods de Cochabamba.

En el departamento de Tarija, se registra el uso de ceras vegetales, como la cera de carnauba para elaborar un producto de limpieza “Lavagreen”. Otras empresas que usan ceras sintéticas son las curtiembres (Curtiembre San Lorenzo y San Juan) en el proceso de pintado del cuero, para darle el tacto agradable al cuero. Las ceras que se usan son ceras sintéticas que se importan desde el Brasil y España, de empresas como Corium Química y Leather Química. La distribución de estos productos se realiza a través de distribuidoras que proveen insumos químicos a las curtiembres a un precio de 15,20 \$us / kg.

2.2.5. Caracterización de la cera refinada de caña de azúcar

La cera liberada de resinas y aceites es un sólido duro que se funde en un intervalo de 76 a 79 °C, su color varía entre verde intenso a pardo amarillento. Puede ser sometida a los procesos de refinación y blanqueo para mejorar sus propiedades.

Para un mayor entendimiento de las propiedades de la cera de caña de azúcar primero se muestra las propiedades químicas y luego las propiedades físicas. La composición química de la cera de caña de azúcar la podemos apreciar en la siguiente tabla:

Tabla II-10 Composición química de la cera de caña de azúcar

Ácidos orgánicos	
Araquídico	4,3 %
Behénico	26,7%
Laúrico	2,1%
Lignocerico	55,3 %
Mirístico	0,75 %
Palmitico	6,5 %
Tricosanoico	4,4 %

Fuente: Congreso Latinoamericano de Química, Cenicaña , 2010.

Las propiedades físicas de la cera de caña de azúcar de acuerdo con (Ávila & Hernández, 2007) se detalla en la siguiente tabla.

Tabla II-11 Propiedades físicas de la cera de caña de azúcar

Índice de acidez	12 – 22
Índice de saponificación	46 – 35
Índice de yodo	19 – 44
Densidad (100°C)	0,982 - 0,993 g / cm ³
Punto de fusión	68 – 72 °C
% de materia insaponificable	65 – 75

Fuente: Avila y Hernandez, 2007.

De acuerdo con Bhosale, Chonde, & Raut, (2012), la cera de caña de azúcar es un sustituto potencial a la costosa cera de carnauba o candelilla usada en cosméticos, comestibles y farmacéuticos.

La cera de carnauba, tipo de cera que se obtiene de las hojas de la palma *Copernicia prunifera*, y la cera de candelilla o cera de la planta *Euphorbia cerífera*, exclusiva de México. Son productos sustituibles debido a que sus propiedades físicas y químicas son muy similares a la cera de caña de azúcar.

CAPÍTULO III
MARCO TEÓRICO

III. MARCO TEÓRICO

3.1. Característica y composición de la cera cruda de caña de azúcar y sus fracciones

Las ceras vegetales contienen su cera en la cutícula, tallos y hojas; para la obtención de esta cera es importante conocer las composiciones, sus constituyentes, métodos de extracción y como se caracteriza la cera.

3.1.1. Composición de las ceras de cutícula de caña de azúcar

En un principio se creía que la cera de cutícula estaba constituida por ésteres de alcoholes y ácidos de alto peso molecular, pues éstos eran obtenidos por hidrólisis de la cera con NaOH. Posteriormente, estudios más detallados, realizados con técnicas modernas, demostraron que la cera de cutícula está constituida por aldehídos, alcoholes, ácidos y una pequeña cantidad de hidrocarburos.

Tabla III-1 Constituyentes de la cera de cutícula

Aldehídos	50 % aprox.
Alcoholes	25 - 27 %
Ácidos	15 - 17 %
Hidrocarburos	8 - 9 %

Fuente: García G. A., Bernal R. G., Vázquez T. M., 2000.

3.1.2. Cera cruda de caña de azúcar

Este producto difiere de la cera de cutícula en que tiene menor cantidad de aldehídos y alcoholes libres, y mayor proporción de ésteres. Al ser molida la caña, la cera presente en la cutícula pasa al jugo, junto con otras sustancias que como los lípidos y las materias colorantes y resinosas provienen del interior de la corteza.

La adición de CaO durante la clarificación produce distintas modificaciones químicas en los constituyentes de la cera. Los aldehídos presentes en la cera de cutícula son convertidos en ésteres y los ácidos libres y productos de la hidrólisis alcalina son

convertidos en sales de calcio.

Las características de la cera cruda de cachaza proveniente de la caña de azúcar se muestran en la TABLA III - 2:

Tabla III-2 Propiedades físico - químicas de la cera cruda de cachaza

Apariencia general	Compuesto sólido, color carmelita verdoso
Índice de acidez (mg KOH / g)	15 – 26
Índice de saponificación (mg KOH / g)	90 – 130
Índice de yodo (mg I ₂ / g)	36,5
Temperatura de fusión (°C)	65 – 67
Análisis elemental	
C	75,6
H	12,8
O	11,5
N	0,1

Fuente: García G. A., Bernal R. G., Vázquez T. M., 2000.

El contenido de cera cruda en la cachaza en los países productores de azúcar varía en un amplio rango en función al tipo de caña cultivada. Esta variación se puede observar en la TABLA III – 3:

Tabla III-3 Contenido de cera cruda de cachaza de algunos países

PAÍS	CERA CRUDA (% sobre cachaza seca)
India	8,0 – 18,0
Loussiana (USA)	4,37 – 17,94
Puerto Rico	12,0 – 14,0
Hawai	9,55 – 11,0
Filipinas	10,52 – 11,0
Cuba	12,42 – 22,0
Java	5,0 – 15,0
Sur Africa	6,92 – 14,6
Argentina	11,9 – 15,5
Brasil	8,9 – 17,8

Fuente: Torrea O., Martínez D., Calvo A., 1988.

Se ve que la cachaza con mayor cantidad de cera es la cachaza cubana que son de la variedad CO-290, B-37-161, R-337.

García G. A., Bernal R. G., Vázquez T. M., (2000: 557) explica que en un experimento para separar la fracción aceitosa con acetona a 25 °C y posteriormente con alcohol isopropílico a 80 °C, produce la siguiente composición:

Tabla III-4 Porcentaje de los componentes de la cera cruda

Cera dura	41,09 %
Aceite	39,79 %
Resinas	17,62 %
Impurezas	1,50 %

Fuente: García G. A., Bernal R. G., Vázquez T. M., 2000.

El fraccionamiento de la cera cruda permite obtener tres productos nuevos como lo son:

3.1.2.1. Cera dura

El componente más valioso de la cera cruda es, sin duda, la fracción de cera dura que queda después que el aceite y la resina ha sido eliminada. La cera de cutícula modificada a través del proceso de producción está concentrada en esta fracción.

La cera dura es soluble en solventes normalmente usados con la cera y al enfriarse forman un gel característico de los pulimentos sólidos. Puede ser aplicada a una superficie como una película delgada, produciendo un alto grado de brillo.

Como indica García G. A., Bernal R. G., Vázquez T. M., (2000: 557): ..” La fracción de cera dura desprovista de aceite y resina contiene, aproximadamente, 55 % de ésteres, 8 % de ácidos libres, 10 % de alcoholes libres, 25 % de cetonas y aldehídos y 2 % de hidrocarburos”.

Las propiedades de la cera dura se muestran en la TABLA III – 5:

Tabla III-5 Propiedades de la cera dura

Apariencia general	Compuesto sólido, color carmelita claro
Índice de acidez (mg KOH / g)	10 – 15
Índice de saponificación (mg KOH / g)	80 – 90
Índice de yodo (mg I ₂ / g)	10 – 30
Punto de fusión (°C)	77 – 79

Fuente: García G. A., Bernal R. G., Vázquez T. M., 2000.

3.1.2.2. Aceite

Un análisis de la fracción de cera cruda soluble en acetona, a 25 °C, indicó las siguientes características:

Tabla III-6 Propiedades del aceite de cachaza

Apariencia general	Líquido viscoso, color verde oscuro
Índice de acidez (mg KOH / g)	27
Índice de saponificación (mg KOH / g)	147 - 158
Índice de yodo (mg I ₂ / g)	98,7

Fuente: García G. A., Bernal R. G., Vázquez T. M., 2000.

La hidrólisis del aceite con NaOH produjo 71 % de ácidos, 23 % de materia no saponificable y 6 % de materia soluble en agua (glicerina). Estas tres partes tiene la

siguiente composición: la fracción ácida consiste en 81,5 % de ácidos grasos y 18,5 % de ácidos insolubles en heptano.

3.1.2.3. Resina

Las resinas están compuestas por dos fracciones de propiedades disimiles. Una fracción es cerosa, muy compleja, similar a la cera refinada, por lo que, en la mayoría de los casos, se obtiene con la cera refinada, excepto cuando éste se destina a preparar emulsiones para recubrir cítricos, cosméticos, etc. es soluble en solventes orgánicos a alta temperatura. Está formada por ésteres de ácidos y alcoholes cerosos de elevado peso molecular.

La segunda fracción es de color negro, infusible hasta 300 °C, muy poco soluble en disolventes orgánicos, alto contenido de grupo hidroxílicos y de enlaces dobles; presenta pocos grupos ácidos libres como indica su bajo índice de acidez, pero si muchos grupos ácidos combinados, como indica su alto índice de saponificación. Contiene además calcio y fósforo.

Al parecer la resina está constituida por una estructura de poliéster que se ha desarrollado a partir de monómeros cerosos que tienen grupos funcionales tanto acídicos como alcohólicos. La polimerización y formación de sales de metales alcalinos y alcalinotérreos parece que comienza en la planta viviente y está influida sin duda, por las condiciones del proceso del guarapo, cachaza y tratamiento térmico, durante la extracción de la cera cruda con heptano.

A continuación en la TABLA III – 7 se muestra las características de la resina de cachaza:

Tabla III-7 Propiedades de la resina

Apariencia general	Compuesto sólido, color negro
Índice de acidez (mg KOH / g)	8
Índice de saponificación (mg KOH / g)	48 – 56
Índice de yodo (mg I ₂ / g)	16,5
Punto de fusión (°C)	200 – 300

Fuente: García G. A., Bernal R. G., Vázquez T. M., 2000.

3.1.3. Usos y aplicaciones de la cera de caña de azúcar

Las ceras tienen diversas aplicaciones, tanto en la industria química, mecánica, cosmética, alimenticia, farmacéutica, etc. Anteriormente solo se utilizaba en muy pocas áreas como en la elaboración de velas, ceras para calzado y en la creación de moldes de vaciado.

Una manera de despertar el interés en el estudio de la extracción de ceras de caña de azúcar a partir de la cachaza, es dando a conocer los potenciales usos que puede tener la cera, mostrando de esta manera las diversas áreas en las que se podría desenvolver.

Tabla III-8 Usos de la cera cruda de caña de azúcar

CERA CRUDA	En la aplicación de metales para prevenir el ataque corrosivo (metales en general)
	Emulsiones para tratamiento de pieles
	Lubricantes en fundición de aluminio
	Separadores de moldes en confección de plásticos reforzados
	Tratamiento de artículos de cuero

Fuente: Revelo Vargas, 2012.

La cera cruda de caña de azúcar, posee otros componentes como ser cera dura en un 40 – 50 %, aceites en un 30 – 40 % y resinas en un 20 % que se pueden obtener mediante un proceso de refinación. Por la importancia de estos porcentajes se muestra en la TABLA III – 9 la aplicación de los derivados (cera pura, aceite y resina) de la cera

cruda de caña de azúcar.

Tabla III-9 Usos de los derivados de la cera cruda de caña de azúcar

CERA PURA	Cosméticos, cremas, labiales
	Aditivos para pinturas
	Ungüentos y pomadas
	Jabones, champús, acondicionadores, desodorantes
	Cera y crema de zapatos
	Pulimentos para madera y vehículos
	Depiladores
	Velas
	Fitoesteroles, policosanol
RESINAS	Adhesivos
	Aditivos plásticos
	Bálsamos
ACEITES	Medicamentos
	Antioxidantes
	Epóxicos
	Lubricantes
	Saborizantes
	Barnices
	Suplementos, omega 3, 6, 7 y 9
	Protector solar
	Aislantes eléctricos
	Alimentos

Fuente: Muñoz Solares M., 2019.

3.2. Procesos tecnológicos empleados para extracción de cera de caña de azúcar

Numerosos métodos han sido propuestos para la recuperación de la cera de caña, a partir de diferentes etapas de la fabricación de azúcar, directamente de la corteza de la caña, haciendo pasar los trozos de caña a través de un tanque por el cual circula agua caliente a contracorriente, la cera queda en la superficie del tanque, del cual se recupera.

También fue propuesto un método que consiste en raspar la corteza de la caña con máquinas diseñadas con tal propósito. A continuación se explican brevemente tres métodos de recuperación de cera a partir de distintas etapas de fabricación de azúcar:

❖ Recuperación de la cera a partir del guarapo

Recuperar la cera directamente del jugo, sometiendo éste a un proceso de centrifugación antes de llevarlo a los clarificadores. El residuo sólido que se obtiene contiene partículas de cera, que pueden ser recuperadas por extracción con un solvente adecuado.

❖ Obtención de la cera del bagazo

El bagazo que se obtiene del último molino contiene una pequeña cantidad de cera, y en el caso que sea destinado a la producción de papel es sometido a un tratamiento con NaOH, la cera contenida puede ser recuperada del licor resultante.

❖ Extracción de la cera a partir de la cachaza

La cachaza obtenida por la filtración de los residuos producidos en la clarificación del guarapo es la única fuente de cera que ha resultado de aplicación industrial en todos los procesos de recuperación comercial de cera de caña. Se han desarrollado diferentes tecnologías de extracción sólido – líquido y líquido – líquido; el contenido de cera cruda en la cachaza es un aspecto que determina el proceso que se debe usar y su rentabilidad. Este índice es muy variable y depende de los siguientes factores:

1. Variedad de caña, naturaleza del suelo
2. Tipo de cosecha (manual o mecanizada)
3. Condiciones climatológicas.

4. Proceso de fabricación de azúcar: clarificación, temperatura del agua de imbibición.

3.2.1. Procesos tecnológicos estudiados a través de los años para extracción de la cera de caña de azúcar

Desde los primeros estudios que se hicieron, se encontró que extraer la cera a partir de la cachaza es más rentable que hacerlo desde el guarapo o del bagazo. A continuación en los siguientes párrafos se explica cómo fue mejorando los procesos de extracción de cera de caña:

Durante el proceso de molienda de la caña, una parte de la cera contenida en la misma, queda adherida o mezclada con el bagazo y otra parte alrededor de 40 %, pasa al jugo, de donde se extrae en la etapa de clarificación y pasa a formar parte de la cachaza.

Desde el siglo XX, el proceso de extracción de cera a partir de la cachaza comienza a llamar la atención. En 1916, la firma inglesa Rose Dows y Thomson, propone el proceso de Merz, que consiste en la extracción sucesiva de la fracción aceitosa y de la cera dura presentes en la cachaza.

Posteriormente, en 1940 Swenson patenta un proceso para la extracción de la cera cruda contenida en la cachaza húmeda utilizando una columna de platos perforados. Una corriente de n-heptano.

Años más tarde, en 1995, Wohlfahrt L. y col. presentan un procedimiento para la obtención y refinación industrial de cera a partir de la cachaza seca. Ellos realizan la extracción en un extractor de percolación, utilizando como solventes hidrocarburos alifáticos saturados n-hexano y n-heptano.

Más tarde, Díaz y col. determinan las principales variables de operación para la obtención industrial. De todos los parámetros, como el proceso es una extracción líquido - líquido, la temperatura resultó el más importante y su valor debe ser lo más cercano posible a la temperatura de ebullición del solvente.

Recientemente un estudio emplea como solvente un fluido supercrítico de CO₂ y n-hexano a 70 °C y un flujo de 50 g / min a diferentes presiones. Comprobando que la cera extraída por este método presenta una mayor estabilidad a la oxidación que la

extraída por medio de Soxhlet.

3.2.2. Teoría de los métodos de extracción

La cera de caña de azúcar, se puede extraer a partir de la cachaza como se explicó anteriormente. Los procesos que se conocen para la extracción, consisten en extraer la fracción de cera con solventes líquidos mediante los siguientes métodos:

3.2.2.1. Método extracción sólido – líquido o lixiviación

Consiste en la separación por disolución de un componente (o grupo de componentes) que forman parte de un sólido, empleando un disolvente adecuado en el que es insoluble el resto del sólido (inerte). La lixiviación se aplica solamente a operaciones en que existen dos fases, una sólida y una líquida.

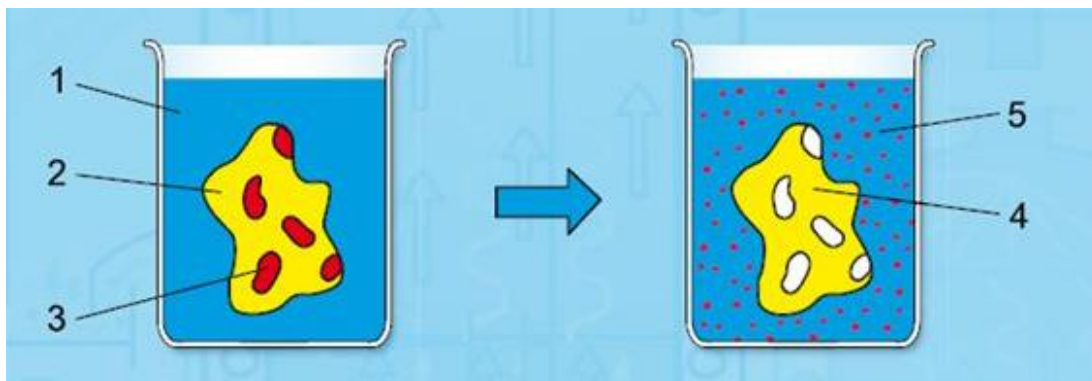
Ambas fases entran en contacto íntimo y el soluto o solutos pueden difundirse desde el sólido a la fase líquida, lo que produce una separación de los componentes originales del sólido. La extracción tiene lugar en dos etapas:

1. Contacto del solvente con el sólido a tratar; que cede el constituyente soluble al disolvente.
2. Lavado o separación de la disolución del resto del sólido.

A continuación en la FIGURA 3 - 1 se muestra un esquema del proceso de extracción con una breve explicación del esquema de extracción:

Esquema de extracción: 1 Solvente, 2 Material de extracción (fase portadora sólida con soluto), 3 Solute, 4 Fase portadora sólida lixiviada, 5 Disolvente con el soluto de transición en el disuelto.

Figura 3-1 Proceso de extracción por lixiviación



Fuente: T. V. Andrea, 2015.

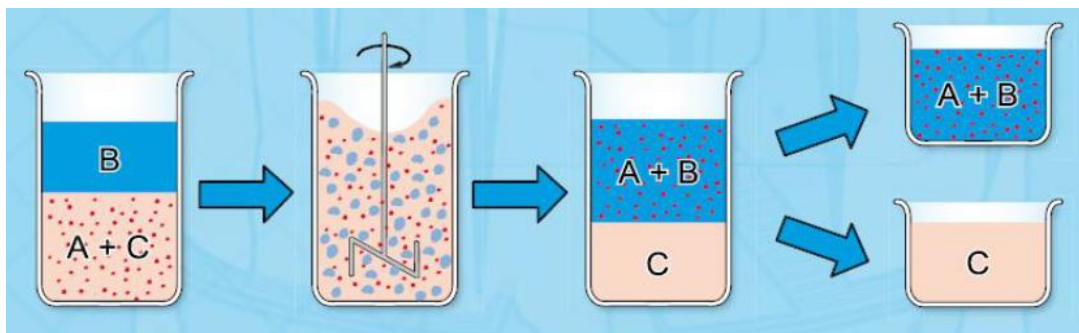
Cuando se tienen sólidos que son impermeables McCabe W., Smith J. y Harriot P. (1998: 620) recomienda que: La lixiviación de sólidos dispersos es usada cuando el sólido es un lecho impermeable, bien antes o durante la lixiviación, se tratan dispersándolos mediante agitación mecánica en un tanque o mezclador de flujo. El residuo lixiviado se separa después de la disolución concentrada por sedimentación o filtración.

3.2.2.2. Método extracción líquido – líquido

Se utiliza para separar los constituyentes de una solución líquida por contacto con otro líquido inmiscible que disuelve preferentemente a uno de los constituyentes de la disolución original, dando lugar a la aparición de dos capas líquidas inmiscibles de diferentes densidades.

En la FIGURA 3 – 2 se muestra gráficamente como ocurre el proceso de extracción líquido - líquido:

Figura 3-2 Proceso de extracción líquido – líquido



Fuente: GUNT Hamburg Ingeniería de procesos térmicos, 2018.

Esquema de extracción: al agitar la mezcla de partida (A+C) y el disolvente (B), el soluto (A) pasa al disolvente. Tras la decantación se obtienen dos fases: fase extracto (A+B) y el líquido portador (C).

3.2.2.3. Solvente de extracción

La mayoría de los métodos de extracción se realizan con solventes, para poder diluir el componente que se busca extraer, por ello los líquidos de extracción deben cumplir con algunas características.

El líquido de extracción debe ser selectivo y con baja viscosidad, generalmente se usa solvente en estado puro, conforme transcurre la extracción la concentración del soluto incrementa y el gradiente de concentración disminuye, y aumenta la viscosidad del líquido. El solvente utilizado debe ser eficaz y económico, generando mayores rendimientos a un bajo costo.

El solvente, corresponde a un líquido capaz de disolver una sustancia compatible que se halla en un sólido o líquido según sea el caso. La extracción con solventes no destruye las sustancias, simplemente las separa concentrándolas en su seno, para su posterior refinación con otros procedimientos y técnicas.

3.2.2.4. Recuperación del solvente

Lo que se pretende en la extracción, es separar el componente que interesa desde un seno sólido o líquido. Posterior a ello se debe recuperar el solvente, para eso se divide

la disolución líquida original en la solución que interesa y por otro lado el solvente recuperado.

La recuperación del disolvente debe llevarse de modo sencillo y económico; generalmente se realiza por destilación, evaporación o salinificación.

3.2.2.5. Refinación de la cera de caña de azúcar

Una vez extraída la fracción que interesa (cera cruda), ésta contiene impurezas como el aceite y la resina de caña de azúcar, que conviene eliminar mediante una serie de procesos que constituyen la refinación.

La refinación es un proceso de purificación, los líquidos se refinan a menudo a través de la destilación o fraccionamiento. También se refina por extracción con disolventes que disuelven la sustancia de interés o bien las impurezas. Los sólidos se refinan por centrifugación, filtración con aditivos o extracción con disolventes.

Generalmente se ocupan para refinar la cera de caña de azúcar disolventes y equipos de filtración que permiten separar los aceites y resinas que están contenidas dentro de la cera cruda.

Adicionalmente se puede llevar a cabo el blanqueo de la cera refinada con peróxidos.

3.2.3. Métodos experimentales de extracción de cera de caña de azúcar

Muchos son los métodos que han sido propuestos para la recuperación de la cera de caña a partir de la cachaza, como se puede apreciar en el punto 3.2.1., de los cuales se hace una revisión más exhaustiva de los métodos que muestran resultados que pueden ser reproducibles, mismos que se describen a continuación:

3.2.3.1. Extracción por método de Merz

En 1916 la firma inglesa Rose Dows and Thomson, propuso el proceso de Merz, que consiste en la extracción sucesiva de la fracción aceitosa y de la cera dura presentes en la cachaza. Para extraer la fracción grasa se utiliza heptano entre 15 – 20 ° C, posteriormente el solvente es calentado a 105 °C para extraer la fracción de cera dura.

En la cachaza, la cera y las sustancias grasas constituyen una mezcla homogénea; la

extracción selectiva proporciona una manera más fácil y sencilla de separar la fracción grasa, que la separación subsiguiente de la misma, a partir de cera cruda y utilizando otro solvente. Además la misma cachaza proporciona un buen medio filtrante que facilita el flujo del solvente.

Tabla III-10 Ventajas y desventajas del proceso de Merz

VENTAJA	DESVENTAJA
La fracción grasa y la cera dura son extraídas en una sola operación, directamente de la cachaza.	La necesidad de secar la cachaza; por la gran cantidad de energía necesaria para eliminar alrededor de 70 % de agua que contiene.
El mismo solvente es usado en la extracción de ambas fracciones.	
La recuperación del solvente absorbido por la cachaza en la primera operación se hace innecesaria.	

Fuente: García A.; Lastra J.; Vásquez M., 2003.

Este tipo de extracción, se fue mejorando en el transcurso de los años: En 1995, Wohlfahrt L, et al, proponen realizar en un extractor de percolación utilizando solventes alifáticos. Recientemente un estudio emplea como solvente fluido supercrítico de CO₂ y n-hexano modificando el flujo y las presiones. El 2011 García Romel, propone la extracción de cera por lixiviación de la cachaza con etanol 96 °GL, reportando 94,92 % de extracción.

3.2.3.2. Extracción por método de Sweenson

En 1940 Sweenson, patentó un proceso para la extracción de la cera cruda contenida en la cachaza húmeda, utilizando una columna de platos perforados.

La cachaza es conducida a una planta extractora donde se calienta vapor, a 80 °C, su contenido de agua se eleva hasta 85 %. En estado fluido es introducida por la parte superior de la columna extractora; fluye hacia abajo a través de una serie de platos perforados dispuestos horizontalmente. Los platos están provistos de aberturas centrales que permiten el paso de la cachaza, alternativamente, al centro y a la periferia

de los mismos, tienen un reborde dirigido hacia abajo que hacen que la cachaza fluya en esta dirección.

Una serie de brazos metálicos unidos a un eje central producen agitación en el interior de la columna. Una corriente de heptano a 100 - 110 °C entra por la parte inferior, fluye hacia arriba y sale por la parte superior de la columna en forma de solución de cera-heptano. Posteriormente pasa a un sistema de recuperación de solvente, el cual se basa en la circulación forzada de la mezcla. Un despojador separador continuo de vapor, logra la separación con una alta eficiencia de separación.

La desventaja es el esquema de contacto debido a que el agua obstaculiza la extracción.

Tabla III-11 Ventajas y desventajas del proceso Sweenson

VENTAJA	DESVENTAJA
No hay necesidad de secar la cachaza.	No es satisfactorio desde el punto de vista económico, debido a la gran cantidad de energía que requiere.
La temperatura de extracción es mayor para asegurar la mayor cantidad de cera.	La baja eficiencia.
	La pérdida considerable de solvente.

Fuente: García A.; Lastra J.; Vásquez M., 2003.

Otro proceso propuesto, es el proceso de filtración – extracción que ha sido usado para extracción de aceite de semillas oleaginosas y materia prima de un contenido variado de aceite o cera, el método usa menor cantidad de solvente, se reducen costos y aumenta el rendimiento. El equipo de filtración – extracción puede ser adaptado a cualquier materia prima.

3.2.3.3. Extracción mediante separación mecánica

En el 2003 García A, et al, plantea la recuperación de la cera natural que cubre el tallo de la caña de azúcar, mediante un proceso novedoso, que es la recuperación de la cera contenida en la fracción DERMAX (corteza, fibra, dermis de la caña de azúcar), residuo cuticular que se obtiene del procesamiento mecánico de la caña en una máquina separadora de cuchillas INTERCANE®, de 5 t / h, que fue probada en el ingenio La

Reforma en el estado de Veracruz, México. Posteriormente por medio de las técnicas de extracción Soxhlet y Soxtec, se procesa la fracción DERMAL y obtiene la cera, el rendimiento por este método es del 4,14 % y 4,22 % en cada técnica de extracción respectivamente, usando como solvente tolueno.

3.2.4. Tecnología experimental de refinación de la cera cruda de caña de azúcar

La cera cruda de caña, extraída de la cachaza, necesita ser desprovista de las grasas y las resinas, para obtener un producto que pueda ser usado de manera industrial. El proceso generalmente empleado, consiste en dispersar la cera cruda en un solvente orgánico como isopropanol o acetona, disolviendo la fracción grasa o aceite, la cera dura y la fracción resinosa queda como un sólido insoluble. La suspensión formada se filtra y la fracción sólida es mezclada con más solvente y calentada (la resina se separa de la cera dura por decantación).

Numerosos investigadores han propuesto diferentes solventes para la refinación de cera cruda; el uso de la acetona es mencionado por Balch y Sweensen, en Luisiana. Este último también refiere el uso de solventes de bajo punto de ebullición (metanol y acetona), requiere calentar la mezcla de cera y solvente bajo la presión necesaria para mantener una fase líquida en la etapa de separación de resina.

Los procesos que presentan mayor ventaja para la refinación de cera cruda son los que separan las grasas o aceites con solvente en frío (acetona, fracción ligera de petróleo), isopropanol, mezcla etanol absoluto (80 %) y fracción de petróleo (20 %), efectuándose, en segundo lugar, una extracción de la cera dura con solvente en caliente, dejando como residuo insoluble la resina.

3.3. Variables que influyen en el proceso de extracción

- **Selectividad del líquido extractor o solvente:** El líquido escogido debe ser un solvente selectivo, con una viscosidad lo suficientemente baja para facilitar su flujo a través del sólido y de bajo punto de ebullición, para que el extracto pueda concentrarse por la evaporación del solvente (Lawrence J. 1984 citado en Simons M. C., 2010).

Por lo general, se utiliza un solvente relativamente puro, pero a medida que transcurre la extracción, la concentración del soluto aumentará y la velocidad de extracción disminuirá progresivamente, en primer lugar debido a la disminución del gradiente de concentración y en segundo lugar por el aumento de la viscosidad de la disolución.

- **Temperatura de extracción:** Siempre es un factor favorecedor del proceso para la velocidad de extracción. Y por lo general ha de realizarse a la temperatura de ebullición del solvente, para el caso del etanol, cuya temperatura de ebullición es de 78 °C, de modo que se produce la mayor solubilidad del soluto en el disolvente. Se debe tener en cuenta que a temperaturas elevadas la viscosidad del líquido es menor y mayor las difusividades, incrementando así la rapidez de extracción. Esta variable se tendrá mucho en cuenta, porque si se aumenta la temperatura la cera se degrada.
- **Tiempo de extracción:** El tiempo de extracción es un factor muy importante, y debe ser suficiente para permitir la separación de los compuestos de interés, aunque se debe prestar cuidado para que no sea excesivo, por lo que se determinará el tiempo óptimo de extracción (Simons M. C., 2010).

Sin embargo, el tiempo de extracción está relacionado con el tamaño de la partícula y la calidad del solvente, para alcanzar un determinado rendimiento, y tiene su efecto en el tamaño de los equipos de extracción y en el costo de producción.

- **Agitación del fluido:** La agitación del solvente es importante, ya que aumenta la difusión de remolino, incrementando la transferencia del material, desde la superficie de las partículas hacia la masa de la disolución.

Además la agitación evita la sedimentación, con las suspensiones de pequeñas partículas y hace que se utilice de una forma más eficaz la superficie de contacto (Simons M. C., 2010).

- **Tamaño de partículas:** el material sólido debe estar particulado para ofrecer una buena superficie de contacto, sin tener un material muy fino que dificulte su

manipulación e incremente la energía para su reducción de tamaño. La importancia del tamaño de la partícula para incrementar el área de contacto entre el sólido y el líquido extractor, favoreciendo la velocidad de transferencia de materia del sólido al solvente. Favoreciendo por otro lado la difusión del soluto hacia el solvente por la menor distancia que ha de recorrer el soluto por el interior del sólido.

Es recomendable que las partículas sean pequeñas y homogéneas, para que cada partícula requiera el mismo tiempo de extracción.

3.4. Parámetros de control para caracterizar la cera de caña de azúcar

En la determinación del origen o la comprobación de la calidad de un aceite, grasa o cera se suele utilizar una serie de ensayos físico - químicos. Las ceras vegetales más buscadas son las ceras de carnauba y la cera de candelilla, por ello para hacer un control de calidad se toma como referencia los parámetros de dichas ceras.

▪ Determinación del grado (índice) de acidez

Se conoce como índice de acidez a la cantidad en miligramos de KOH para neutralizar los ácidos minerales u orgánicos contenidos en un gramo de cera, grasa o aceite natural. Este índice no es una constante específica, sino que depende de la manera en que se extraiga la cera.

▪ Determinación del índice de iodo (Método de Kaufmann)

El índice de iodo representa el porcentaje del halógeno, expresado en iodo, que es capaz de unirse a la cera, grasa o aceite. En sí, es la cantidad en centigramos de iodo que se combinan con un gramo de muestra. El índice es una medida de la no saturación del compuesto a estudiar, ya que el halógeno se fija a los enlaces no saturados.

▪ Determinación del índice de saponificación

Se conoce como índice de saponificación, a la cantidad en miligramos de hidróxido de potasio (KOH) necesarios para la neutralización de los ácidos grasos contenidos en un gramo de cera, ya sea que se encuentren libres o combinados en forma de éster o lactona. Al igual que el índice de acidez, ésta es una variable que depende del método de extracción y la purificación al que se somete una muestra.

- **Materia insaponificable**

Es el conjunto de sustancias que se encuentran disueltas en grasas o aceites, no saponificables por los álcalis pero solubles en soluciones orgánicas como éter etílico y éter de petróleo. Los insaponificables se los considera como impurezas.

Afinisha y Arumughan, 2012, citado en San Anastacio I., Bálta J. y Villanueva G., 2016, se refieren al material insaponificable como una mezcla de sustancias que no forman jabones, fundamentalmente alcoholes grasos.

- **Temperatura de fusión**

Es la temperatura en la cual una sustancia grasa se ablanda o se encuentra completamente fundida. Es una propiedad intrínseca de las sustancias, la cual es utilizada, junto a otros ensayos, para la confirmación de identidad de la misma; así como un indicador de pureza.

CAPÍTULO IV
PARTE EXPERIMENTAL

IV. DESCRIPCIÓN DE LA PARTE EXPERIMENTAL

En este capítulo se describen los puntos que se tomaron en cuenta para la realización del presente proyecto de investigación.

4.1. Metodología de investigación

En la producción de cera de caña de azúcar existen diferentes métodos de obtención de los cuales se hace un estudio para determinar cuál es el método que conviene optar para extraer cera refinada.

4.1.1. Selección del proceso de obtención de cera cruda de caña de azúcar a partir de cachaza

Como se explicó en el punto 3.2.3. Los métodos de extracción más estudiados son tres: extracción mediante separación mecánica, extracción sólido – líquido y extracción líquido – líquido.

La selección del proceso más óptimo para la extracción de cera a partir de cachaza, se determina mediante una matriz de decisión, que se califica de acuerdo a una escala predeterminada de uno a diez. En la TABLA IV - 1 se observa las calificaciones ponderadas que permiten seleccionar el proceso, siendo el proceso adecuado aquel que acumule el mayor puntaje.

Tabla IV-1 Escala de calificación

CRITERIO	PUNTAJE
Excelente	10
Muy buena	7
Buena	5
Regular	3
Mala	1

Fuente: Elaboración propia, 2018.

Tabla IV-2 Selección del procesos de extracción de cera de caña de azúcar

Factor evaluado	COMENTARIOS DEL EVALUADOR					
	Extracción sólido-líquido	Calificación	Extracción líquido-líquido	Calificación	Extracción mediante separación mecánica	Calificación
Disponibilidad de información	La fuente secundaria contiene bastante información acerca de este método con técnicas de lixiviación, uso de equipos soxhlet y percolación. Además del tipo de solvente que utiliza.	10	Dos técnicas de extracción son identificadas por este método. La primera se realiza en una columna de extracción y la segunda es un método que usa la explosión de vapor.	7	Solo se cuenta con una sola fuente de información realizada en México en la que se usa una máquina de cuchillas que extrae la fracción Dermax de la caña de azúcar.	5
Condiciones de operación	Según el último experimento se propone trabajar de 70 – 65 °C en un tiempo de extracción de 2 h a 1 h usando como solvente etanol en proporción cachaza: etanol 0,05 kg / l con una agitación 700 rpm.	10	Humedecer la cachaza hasta 83 %. El solvente se calienta 100 - 110 °C para la extracción, se lo ingresa a la columna de extracción. El método de tratamiento con explosión de vapor ha sido propuesto para extracción de cera a partir del bagazo con una temperatura de 187 °C en 30 min.	7	La máquina de recuperación de cera trabaja con una alimentación de 5 t / h obteniéndose la fracción Dermax. Luego se lleva a extracción la fracción Dermax a 80 – 100 °C en un periodo de extracción de 4 h el secado luego de la extracción se realiza a 120 °C.	7

Costo	Tomando en cuenta la existencia del equipo en laboratorio, los decantadores y ampollas de separación se puede usar para realizar lixiviación.	7	No se cuenta con una columna de extracción líquido - líquido en L.O.U. y comprar resulta muy caro.	1	La recuperadora de fracción Dermal no está disponible en ninguna distribuidora de equipos en Bolivia.	1
Consumo de energía	Para usar el material de extracción sólido-líquido (con la técnica de lixiviación) se necesita 2 h de energía eléctrica.	10	La columna de extracción como mínimo tiene una bomba para elevar el fluido a la parte superior de la columna además hacer un control computarizado para controlar variables	5	El recuperador de fracción Dermal es un equipo de raspado mecánico que necesita de energía eléctrica para funcionar.	1
Uso de solventes	El solvente que usa es etanol 96° GL que podemos comprarlo en el mercado. Además no es tóxico ni restringido.	7	Mediante este proceso se usa solventes orgánicos tóxicos como heptano, hexano, tolueno que son de uso restringido y se los debe importar.	3	En la parte de extracción se usa solventes orgánicos tóxicos como heptano, hexano que son de uso restringido y se los debe importar.	3
Complejidad	El proceso consiste en secar la cachaza, llevar a un equipo soxhlet o de lixiviación. Agregar el solvente para extraer la cera, controlar la temperatura y el tiempo de extracción y luego filtrar la solución. El filtrado se lleva a un equipo de destilación para separar en aceite, resina y cera.	7	Se humedece la cachaza un 83 %, llevar a la columna de extracción y extrae la cera. Se filtra para separar la solución de cera-solvente. Luego se lleva a un evaporador para quitar el solvente. Para refinar se separa la cera, resina y el aceite.	5	La caña de azúcar pasa por un raspado con cuchillas y extrae la fracción Dermal. Un equipo de extracción quita la cera de dicha fracción. Posterior se filtra y refina para separar el aceite la resina y la cera de la solución filtrada.	5

Calidad del producto	Por el método explicado se obtiene que el rendimiento de extracción de cera de caña de azúcar en una etapa de 86,17 % se logra 7,56 % del rendimiento de la extracción.	10	No se encontró datos de bibliografía de la calidad de cera extraída por este método.	1	El porcentaje de extracción de cera oscila en un rango que va desde un 2.65 - 5.89 %.	5
Disponibilidad de equipos	Los equipos se tienen a disposición para el trabajo son el material de vidrio que se encuentra en L.O.U.	7	El método muestra que si necesita primordialmente una columna de extracción líquido- líquido.	1	El L.O.U no cuenta con el separador mecánico de fracción Dermax por tanto no es aplicable este método.	1

Fuente: Elaboración propia, 2018.

En la TABLA IV - 3 se muestra el resumen de criterios de los procesos de extracción de cera, que se traduce en la siguiente matriz de selección del proceso de extracción de cera refinada a partir de cachaza generada en el ingenio azucarero de Bermejo.

Tabla IV-3 Matriz de decisión para el tipo de proceso de extracción de cera de caña de azúcar

Parámetros	SELECCIÓN DEL PROCESO PARA EXTRACCIÓN DE CERA						
	Valoración porcentual %	Extracción sólido-líquido		Extracción líquido-líquido		Extracción mediante separación mecánica	
		Calif.	Pond.	Calif.	Pond.	Calif.	Pond.
Disponibilidad de información	8	10	8	7	5,6	5	4
Condiciones de operación	18	10	18	7	12,6	7	12,6
Costo	15	7	10,5	1	1,5	1	1,5
Consumo de energía	10	10	10	5	5	1	1
Uso de solventes	12	7	8,4	3	3,6	3	3,6
Complejidad	7	7	4,9	5	3,5	5	3,5
Calidad del producto	10	10	10	3	3	5	5
Disponibilidad de equipos	20	7	14	1	2	1	2
TOTAL	100	83,8		36,8		33,2	

Fuente: Elaboración propia, 2018.

Después de realizada la matriz de decisión para determinar el proceso de extracción se observa que el proceso más óptimo es realizando una extracción sólido – líquido o extracción de lixiviación.

Los equipos de extracción por lixiviación remueven o extraen un componente soluble contenido en un sólido mediante un solvente apropiado. Aquí es indispensable que exista un contacto íntimo entre solvente y soluto. Los sólidos forman una masa abierta y permeable a lo largo de toda la operación de lixiviación, donde el disolvente puede percolar a través del lecho.

Otro de los equipos que trabajan con la extracción sólido – líquido son los equipos tipo Soxhlet, donde la cachaza seca entra por una corriente a un recipiente extractor la diferencia con el anterior equipo es que aquí el solvente realiza recirculaciones

concentrando el soluto en el solvente.

4.1.2. Refinación de la cera cruda de caña de azúcar a partir de la cachaza

Para realizar la refinación de la cera cruda se efectúa en dos etapas: una con solvente frío y otra con solvente a punto de ebullición.

La refinación de la cera cruda extraída de la cachaza se realiza por fraccionamiento de sus componentes: aceite, cera y resina con solventes como acetona e isopropanol.

En el presente trabajo de investigación se propone hacer una separación física de estos componentes haciendo uso de un solvente orgánico, como el etanol 96 °GL; ya que éste es un disolvente que puede separar las composiciones. El aceite a temperatura ambiente se solubiliza en el etanol, se filtra y evapora hasta obtener una sustancia líquida de color verde oscuro a la que se llama aceite de cachaza.

Los sólidos que se filtran son la cera y la resina, mismas que quedan sobre el papel filtro, se lleva a una agitación con calentamiento para mantener el solvente a 78 °C (temperatura de ebullición del etanol 96 °GL), las resinas debido a su temperatura de fusión 200 – 300 °C no se disuelve como lo hace la cera. Finalmente se filtra y evapora la solución para quitar el solvente y tener una cera sin resinas ni aceite.

4.2. Diseño factorial

El diseño experimental es una técnica estadística, que tiene como objetivo definir una serie de pruebas en las cuales existen cambios deliberados en las variables de entrada (variables independientes) de un proceso o sistema, de tal manera que sea posible observar e identificar las causas de los cambios que se producen en la respuesta de salida (variable dependiente), de tal modo que el investigador obtenga estimaciones con la mayor precisión posible.

Como escribe Wiersma y Jurs, 2008, citado en Hernández, Fernández y Baptista, 2010: La construcción básica de un diseño factorial consiste en que todos los niveles o modalidades de cada variable independiente sean tomados en combinación con todos los niveles o modalidades de las otras variables independientes.

4.2.1. Identificación de las variables

Para optimizar el proceso de extracción de cera de caña de azúcar a partir de cachaza, es necesario conocer que variables influyen significativamente en el sistema y como afectan. A menudo esta información no está disponible y se lo genera experimentando.

Primero se recogen en una lista todas las variables que podrían influir en la respuesta. Seguidamente, se realizan una serie de experimentos en las cuales se fijan las variables que no interesa modificar, se anota el valor de las que no se puede controlar, y se varían las restantes. Finalmente, se obtiene la información comparando la variación de las respuestas entre experimentos.

El elevado costo de la experimentación y las limitaciones del tiempo obligan a ejecutar solo los experimentos imprescindibles. De acuerdo a esto en el punto 3.3. Se explica las variables que se controlan en una extracción, Rebollar I., García D., et al. (2016) en un artículo científico llegan a la conclusión que las dos variables que se deben controlar en la extracción de ceras son:

- **Temperatura de extracción**

Como se mencionó anteriormente, la temperatura de extracción es una variable que controla el proceso, ya que de ella dependerán variables como la viscosidad y la cantidad de extracción del soluto. Además que el control de esta variable nos permite obtener una cera no degradada.

- **Tiempo de extracción**

Se controla esta variable, porque se busca el tiempo óptimo de extracción, para lograr la mayor separación de la cera que contiene la cachaza.

El diseño estadístico de experimentos, contempla una amplia variedad de estrategias experimentales que son óptimas para generar la información que se busca. Estos experimentos están planeados de forma que se varían simultáneamente varios factores, pero se evita que se cambien siempre en la misma dirección. Al no haber factores correlacionados se evitan experimentos redundantes. Además, los experimentos se contemplan de modo que la información buscada se obtiene combinando las respuestas

de todos ellos. Esto permite obtener la información con el mismo número de experimentos, por lo tanto con el menor costo y con la menor incertidumbre posible porque los errores aleatorios de las respuestas se promedian.

En el presente proyecto de investigación se realiza un diseño factorial 2 x 6, en el cual se tiene 2 factores, temperatura de extracción “T” y tiempo de extracción “t_{extrac}”, a dos niveles para el factor T y tres niveles para el factor t_{extrac}, con dos repeticiones.

- **Factores**

Factor **T**: temperatura de extracción

Factor **t_{extrac}**: tiempo de extracción

- **Niveles**

Los niveles del factor T son: A₁ que es la temperatura baja 65 °C. A₂ que es la temperatura alta 70 °C.

Los niveles del factor t_{extrac} son: B₁ corresponde a 1 h; B₂ corresponde a 1,5 h y B₃ corresponde a 2 h.

Tabla IV-4 Niveles de variación de los factores

FACTORES	Bajo (-1)	Medio (0)	Alto (+1)
T = temperatura de extracción	A ₁		A ₂
T_{extrac} = tiempo de extracción	B ₁	B ₂	B ₃

Fuente: Elaboración propia, 2018.

- **Variable respuesta**

La variable respuesta identificada es el rendimiento de extracción de cera de caña de azúcar a partir de cachaza (R) expresado como:

$$R = \mu + \alpha_1 x_1 + \alpha_2 x_2 + \alpha_3 x_3 \dots \dots + \alpha_n x_n + \alpha_n x_1 x_2 x_3 x_n$$

- **Número de experimentos**

$$N_{exp} = (N^{\circ} \text{ niveles } F_A * N^{\circ} \text{ niveles } F_B) * N^{\circ} \text{ repeticiones}$$

$$N_{exp} = (2 * 3) * 2 = 12$$

Se realizarán 12 experimentos elementales. En la siguiente tabla se presenta la matriz de diseño con los factores específicos.

Tabla IV-5 Matriz de diseño con factor específico

Muestra	Factor T Temperatura (°C)	Factor t_{extrac} Tiempo (h)
1	70	2
2	65	1,5
3	70	1
4	65	2
5	70	1,5
6	65	1

Fuente: Elaboración propia, 2018.

Si se codifica la matriz de diseño según los códigos de la TABLA IV – 4 se tiene:

Tabla IV-6 Matriz de diseño

Muestra	Factor T Temperatura (°C)	Factor t_{po} Tiempo (h)
1	+1	+1
2	-1	0
3	+1	-1
4	-1	+1
5	+1	0
6	-1	-1

Fuente: Elaboración propia, 2018.

La matriz de diseño se concreta para el estudio de este proyecto de investigación sustituyendo los valores + y – de las variables codificadas con los valores de las variables. Así se obtiene el plan de experimentación que comprende, de forma

estructurada y fácilmente comprensible, la lista de experimentos a realizar, como se ve en la siguiente tabla:

Tabla IV-7 Matriz de diseño factorial

N° de ensayos	Factores		Respuesta R (%)
	T (°C)	t _{extrac} (h)	
1	A ₂	B ₃	R ₁
2	A ₁	B ₂	R ₂
3	A ₂	B ₁	R ₃
4	A ₁	B ₃	R ₄
5	A ₂	B ₂	R ₅
6	A ₁	B ₁	R ₆
7	A ₂	B ₃	R ₇
8	A ₁	B ₂	R ₈
9	A ₂	B ₁	R ₉
10	A ₁	B ₃	R ₁₀
11	A ₂	B ₂	R ₁₁
12	A ₁	B ₁	R ₁₂

Fuente: Elaboración propia, 2018.

4.3. Materiales usados en la investigación

En este punto se explican todos los materiales que se usaron para realizar la parte experimental del proyecto de investigación como materia prima, reactivos, equipos y materiales de laboratorio.

4.3.1. Descripción y análisis de la cachaza

La cachaza que se obtiene como producto de la filtración en el proceso de purificación

del jugo de caña en la fabricación de azúcar en el ingenio azucarero de Bermejo, sale de tres filtros rotativos al vacío que trabajan a dos presiones: baja y alta de 20 a 40 Pa aproximadamente, la temperatura de salida de cachaza se encuentra entre 50 a 60 °C y una humedad de 74 – 76 %.

La cantidad de cachaza obtenida así como su composición físico - química varía de acuerdo a la variedad de caña molida, la eficiencia en la molienda, el método de clarificación empleado y otros factores.

La variedad de caña según Gallardo M. (2012), en una entrevista para El país explicó que: “entre las clases de caña que se emplean ahora está la variedad tradicional CP-48103 que se cultivaba desde inicios de la industria ya que era resistente al clima y la helada, más sin embargo, debido a la renovación de cultivos esta variedad ha llegado a un 7 %. Otras variedades provienen del norte argentino como la NA 85-1602, la variedad Tucumana TUC 67 que tienen mayor peso pero menor contenido de sacarosa, menos resistentes a plagas y más vulnerables”.

Otras de las variedades que se cultivan en la actualidad son: TUC-7420, CP 65-361, SP 70-1143. Como se muestra en la TABLA III - 3 los rangos de contenido de cera varía en función a la variedad de caña, por ello se hace necesario caracterizar el subproducto de la industria azucarera de Bermejo.

Figura 4-1 Cachaza húmeda sacada de los filtros rotativos de vacío



Fuente: Elaboración propia, 2018.

Los análisis que se realizaron en la ciudad de Tarija en el CEANID fueron: cantidad de cera cruda, contenido de cenizas, pH y fibra. El ingenio azucarero de Bermejo proporciono datos como: humedad y cantidad de azúcar (% Pol) de cachaza. Todos estos resultados se muestran en el ANEXO A.

Se realizó análisis físicos en el Laboratorio de Operaciones Unitarias (LOU), como la densidad aparente de la cachaza seca y análisis granulométrico de cachaza, siguiendo procedimientos que se muestran en el ANEXO B.

4.3.1.1. Densidad aparente de la cachaza

Se determina la densidad de la cachaza en base seca para caracterizar la materia prima que se usa para la extracción de cera de caña de azúcar, además que el dato sirve en el balance de materia.

Para realizar el análisis se usó una probeta, balanza analítica y cachaza seca, además de una guía donde se explica detalladamente el procedimiento (ver ANEXO B).

A continuación en la siguiente tabla se muestra los datos obtenidos en el laboratorio.

Tabla IV-8 Cuadro de resultados de densidad aparente de la cachaza

N° de prueba	Probeta vacía (g)	Probeta + cachaza (g)	Peso cachaza (g)	Volumen (ml)	Densidad aparente (g / ml)
1	97,840	120,447	22,607	91	0,248
2	97,873	119,848	21,975	89	0,247
3	97,877	119,61	21,733	89	0,244
4	97,872	120,437	22,565	90	0,251

Fuente: Elaboración propia, 2018.

El análisis nos muestra que la densidad aparente de la cachaza de I.A.B.S.A. en base seca se encuentra entre 0,244 g / ml a 0,251 g / ml.

4.3.1.2. Análisis granulométrico de la cachaza

Se efectúa el análisis granulométrico de la cachaza con el objetivo de determinar los tamaños de partícula que conforman la cachaza después de realizar el secado, además de identificar qué tamaño de partículas de cachaza entran al proceso de molienda y posteriormente al proceso de extracción.

Para determinar el tamaño de partícula de la cachaza seca, se sometió a un análisis por tamizado en el ORTO ALRESA (tamiz vibratorio), empleando tamices con tamaños de malla desde 0,063; 0,25; 0,50; 1; 2; 4; y 5 mm cada uno de ellos corresponde a los números: 230, 60, 35, 18, 10, 5 y 0,3 - ½ ” de la norma ASTM respectivamente, como se muestra en las tablas de escala de tamices estándar en el ANEXO C.

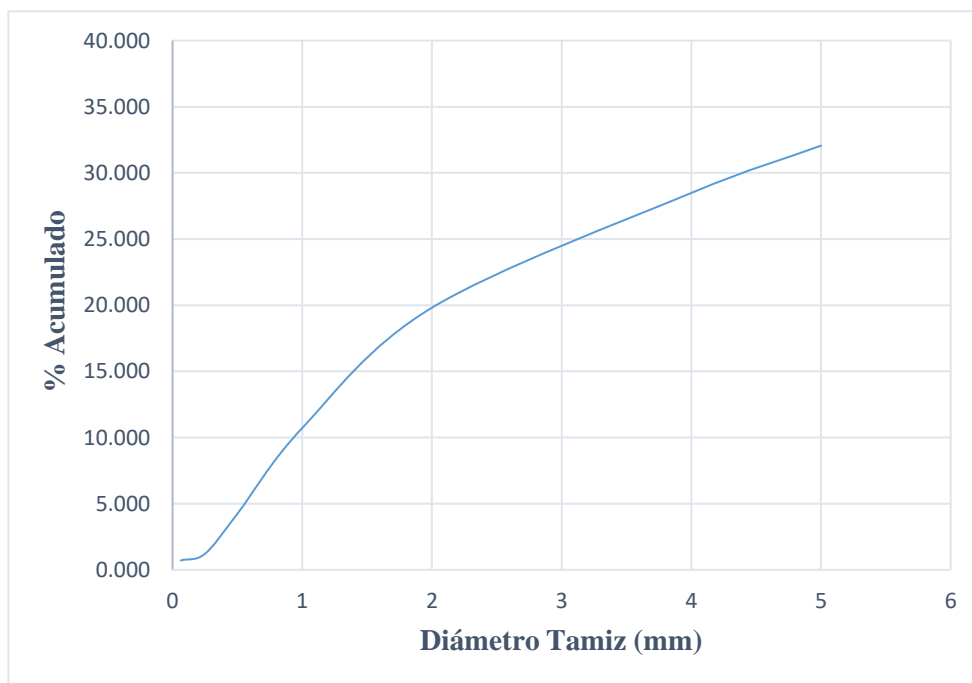
En las siguientes tablas se muestra los datos recogidos luego de realizar el análisis.

Tabla IV-9 Análisis granulométrico de la cachaza

No. TAMIZ	DIÁMETRO TAMIZ (mm)	MASA DE SÓLIDO RETENIDO (g)	PORCENTAJE RETENIDO %	PORCENTAJE ACUMULADO %
0,3 - 1/2"	5	136,107	67,940	32,060
5	4	7,16	3,574	28,486
10	2	17,375	8,673	19,813
18	1	18,218	9,094	10,719
35	0,5	12,978	6,478	4,240
60	0,25	6,064	3,027	1,213
230	0,063	1,008	0,503	0,710
FONDO	0	1,423	0,710	0
TOTAL		200,333	100	

Fuente: Elaboración propia, 2018.

Figura 4-2 Gráfica de porcentaje acumulado vs. N° de malla



Fuente: Elaboración propia, 2018.

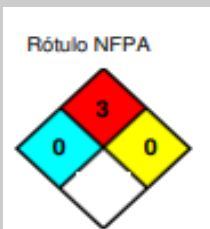

Los resultados y explicación detallada de los parámetros para caracterizar la cachaza se muestran en el capítulo de resultados y discusión.

4.3.2. Reactivos usados en la investigación

El solvente utilizado para la extracción de la cera cruda y para la refinación de la misma fue etanol 96 °GL, proveniente de la destilería de I.A.B.S.A.

En la tabla a continuación se exponen las especificaciones del etanol 96 °GL empleado en la extracción de la cera de caña de azúcar a partir de la cachaza.

Tabla IV-10 Especificaciones del etanol 96 °GL

ALCOHOL ETÍLICO	
 	
IDENTIFICACION	
Sinónimos:	Etanol, Alcohol anhidro, Metil carbinol, Alcohol desnaturalizado
Fórmula:	CH ₃ CH ₂ OH
Composición:	etanol 96 ° alcohólico
Clases UN:	3.2
Usos:	Disolvente para resinas, grasas, aceites, ácidos grasos, hidrocarburos, hidróxidos alcalinos. Como medio de extracción por solventes, fabricación de intermedios, derivados orgánicos, colorantes, drogas sintéticas, elastómeros, detergentes, soluciones para limpieza, revestimientos, cosméticos, anticongelantes, antisépticos, medicina.
PROPIEDADES FISICAS Y QUIMICAS	
Apariencia:	líquido incoloro volátil de olor característico y agradable
Gravedad específica (aire=1):	0,7893 / 20 °C
Punto de ebullición (°C):	78 – 79
Punto de fusión (°C):	-114
Densidad relativa del vapor (aire=1):	1,6
Punto de inflamación (°C):	17 c.c.
Temperatura de auto ignición (°C):	422
Presión de vapor (mm Hg):	44,0 / 20 °C
Viscosidad (cp):	N.R.
pH:	N.A.

Solubilidad:	Soluble en agua, alcohol metílico, éter, cloroformo, acetona y benceno.
RIESGO DE INCENDIO Y / O EXPLOSIÓN	
- Inflamable. Se evapora fácilmente. Sus vapores Se depositan en zonas bajas y forman mezclas explosivas con aire si se concentra en lugares confinados.	
- Producto de la combustión se liberan óxidos de carbono.	
- Evitar todo fuente de ignición o calor. Separar de materiales incompatibles. Mantener buena ventilación y no fumar en área de trabajo. Equipos de iluminación y eléctricos a prueba de explosión.	
- En caso de incendio evacuar o aislar el área de peligro. Restringir acceso a personas innecesarias. Ubicarse a favor del viento. Usar equipo de protección personal.	
- Como agentes extintores se usa polvo químico seco, espuma para alcohol, dióxido de carbono o agua en forma de rocío.	

Fuente: CORQUIVEN, C. A., 2000.

4.3.3. Equipos, instrumentos y materiales usados en laboratorio

Los equipos, materiales e instrumentos utilizados para la realización de la parte experimental del presente proyecto de investigación se detallan en las tablas siguientes y en el ANEXO D.

- Balanza analítica
- Equipo de filtración (bomba de vacío)
- Agitador magnético
- Calentador
- Agitador mecánico
- Rota evaporador
- Estufa
- Tamiz vibratorio

Los materiales de vidrio e instrumentos usados en laboratorio se detallan a continuación en la TABLA IV – 11.

Tabla IV-11 Material e instrumentos usados en laboratorio

Descripción	Capacidad	Cantidad	Material
Probetas	1000 ml	1	Vidrio
	500 ml	1	
	100 ml	1	
	25 ml	1	
Vaso de precipitación	500 ml	1	Vidrio
	100 ml	1	
Erlenmeyer	500 ml	1	Vidrio
	250 ml	2	
Embudos	-	2	Plástico
		2	Aluminio
Embudo buchner	-	1	Porcelana
Kitasato	500 ml	1	Vidrio
Termómetro	0 a 100 °C	1	Vidrio
Alcoholímetro	0 a 100 °GL	1	Vidrio
Fascos	2000 ml	2	Vidrio
	1500 ml	1	Aluminio
	2000 ml	2	Aluminio
Papel filtro	pliegues	6	-
Papel aluminio	rollo	1	Aluminio
Mortero	-	1	Porcelana
Fascos con tapa	130 ml	12	Vidrio
Espatula	-	1	Aluminio

Fuente: Elaboración propia, 2019.

4.4. Diagrama de bloques del proceso experimental de obtención de cera refinada a partir de cachaza generada en I.A.B.S.A.

En la siguiente FIGURA 4 – 3 se muestra el diagrama de bloques del proceso de extracción utilizado para la obtención de cera refinada de caña de azúcar a partir de la

cachaza generada en I.A.B.S.A.

Figura 4-3 Diagrama de bloques del proceso de extracción de cera refinada de caña de azúcar a partir de cachaza



Fuente: Elaboración propia, 2018.

4.5. Descripción del diagrama de bloques del proceso de obtención de cera refinada de caña de azúcar a partir de cachaza generada en I.A.B.S.A.

En la figura 4 – 3 se visualiza el diagrama de flujo del proceso de obtención de cera refinada a partir de cachaza generada en I.A.B.S.A. en los siguientes puntos se explica paso a paso como se realizó el proceso de obtención de la cera refinada de caña de azúcar:

4.5.1. Recolección de la cachaza

La materia prima utilizada en el proyecto de investigación, es cachaza que sale de los filtros rotativos al vacío en la etapa de filtración del jugo clarificado de caña para la elaboración de azúcar del ingenio azucarero de Bermejo (I.A.B.S.A.).

La materia prima fue recolectada a la salida del filtro rotativo al vacío, la misma se recogió en tres bolsas de polipropileno (PP), que fueron pesadas posteriormente indicando una cantidad de 68,61 kg.

Figura 4-4 Recolección de la cachaza desde los filtros rotativos al vacío de I.A.B.S.A.





Fuente: Elaboración propia, 2018.

4.5.2. Secado

La cachaza recolectada fue trasladada a la ciudad de Tarija, donde se efectuó el proyecto de investigación. Se realizó un secado a toda la cachaza para evitar el desarrollo microbiano y la descomposición.

El secado de la cachaza se desarrolló tomando en cuenta la cantidad disponible para ejecutar toda la parte experimental del proyecto de investigación, se realizó el secado mediante dos métodos: en una estufa de tiro forzado FIGURA 4 - 5 y con secado solar como se muestra en el ANEXO F.

Figura 4-5 Secado de la cachaza



Fuente: Elaboración propia, 2018.

La cachaza que se secó de manera natural al sol, estuvo en ambientes del Laboratorio de operaciones unitarias (L.O.U.) durante 20 días, se realizó una remoción constante para tratar de homogeneizar su secado.

Por otra parte se muestreo y peso una cantidad determinada de cachaza en bandejas previamente taradas para secar mediante una estufa de tiro forzado, controlando cada 45 min la cantidad de agua que perdía y la temperatura de secado que se encontraba entre 50 – 55 °C. El procedimiento se repitió hasta que no existieran variaciones entre dos pesadas sucesivas. Los datos recolectados se usaron para elaborar una curva de secado que se muestran en la siguiente tabla.

Tabla IV-12 Datos para la elaboración de la curva de secado

Tiempo (min)	W muestra (g)	PSs (%)
0	690	100
45	580	84,06
90	490	71,01

135	430	62,32
180	370	53,62
225	330	47,83
270	310	44,93
315	290	42,03
360	280	40,58
405	270	39,13
450	270	39,13
495	270	39,13

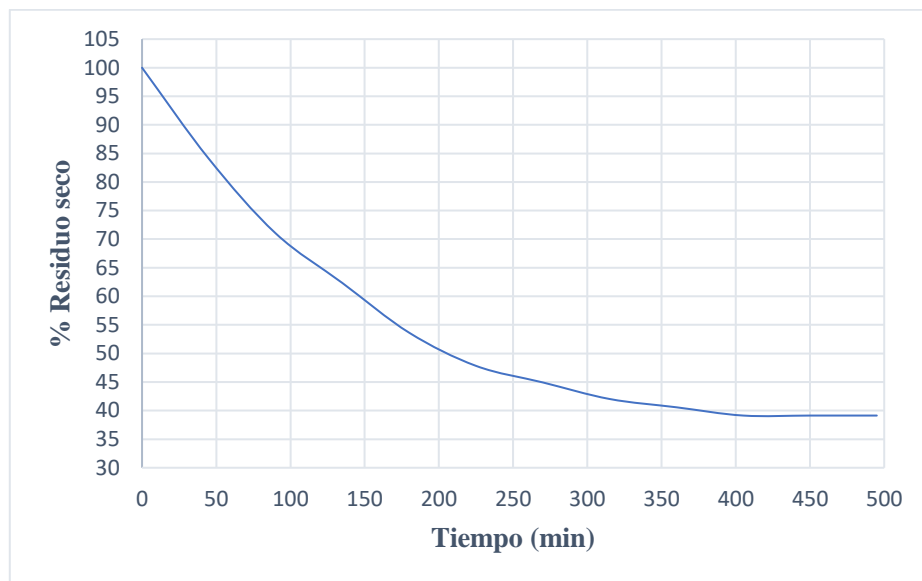
Fuente: Elaboración propia, 2018.

Para el cálculo de PSs % (% residuo seco) que se muestra en la TABLA IV - 12, se lo llevó a cabo con la ecuación que se muestra a continuación:

$$PSs \% = 100 - \left(\frac{m_{inicial} - m_{final}}{m_{inicial}} * 100 \right)$$

Los cálculos se muestran en el ANEXO E.

Figura 4-6 Curva de secado



Fuente: Elaboración propia, 2018.

Con la gráfica se puede determinar que el tiempo de secado es 495 min u 8 h con 25 min. Ésta cantidad de tiempo se debe a que la temperatura de secado es baja (50 – 55 °C) para evitar la fundición de la cera contenida en la cachaza.

4.5.3. Molienda

Una vez terminado el secado de la cachaza, se efectúa la molienda, como se explica en el punto 3.3., el material sólido particulado ofrece una mayor superficie de contacto para mejorar la extracción. Otro propósito de la molienda es homogenizar el tamaño de partículas contenidas en la cachaza seca.

Para ello se pesó 100 g de cachaza seca en la balanza analítica, se añadió las partículas de cachaza a un mortero y se las trituró de manera manual.

Pasado unos 40 min se obtiene una cachaza molida como se ve en la siguiente fotografía.

Figura 4-7 Molienda de la cachaza



Fuente: Elaboración propia, 2018.

Posterior a la molienda se recolectó la cachaza molida en bolsas plásticas con cierre hermético previamente rotuladas; para evitar que la cachaza molida absorba humedad del ambiente, así como se ve en la siguiente figura 4 - 8.

Figura 4-8 Cachaza molida



Fuente: Elaboración propia, 2018.

La bolsa plástica es pesada previamente, luego de finalizar la molienda de la cachaza se vuelve a pesar para poder determinar cuánto de cachaza se pierde en la molienda. Dato que se usa en el balance de materia.

Por la importancia de conocer el tamaño de partículas que entran al proceso de extracción se realizó un ensayo de granulometría, donde se determina que las partículas de cachaza entrantes a la etapa de extracción son de 1, 0,5, 0,25 y 0,063 mm.

4.5.4. Extracción

La extracción de la cera de caña de azúcar a partir de la cachaza se lleva a cabo en un recipiente con tapa (tipo Batch), la agitación fue realizada por un agitador mecánico, usando como solvente etanol 96° GL, cuyo punto de ebullición en condiciones atmosféricas de Tarija es de 69 °C. En esta etapa de extracción se trabajó primero un precalentamiento del solvente y segundo en la extracción.

4.5.4.1. Precalentamiento del solvente

Como el tiempo de extracción se encuentra entre 1 – 2 h, para reducir el tiempo de calentamiento del sistema de extracción. Se calienta previamente el solvente hasta una temperatura de 60 °C. Usando una probeta se mide 1000 ml de etanol 96 °GL y se transfiere a un matraz erlenmeyer para su precalentamiento, se tapa el matraz con papel aluminio para evitar pérdidas por evaporación de solvente y una malla de amianto para proteger el contacto del material de vidrio con el calentador como se muestra en la siguiente figura.

Figura 4-9 Precalentamiento del solvente



Fuente: Elaboración propia, 2018.

4.5.4.2. Determinación de las etapas de extracción

La extracción de cera cruda se realiza mediante la técnica de lixiviación en un equipo de agitación mecánica para asegurar el contacto entre el solvente y las partículas de cachaza. El trabajo de investigación busca determinar por cuales variables se obtendrá mayor cantidad de cera cruda extraída a partir de cachaza. Con ésto en mente es importante determinar el número de etapas que tendrá la extracción.

Como se muestra en la bibliografía, las extracciones sólido - líquido en un equipo soxhlet es más eficiente, esto debido a la constante circulación del solvente a través del sólido.

Con el objetivo de mejorar la eficiencia de extracción por lixiviación se realiza una extracción discontinua (tipo Batch) en etapas. La cachaza molida se agrega en un frasco; seguidamente se vierte el solvente precalentado, se coloca en el agitador mecánico y se tapa. Para asegurar que la temperatura se mantenga entre 65 – 70 °C se usa un calentador y controla la temperatura con un termómetro; el sistema de extracción trabaja en un rango de 1 – 2 h como indica el diseño de experimentos. En la siguiente figura se muestra el sistema de extracción de cera cruda.

Figura 4-10 Sistema de extracción de cera cruda



Fuente: Elaboración propia, 2018.

Concluido el tiempo de extracción, se filtra con lienzo para separar las partículas de cachaza de la solución solvente – cera cruda. Tomando en cuenta las propiedades de la cera cruda el filtrado se debe hacer en caliente, es decir inmediatamente concluye la extracción. Este proceso de extracción se realizó en tres etapas con los mismos parámetros de temperatura 65 – 70 °C y tiempo de 1 – 2 h usando la misma cachaza y solvente recuperado de la primera extracción con las siguientes relaciones:

Tabla IV-13 Etapas de extracción de cera cruda

Etapa	Cachaza [g]	Solvente [ml]
Primera	100	1000
Segunda	Restante de la 1° etapa	750
Tercera	Restante de la 2° etapa	500

Fuente: Elaboración propia, 2018.

Los resultados de estas extracciones mostraron que en la primera y segunda etapa de extracción se obtienen bastante cantidad de cera cruda. Pero en la tercera etapa se extrae una pequeña cantidad de cera cruda que no es relevante realizar la extracción. A continuación se muestra las tres etapas de extracción.

Figura 4-11 Determinación de las etapas de extracción de la cera cruda



Fuente: Elaboración propia, 2018.

En la figura 4 – 12 se ve claramente como varía el color de cada extracción, esto debido

a la cantidad de cera cruda que contiene. Se nota en la fotografía que la tercera extracción prácticamente contiene una pequeña cantidad de cera cruda ya que el color claro indica el mayor contenido de etanol. La cera cruda a temperatura ambiente es sólida, por lo que se comprobó la existencia de ésta una vez atemperada la solución solvente – cera cruda.

Figura 4-12 Contenido de cera cruda en cada extracción



Fuente: Elaboración propia, 2018.

Al concluir este procedimiento se determina realizar dos etapas de extracción, las soluciones obtenidas se mezclan para pasar a la siguiente fase de filtración.

4.5.5. Filtración

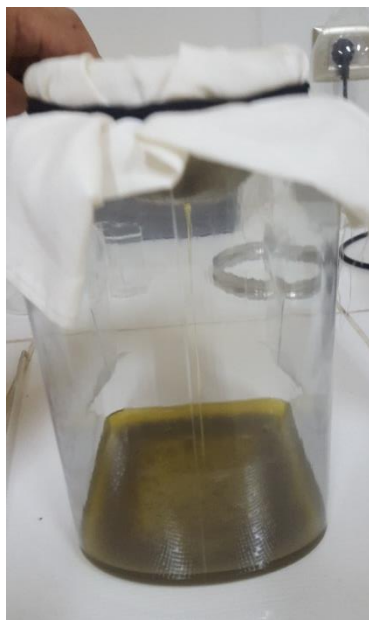
Posterior a realizar la extracción se necesita separar las partículas de cachaza de la solución solvente – cera cruda, para ello se filtra dos veces: una filtración con lienzo y una segunda filtración a vacío para quitar las partículas más pequeñas de cachaza que quedan en la solución.

4.5.5.1. Primera filtración

La mezcla de cachaza y solución solvente – cera cruda, que sale de la extracción contiene partículas de cachaza sólida de tamaños 0,063; 0,25; 0,50 y 1 mm que no permiten una directa filtración al vacío; ya que la torta de cachaza que se forma tapa los poros del papel filtro; la filtración por gravedad se complica ya que a temperatura ambiente la cera se vuelve sólida y no pasa por los poros del papel filtro.

Para mejorar la filtración se hizo con 4 capas de lienzo para separar las partículas más grandes de cachaza de la solución solvente – cera cruda. Esta filtración se debe realizar inmediatamente después de la extracción, ya que la cera se solidifica a medida que baja la temperatura de extracción (65 – 70 °C). La siguiente fotografía muestra el procedimiento de la primera filtración.

Figura 4-13 Primera filtración



Fuente: Elaboración propia, 2018.

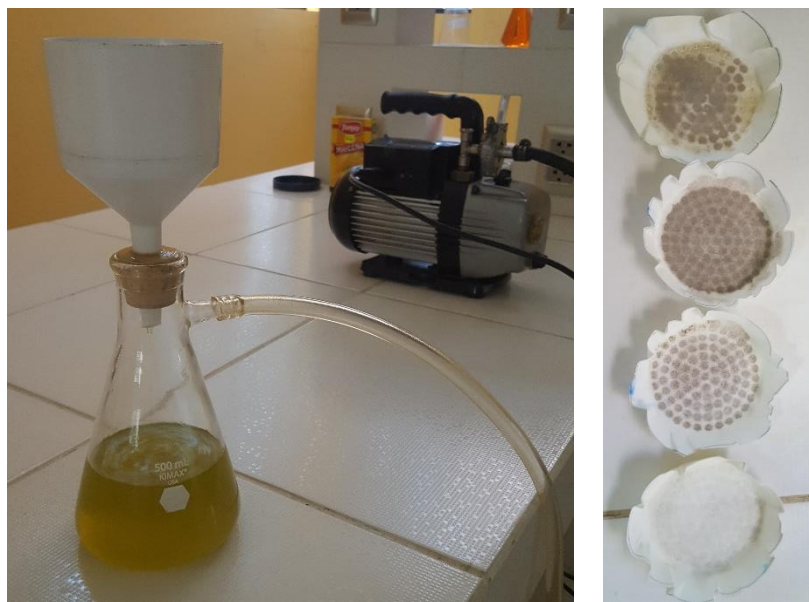
4.5.5.2. Segunda filtración

Como se muestra en la figura 4 – 13 la filtración con lienzo permite el paso de partículas pequeñas de cachaza que deben ser eliminadas para poder realizar la evaporación del solvente y tener una cera sin impurezas.

La solución filtrada en la primera etapa se lo lleva a calentamiento hasta 70 °C, a esta temperatura se garantiza la solubilidad de toda la cera en el seno del solvente, además de asegurar la decantación de las partículas de cachaza que quedan al fondo del recipiente de extracción.

Se filtra al vacío a una presión de – 50 kPa hasta asegurar que no quedan partículas de cachaza en la solución solvente – cera cruda como muestra la siguiente fotografía.

Figura 4-14 Segunda filtración



Fuente: Elaboración propia, 2018.

El proceso de filtración al vacío se repitió entre 4 a 6 veces; debido a la capacidad del Kitasato 500 ml; en cada filtración se calienta la solución solvente – cera cruda. El filtrado resultante está listo para siguiente fase.

4.5.6. Evaporación

La fase de evaporación se la realiza con dos fines: recuperar el solvente y separar la cera cruda del solvente.

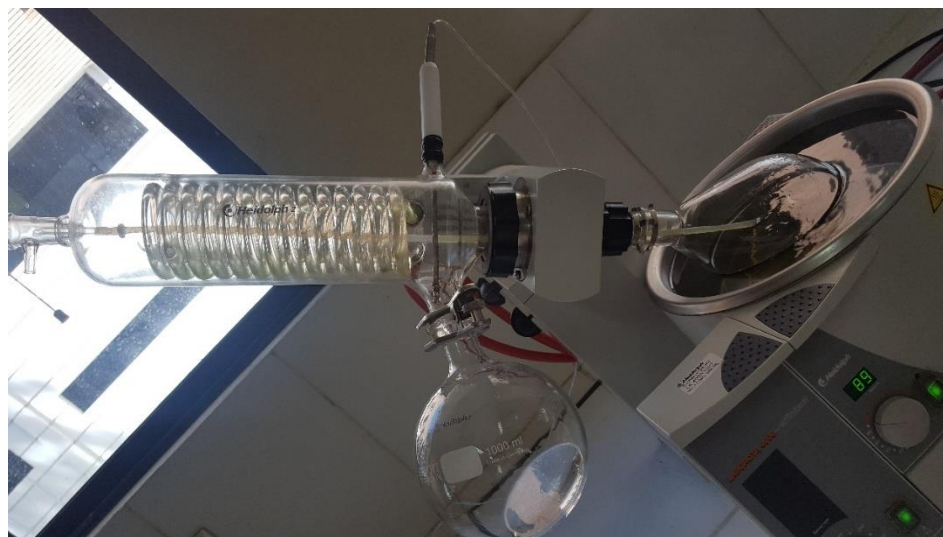
La solución de solvente - cera cruda filtrada anteriormente debe estar a 70 °C para asegurar que toda la cera esté disuelta y al trasvasar no queden restos en el kitasato. La evaporación se realiza en el rota evaporador; equipo que permite la concentración de la cera al eliminar el solvente de la solución, este equipo facilita controlar la transferencia de calor a través de un baño termostático además de proporcionar agitación a la solución para asegurar la correcta distribución de calor en todo el balón evaporador.

Se coloca agua en el baño del rota evaporador para que alcance una temperatura de 89

°C (temperatura a la cual el calor transferido permite la evaporación del solvente), cuando la temperatura del baño ha alcanzado los 40 °C se abre las llaves de paso de agua al condensador, a su vez se trasvasa al balón de evaporación de 1000 ml la solución solvente – cera cruda anticipadamente calentada. La temperatura del baño sigue aumentando, cuando el baño se encuentra a 65 °C se comienza a agitar la solución solvente – cera a 30 rpm.

La evaporación del solvente a estas condiciones dura aproximadamente 2 h. En la siguiente figura se muestra el equipo de evaporación funcionando a condiciones ya especificadas.

Figura 4-15 Evaporación del etanol de la solución solvente – cera cruda



Fuente: Elaboración propia, 2018.

Pasado las 2 h se tiene casi la totalidad del solvente en el balón recolector de 1000 ml, mientras que dentro del balón de evaporación queda la cera cruda, misma que contiene cera, aceite y resinas que serán separadas en las siguientes etapas de refinación. Es importante que una vez concluida la evaporación se trasvase la cera cruda líquida del balón a un vaso de precipitado para poder pesar la cantidad de cera cruda extraída, ya que ésta se solidifica rápidamente una vez retirada del calor, dificultando así la recuperación de toda la cera cruda del balón.

Figura 4 -16 Cera cruda de caña de azúcar



Fuente: Elaboración propia, 2018.

4.5.7. Primera etapa de refinación

La refinación de la cera es importante dado que el producto es obtenido de manera bruta, es decir, la cera cruda y no tiene un valor intrínseco como tal, pues para su venta se necesita una cera libre de impurezas. La cera cruda de caña de azúcar está formada por cera, aceite y resina.

Para poder separar estos componentes se debe seguir un proceso físico de separación en el que se aprovechan las propiedades de solubilidad del aceite y de la resina con el etanol.

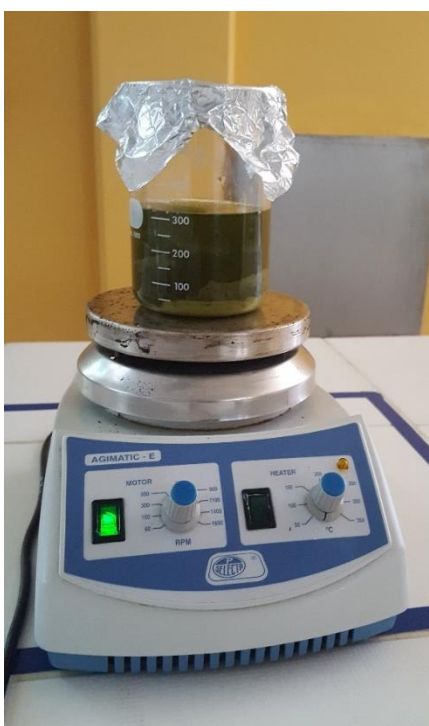
La primera etapa de refinación consta de una extracción del aceite, seguido de una filtración y evaporación del solvente; estos procedimientos se explican a continuación.

4.5.7.1. Extracción del aceite de cachaza

El proceso consiste en dispersar la cera cruda en un solvente orgánico. Disolviendo así el aceite, la cera y la fracción resinosa quedan como sólidos insolubles. Para la extracción del aceite la bibliografía muestra que el solvente mayormente usado es la acetona. En este trabajo se propone el uso de etanol 96 °GL ya que es un solvente orgánico que puede disolver el aceite de cachaza.

El proceso comienza pesando la cantidad total de cera cruda que se tiene, empleando la relación de 0,05 g cera cruda / ml de etanol, es decir, por cada 10 g de cera cruda se agrega 200 ml de etanol 96 °GL. Se vierte la cera cruda a un vaso de precipitado de 500 ml seguidamente se agrega el etanol y coloca sobre el agitador magnético a 100 rpm durante un periodo de 1 h; a temperatura ambiente (20 – 22 °C) Para evitar la evaporación del etanol se tapa el vaso de precipitado con papel aluminio. Como se muestra en la siguiente fotografía.

Figura 4-17 Extracción del aceite de cachaza



Fuente: Elaboración propia, 2018.

4.5.7.2. Filtración de la solución solvente – aceite de cachaza

Después que concluye la extracción del aceite de cachaza, se separa la solución solvente - aceite de los sólidos insolubles que se decantaron en el vaso de precipitado.

La filtración por gravedad dió mejores resultados para separar la solución solvente - aceite de los sólidos insolubles. Para esta filtración primero se pesa el papel filtro, previamente cortado; se colocan papeles filtro a los embudos que se encuentran sobre

los matraces erlenmeyer y humedece con etanol, luego se filtra la solución solvente – aceite aproximadamente durante 30 min, como se ve en la fotografía siguiente:

Figura 4-18 Filtración de la solución solvente - aceite



Fuente: Elaboración propia, 2018.

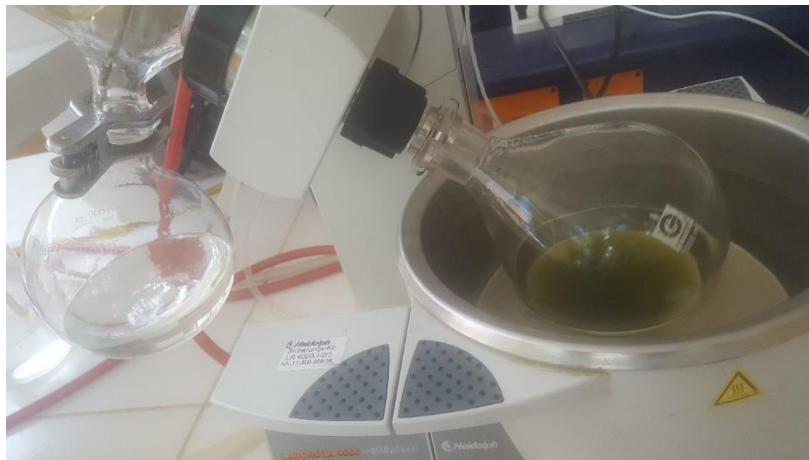
El filtrado de los matraces Erlenmeyer se mezcla y mide el volumen de la solución solvente – aceite en una probeta, luego de filtrar esta solución se encuentra lista para llevar a evaporación y así separar el aceite del solvente.

4.5.7.3. Evaporación del solvente

De igual manera que en la anterior fase de evaporación se emplea el mismo equipo de evaporación (Rota evaporador), mismo que se coloca con su baño de agua a temperatura de 89 °C. La solución de solvente – aceite se coloca en el balón de evaporación de 1000 ml y se aplica una agitación de 30 rpm para asegurar la distribución de calor en todo el balón con un tiempo de 1,5 h. En esta etapa se evapora todo el etanol de la solución, quedando en el balón de evaporación solamente el aceite de cachaza.

En una probeta de 10 ml se mide la cantidad de aceite extraído, y por otro lado la cantidad de etanol recuperado. En las siguientes fotografías se muestra la evaporación del solvente, medida de volúmenes, y almacenamiento del aceite de cachaza.

Figura 4-19 Evaporación de solvente y recuperación del aceite de cachaza



Fuente: Elaboración propia, 2018.



Fuente: Elaboración propia, 2018.

4.5.8. Segunda etapa de refinación

La segunda etapa de refinación consiste en separar la fracción resinosa de la cera, para ello se aprovecha las características físicas de la resina para separar por diferencia del

punto de fusión.

El punto 3.2.4. Indica que el solvente más usado en la extracción de la fracción resinosa es el alcohol etílico, que por sus propiedades similares al etanol puede ser reemplazado.

En la anterior etapa de refinación, al separar de la solución solvente – aceite quedan los sólidos insolubles sobre el papel filtro (cera y resinas que no se disuelven en etanol a temperatura ambiente).

Este sólido insoluble formado por cera y resina se deja secar por 48 h, tiempo en el que se elimina el etanol y se seca el sólido; en la parte experimental se observó que es mejor raspar la mezcla de cera – resina cuando está seca a hacerlo cuando se encuentra húmeda ya que con la segunda opción se tiene muchas pérdidas de cera y resinas; pasado las 48 h se raspa del papel filtro y pesa la cantidad de cera y resina obtenida.

Figura 4-20 Mezcla de cera y resina



Fuente: Elaboración propia, 2018.

Como se ve en la anterior fotografía una vez raspada y pesada la mezcla sólida de cera - resina, se la puede trasvasar a un vaso de precipitado para realizar la extracción de la resina.

4.5.8.1. Extracción de la resina

Mientras se raspa y pesa la mezcla sólida de cera – resina, a su vez se coloca a

precalentar en el agitador con calefacción, 450 ml de etanol 96 °GL en un vaso de precipitado de 500 ml hasta una temperatura de 60 °C y una agitación constante de 100 rpm. El vaso de precipitado contiene en su interior el solvente al que se añade la mezcla sólida de cera – resina dejando que la temperatura de calefacción llegue a 70 °C, se tapa el vaso de precipitado con un papel aluminio y deja durante 1 h, hasta que la resina haya decantado en el fondo del vaso y la cera se haya disuelto completamente en el etanol.

Figura 4-21 Extracción de la resina



Fuente: Elaboración propia, 2018.

4.5.8.2. Filtración, para separar la cera de la resina

Transcurrida la hora la solución está lista para ser filtrada y poder separar las resinas de la solución cera- solvente. Si bien la bibliografía indica que la fracción resinosa decanta, se realiza una filtración al vacío para asegurar que no pase resinas al momento de trasvasar la solución de cera – solvente al balón de evaporación.

En un sistema de filtración al vacío se coloca un papel filtro que haya sido pesado, se filtra la solución del vaso de precipitado ayudando con lavados de etanol 96 °GL a su

temperatura de ebullición.

Esta filtración es importante realizarlo en caliente mejor a la temperatura de ebullición del solvente debido a que la solución contiene cera que al bajar los 65 °C se solidifica impidiendo poder filtrar, formando una torta de cera que tapa los poros del papel filtro.

Figura 4 -22 Filtración de la solución cera – solvente



Fuente: Elaboración propia, 2018.

En la fotografía anterior se muestra en el kitasato la solución cera – solvente; la filtración al vacío permite que baje la presión del sistema haciendo que pase lo mismo con la temperatura, consecuencia de ello la solución que contiene la cera se solidifica rápidamente. Antes de pasar a la siguiente fase se debe precalentar la solución para evitar pérdidas de cera al momento de trasvasar desde el kitasato al balón de evaporación.

4.5.8.3. Evaporación de solvente

Es la última fase de extracción de la cera de caña de azúcar a partir de la cachaza, es la evaporación que consiste en separar el solvente de la cera.

Para esta fase se usa el rota evaporador; mientras se calienta la solución que está en el

kitasato, se coloca agua en el baño del rota evaporador y calefacción con una temperatura de 89 °C, cuando la solución del kitasato se haya calentado hasta disolver la cera se trasvasa la solución al balón de evaporación. La temperatura en el rota evaporador va alcanzando los 60 °C se permite que el balón rote a 30 rpm logrando así que la distribución del calor sea igual en cada punto del balón. La evaporación transcurre en aproximadamente 1,5 h o hasta que ya no descieran gotas de solvente condensado al balón colector.

Figura 4-23 Evaporación del solvente

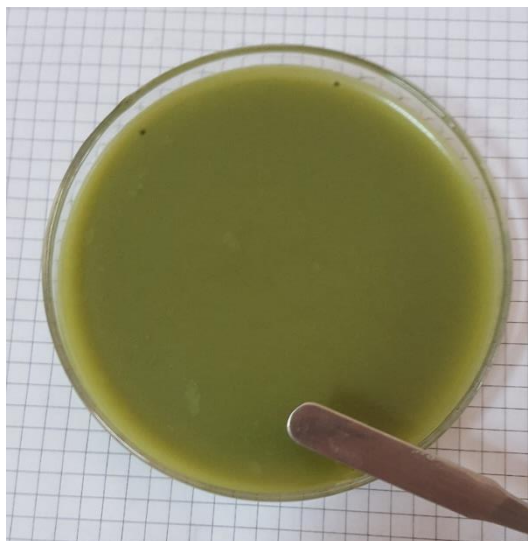


Fuente: Elaboración propia, 2018.

En la figura anterior se muestra como el solvente (etanol 96 °GL) se evapora de la solución cera – solvente; cuando concluye la evaporación se retira el balón de evaporación y trasvasa la cera desde el balón a un recipiente previamente tarado para poder determinar mediante peso la cantidad de cera obtenida. Por otro lado se mide el volumen del solvente recuperado en esta fase y se guarda para emplearlo como solvente recuperado.

En la siguiente fotografía se muestra la cera de caña de azúcar que se obtiene al finalizar la parte experimental.

Figura 4-24 Cera de caña de azúcar



Fuente: Elaboración propia, 2018.

El procedimiento de obtención de cera de caña de azúcar a partir de cachaza se realiza la cantidad de veces que se especifican en el diseño experimental. A diferencia que la cera se lo almacena en unos frascos de vidrio bien tapados como muestra en la figura del ANEXO F, los frascos son guardados a temperatura ambiente (20 – 22 °C) en contenedores de plásticos, para su posterior uso en análisis de caracterización y pruebas hedónicas.

4.6. Análisis de la cera refinada

El análisis de cera refinada se realizó en el Centro de Investigaciones Químicas CIQ S.R.L. en la ciudad de Quillacollo, Cochabamba. Los parámetros que se analizaron fueron parámetros físico - químicos que se describe a continuación.

- Índice de saponificación, utilizando un método de titulación con un límite de detección de 0,1.
- Índice de yodo, utilizando un método de titulación la respuesta presentada en porcentaje con un límite de detección de 0,1.

- Índice de acidez, determinado mediante un método de titulación con un límite de detección de 0,1.
- Porcentaje de materia insaponificable, el método para realizar el ensayo fue de extracción – titulación con un límite de detección del 1,0.
- Punto de fusión, el ensayo se realizó con el método Tubo de Thiele con un límite de detección de 1,0.

Los resultados de los análisis para la cera refinada de caña de azúcar se muestran detalladamente en el siguiente capítulo y los resultados enviados por el CIQ S.R.L. en el ANEXO G.

4.7. Pruebas de aceptación o pruebas hedónicas

Como indica J. S. Ramírez Navas, 2012: Las pruebas hedónicas son pruebas utilizadas para evaluar la aceptación o rechazo de un producto determinado. Es la prueba recomendada para la mayoría de estudios, o en proyectos de investigación estándar, donde el objetivo es simplemente determinar si existen diferencias entre productos en la aceptación del consumidor. Los panelistas deben ser catadores inexpertos y elegidos al azar. A ellos se les pide evaluar muestras codificadas del producto indicando cuanto les agrada cada muestra, marcando cada una de las categorías en la escala.

Por la importancia del prototipo obtenido en el presente proyecto de investigación (cera refinada de caña de azúcar) se realizó esta prueba para valorar la calidad del producto resaltando en aspectos como: presentación, color, olor y textura.

Para ello se usó la prueba hedónica de 5 puntos en la que los panelistas calificaron seis muestras de cera refinada de caña de azúcar según la siguiente escala que se muestra en la TABLA IV– 14.

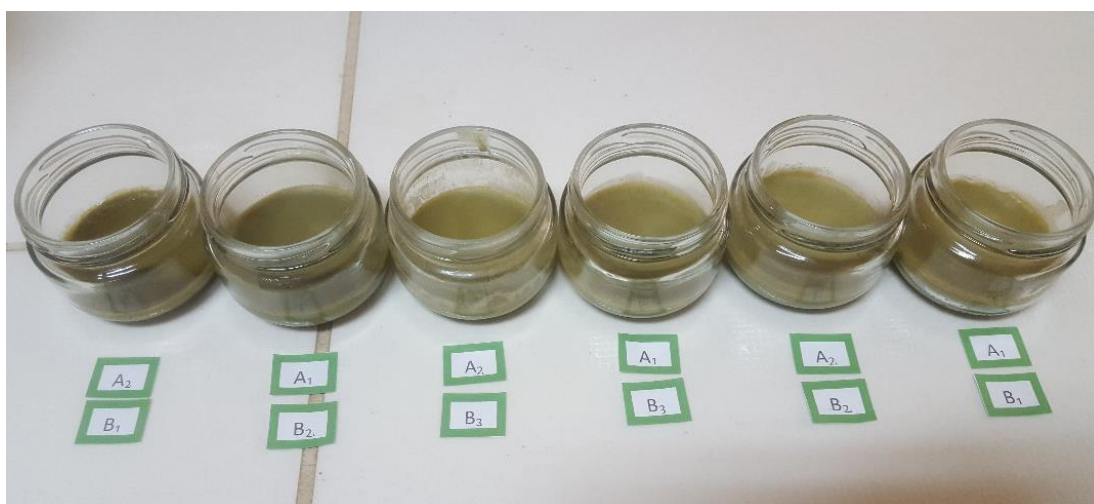
Tabla IV-14 Escala para prueba hedónica de 5 puntos

CATEGORÍA	PUNTAJE
Me disgusta mucho	1
Me disgusta	2
No me gusta ni me disgusta	3
Me gusta	4
Me gusta mucho	5

Fuente: Juan Sebastián Ramírez Navas, 2012.

En la figura siguiente se muestra como se prepararon las muestras para realizar las pruebas hedónicas. Los factores A y B indican el tiempo y la temperatura que se variaron para cada experimento. Para no confundir al panelista se codifica con letras de la A – F las muestras como se ve en la siguiente figura.

Figura 4-25 Pruebas hedónicas



Fuente: Elaboración propia, 2019.

Los resultados de esta prueba se muestran en el capítulo de resultados y discusión y en el ANEXO H.

4.8. Diagrama de flujo y balance de materia y energía del proceso

Para cada extracción de cera de caña de azúcar se registró en tablas los tiempos empleados y temperaturas usadas en la extracción, además de condiciones de la materia prima, residuos y del producto extraído, las condiciones de las corrientes de proceso, pesos y volúmenes de materia prima y producto. Estos datos sirven para realizar el balance de materia y energía, sin embargo para realizar el balance se utiliza aquel que corresponda a la extracción por la cual se obtuvo mayor rendimiento en cera refinada de caña de azúcar a partir de la cachaza, con el fin de determinar condiciones óptimas de proceso. En la figura 4 - 26 se muestra el diagrama de bloques – flujo general en el que se especifican las corrientes y condiciones de las corrientes del proceso.

Tabla IV-15 Datos experimentales para la realización del balance de materia y energía

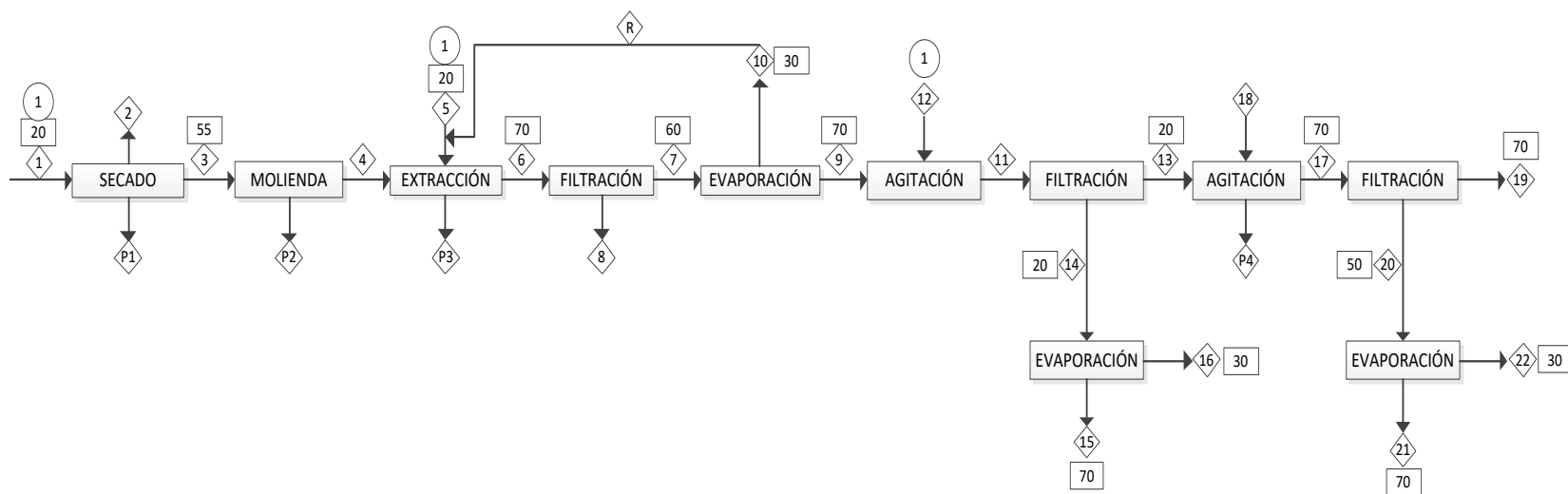
Condiciones de la materia prima	
Masa de entrada de cachaza	410 g
Humedad de cachaza	75,18 %
Porcentaje de cera cruda	7,29 % ⁷
Condiciones de las corrientes del proceso	
Masa de cachaza seca	100,871 g
Masa de cachaza molida	100,451 g
Densidad del etanol	0,7893 g/ml
Volumen etanol perdido en la extracción	390 ml
Masa de cachaza agotada húmeda	464,038 g
Masa de cera cruda obtenida	23,249 g
Masa de cera refinada obtenida	4,932 g
Masa de resina extraída	0,254 g
Aceite extraído	2,104 g

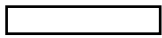



⁷ Porcentaje de cera cruda en base seca de cachaza

Masa de cera y resina	5,190 g
Volumen etanol recuperado 1° etapa refinación	440 ml
Volumen etanol perdido en agitación de la 2° etapa de refinación	100 ml
Condiciones de los equipo usados en el proceso	
Potencia del secador	0,3 kW
Temperatura de entrada de la cachaza	20 °C
Temperatura de secado	55 °C
Tiempo de secado	8,25 h
Potencia del agitador mecánico	0,105 kW
Tiempo de extracción	2 h
Temperatura de entrada etanol al extractor	20 °C
Temperatura de salida de la mezcla extraída	70 °C
Temperatura de salida del etanol recuperado en la etapa de evaporación	30 °C
Potencia del calefactor - agitador	0,63 kW
Tiempo de agitación en la primer y segunda etapa de refinación	1 h
Temperatura de entrada solución etanol – cera	50 °C

Fuente: Elaboración propia, 2019.

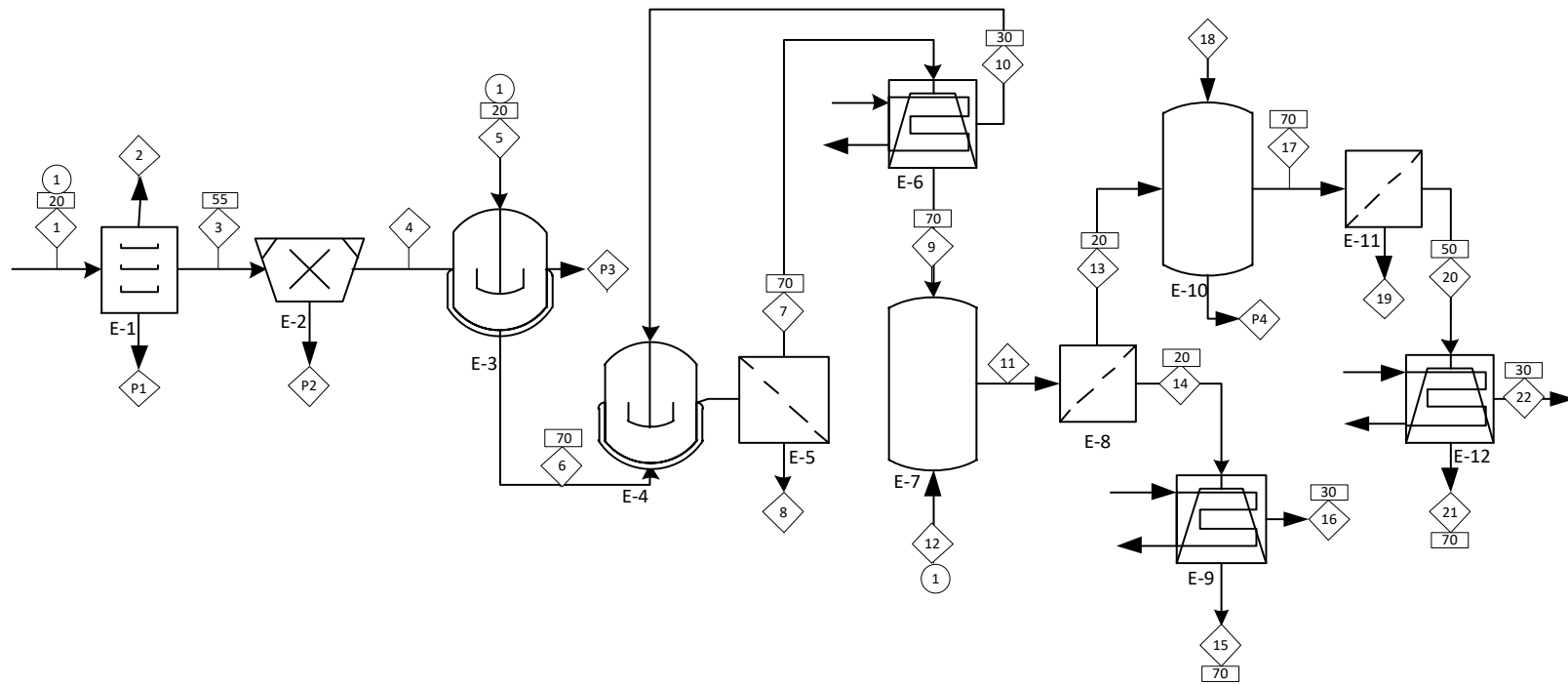
Figura 4-26 Diagrama de bloques – flujo general del proceso de extracción de cera de caña de azúcar a partir de cachaza



LEYENDA			
	Operación unitaria		Temperatura °C
	Número de corriente		Presión atm

Fuente: Elaboración propia, 2019

Figura 4-27 Diagrama de flujo del proceso de extracción de cera de caña de azúcar a partir de cachaza



Fuente: Elaboración propia, 2019.

Tabla IV-16 Nomenclatura del diagrama de flujo

E - 1	Estufa de secado (tiro forzado)	E - 7	Columna de agitación 1° refinación
E - 2	Molino manual	E - 8	Filtro 1° refinación
E - 3	Extractor con agitación 1° etapa	E - 9	Rota evaporador 1° refinación
E - 4	Extractor con agitación 2° etapa	E - 10	Columna de agitación 2° refinación
E - 5	Filtro	E - 11	Filtro 2° refinación
E - 6	Rota evaporador	E - 12	Rota evaporador 2° refinación

Fuente: Elaboración propia, 2019.

4.8.1. Balance de materia del proceso de obtención de cera de caña de azúcar a partir de cachaza generada en I.A.B.S.A.

El diagrama de flujo que se muestra en la FIGURA 4 – 26 muestra las corrientes del proceso que intervienen en la extracción de la cera de caña de azúcar y en la TABLA IV - 17 se especifican los nombres de dichas corrientes.

Tabla IV-17 Corrientes del proceso

CORRIENTE	ESPECIFICACIÓN	CORRIENTE	ESPECIFICACIÓN
C1	Cachaza húmeda	C12	Solvente frío
C2	Agua	C13	Filtrado de la primera refinación
C3	Cachaza seca	C14	Residuo de filtración de la primer refinación
C4	Cachaza molida	C15	Aceite de cachaza
C5	Entrada de etanol	C16	Solvente recuperado 1
C6	Mezcla de extracción	C17	Mezcla segunda refinación

C7	Mezcla de filtración	C18	Solvente precalentado
C8	Cachaza agotada	C19	Resina
C9	Cera cruda	C20	Residuo de filtración de la segunda refinación
C10	Solvente recuperado	C21	Cera
C11	Mezcla primera refinación	C22	Solvente recuperado 2
P1	Pérdidas en el secado	P3	Pérdidas en la extracción
P2	Pérdidas en la molienda	P4	Pérdidas en la 2da. Agitación

Fuente: Elaboración propia, 2019.

4.8.1.1. Balance de materia

Para realizar el balance de materia se realiza en cada etapa del procedimiento. No todos los valores de las corrientes son conocidos, por lo que se hace necesario realizar varios cálculos para completar el balance de materia, los mismos se detallan a continuación.

- SECADO

$$C_1 = C_2 + C_3 + P_1$$

La nomenclatura para el cálculo de las fracciones de cada corriente se usa:

$$x_c = \text{fracción de cachaza}$$

$$x_{cc} = \text{fracción de cera cruda}$$

$$x_w = \text{fracción de agua}$$

$$x_E = \text{fracción de etanol}$$

Para calcular la cantidad de agua eliminada en el secado, se considera la humedad de la cachaza 75,18 %:

$$C_1 * x_{W1} = C_2 * x_{W2} + C_3 * x_{W3} + P_1 * x_{WP1}$$

$$C_1 * x_{W1} = C_2 * 1$$

$$C_2 = C_1 * x_{W1}$$

$$C_2 = 410 \text{ g} * 0,7518$$

$$C_2 = 308,238 \text{ g}$$

Cálculo de cachaza que se pierde en el secado:

$$C_1 = C_2 + C_3 + P_1$$

$$P_1 = C_1 - C_2 - C_3$$

$$P_1 = 410 \text{ g} - 308,238 \text{ g} - 100,871 \text{ g}$$

$$P_1 = 0,891 \text{ g}$$

Para el cálculo de la composición de la corriente C_1 :

$$\text{masa de cera cruda} = C_3 * x_{CC3}$$

$$\text{masa de cera cruda} = 100,871 \text{ g} * 0,0729$$

$$\text{masa de cera cruda} = 7,35 \text{ g}$$

$$x_{CC1} = \frac{\text{masa de cera cruda}}{C_1}$$

$$x_{CC1} = \frac{7,35 \text{ g}}{410 \text{ g}} = 0,018$$

La fracción de cachaza en C_1 :

$$1 = x_{C1} + x_{CC1} + x_{W1}$$

$$x_{C1} = 1 - x_{CC1} - x_{W1}$$

$$x_{C1} = 1 - 0,018 - 0,7518 = 0,2302$$

- MOLIENDA

$$C_3 = P_2 + C_4$$

$$P_2 = C_3 - C_4$$

$$P_2 = 100,871 \text{ g} - 100,451 \text{ g}$$

$$P_2 = 0,420 \text{ g}$$

Cálculo de la fracción de cachaza en C₄.

$$C_3 * x_{C3} = P_2 * x_{CP2} + C_4 * x_{C4}$$

$$C_4 * x_{C4} = C_3 * x_{C3} - P_2 * x_{CP2}$$

$$x_{C4} = \frac{C_3 * x_{C3} - P_2 * x_{CP2}}{C_4}$$

$$x_{C4} = \frac{100,871 \text{ g} * 0,9271 - 0,420 \text{ g} * 1}{100,451 \text{ g}} = 0,927$$

Para la fracción de cera cruda en C₄:

$$1 = x_{C4} + x_{CC4}$$

$$x_{CC4} = 1 - x_{C4}$$

$$x_{CC4} = 1 - 0,927 = 0,073$$

▪ EXTRACCIÓN

En la etapa de extracción se agrega 1000 ml de etanol 96 °GL como solvente de extracción de la cera cruda de caña de azúcar, además de sumar a esa cantidad una recirculación de 750 ml de etanol que se recupera en la etapa de evaporación del solvente. Por tanto la cantidad total de etanol que entra a la etapa de extracción es 1750 ml.

$$\rho_{etanol} = \frac{m}{V}$$

$$m_{etanol} = \rho_{etanol} * V_{etanol}$$

$$m_{etanol} = 0,7893 \frac{\text{g}}{\text{ml}} * 1750 \text{ ml}$$

$$m_{etanol} = 1381,275 \text{ g}$$

El balance general para esta etapa:

$$C_4 + C_5 = C_6 + P_3$$

Las pérdidas en la etapa de extracción son solo de etanol evaporado debido al cambio de fase de dicho solvente. Por lo que $P_3 = 390 \text{ ml}$ lo que es igual a $P_3 = 307,827 \text{ g}$.

$$C_6 = C_4 + C_5 - P_3$$

$$C_6 = 100,451 \text{ g} + 1381,275 \text{ g} - 307,827 \text{ g}$$

$$C_6 = 1173,899 \text{ g}$$

El cálculo de la fracción de cachaza en C_6 :

$$C_4 * x_{C4} + C_5 * x_{C5} = C_6 * x_{C6} + P_3 * x_{P3}$$

$$C_4 * x_{C4} = C_6 * x_{C6}$$

$$x_{C6} = \frac{C_4 * x_{C4}}{C_6}$$

$$x_{C6} = \frac{100,451 \text{ g} * 0,9268}{1173,899 \text{ g}} = 0,0793$$

Cálculo de la fracción de cera cruda en C_6 :

$$C_4 * x_{CC4} + C_5 * x_{CC5} = C_6 * x_{CC6} + P_3 * x_{CCP3}$$

$$C_4 * x_{CC4} = C_6 * x_{CC6}$$

$$x_{CC6} = \frac{C_4 * x_{CC4}}{C_6}$$

$$x_{CC6} = \frac{100,451 \text{ g} * 0,0732}{1173,899 \text{ g}} = 0,00626$$

Para la fracción de etanol en la corriente C_6 :

$$C_4 * x_{E4} + C_5 * x_{E5} = C_6 * x_{E6} + P_3 * x_{EP3}$$

$$C_6 * x_{E6} = C_5 * x_{E5} - P_3 * x_{EP3}$$

$$x_{E6} = \frac{C_5 * x_{E5} - P_3 * x_{EP3}}{C_6}$$

$$x_{E6} = \frac{1173,899 \text{ g} * 0,96 - 307,827 \text{ g} * 0,96}{1173,899 \text{ g}} = 0,8778$$

Por tanto la fracción de agua es:

$$1 = x_{C6} + x_{CC6} + x_{E6} + x_{W6}$$

$$x_{W6} = 1 - x_{C6} - x_{CC6} - x_{E6}$$

$$x_{W6} = 1 - 0,0793 - 0,00626 - 0,8778 = 0,0366$$

▪ FILTRACIÓN

$$C_6 = C_7 + C_8$$

$$C_7 = C_6 - C_8$$

$$C_7 = 1173,899 \text{ g} - 464,038 \text{ g}$$

$$C_7 = 709,861 \text{ g}$$

El cálculo para la fracción de cachaza en C₈:

$$C_6 * x_{C6} = C_7 * x_{C7} + C_8 * x_{C8}$$

$$C_6 * x_{C6} = C_8 * x_{C8}$$

$$x_{C8} = \frac{C_6 * x_{C6}}{C_8}$$

$$x_{C8} = \frac{1173,899 \text{ g} * 0,0793}{464,038 \text{ g}} = 0,2006$$

Cálculo para la fracción de etanol y agua que salen de la corriente C₈:

$$C_8 = C_8 * x_{C8} + C_8 * x_{E8} + C_8 * x_{W8}$$

$$C_8 - C_8 * x_{C8} = C_8 * x_{E8} + C_8 * x_{W8}$$

$$464,038 \text{ g} - 464,038 \text{ g} * 0,2006 = C_8 * x_{E8} + C_8 * x_{W8}$$

$$370,952 \text{ g} = C_8 * x_{E8} + C_8 * x_{W8}$$

La cantidad de etanol que se filtra es 370,952 g de los cuales el 96 % es etanol puro y el resto agua.

$$C_8 * x_{E8} = 370,952 \text{ g} * 0,96$$

$$x_{E8} = \frac{370,952 \text{ g} * 0,96}{464,038 \text{ g}} = 0,7674$$

La fracción de agua es:

$$1 = x_{C8} + x_{E8} + x_{W8}$$

$$x_{W8} = 1 - x_{C8} - x_{E8}$$

$$x_{W8} = 1 - 0,2006 - 0,7674 = 0,032$$

Las fracciones para la corriente C₇ es:

Cantidad de cera cruda

$$C_6 * x_{CC6} = C_7 * x_{CC7} + C_8 * x_{CC8}$$

$$C_6 * x_{CC6} = C_7 * x_{CC7}$$

$$x_{CC7} = \frac{C_6 * x_{CC6}}{C_7}$$

$$x_{CC7} = \frac{1173,899 \text{ g} * 0,00626}{709,861 \text{ g}} = 0,01035$$

Cálculo de la fracción de etanol en C₇:

$$C_6 * x_{E6} = C_7 * x_{E7} + C_8 * x_{E8}$$

$$C_7 * x_{E7} = C_6 * x_{E6} - C_8 * x_{E8}$$

$$x_{E7} = \frac{C_6 * x_{E6} - C_8 * x_{E8}}{C_7}$$

$$x_{CC7} = \frac{(1173,899 \text{ g} * 0,8778) - (464,038 \text{ g} * 0,7674)}{709,861 \text{ g}} = 0,95$$

Por lo tanto la fracción de etanol es:

$$1 = x_{CC7} + x_{E7} + x_{W7}$$

$$x_{W7} = 1 - x_{CC7} - x_{E7}$$

$$x_{W7} = 1 - 0,01035 - 0,95 = 0,0396$$

▪ EVAPORACIÓN

$$C_7 = C_9 + C_{10}$$

$$C_{10} = C_7 - C_9$$

$$C_{10} = 709,861 \text{ g} - 23,249 \text{ g}$$

$$C_7 = 686,612 \text{ g}$$

La cantidad evaporada es solamente etanol 96°GL del cual solo 750 ml recirculan nuevamente a la etapa de extracción.

$$R = V_{etanol} * \rho_{etanol}$$

$$R = 750 \text{ ml} * 0,7893 \frac{\text{g}}{\text{ml}}$$

$$R = 591,975 \text{ g}$$

De la corriente C₁₀ los restantes 94,637 g de etanol al 96 °GL recuperado se almacena.

El porcentaje de la corriente C₁₀ que recircula es:

$$\%R = \frac{591,975 \text{ g}}{686,612 \text{ g}} * 100$$

$$\%R = 86,22 \%$$

La fracción de cera cruda en la corriente C₉ es:

$$C_7 * x_{CC7} = C_{10} * x_{CC10} + C_9 * x_{CC9}$$

$$C_9 * x_{CC9} = C_7 * x_{CC7}$$

$$x_{CC9} = \frac{C_7 * x_{CC7}}{C_9}$$

$$x_{CC9} = \frac{709,861 \text{ g} * 0,0103}{23,249 \text{ g}} = 0,3145$$

Cálculo de la fracción de etanol en C₉:

$$C_7 * x_{E7} = C_{10} * x_{E10} + C_9 * x_{E9}$$

$$C_9 * x_{E9} = C_7 * x_{E7} - C_{10} * x_{E10}$$

$$x_{E9} = \frac{C_7 * x_{E7} - C_{10} * x_{E10}}{C_9}$$

$$x_{E9} = \frac{(709,861 \text{ g} * 0,95) - (686,612 \text{ g} * 0,96)}{23,249 \text{ g}} = 0,6547$$

Por lo tanto la fracción de etanol es:

$$1 = x_{CC9} + x_{E9} + x_{W9}$$

$$x_{W9} = 1 - x_{CC9} - x_{E9}$$

$$x_{W9} = 1 - 0,3145 - 0,6547 = 0,0308$$

▪ PRIMERA ETAPA DE REFINACIÓN

La etapa está compuesta de tres operaciones unitarias que son: agitación, filtración y evaporación. En la agitación se añaden 450 ml de etanol 96 °GL a 20 °C para extraer el aceite de cachaza.

$$C_{12} = \rho_{etanol} * V_{etanol}$$

$$C_{12} = 0,7893 \frac{\text{g}}{\text{ml}} * 450 \text{ ml}$$

$$C_{12} = 355,185 \text{ g}$$

$$C_{11} = C_9 + C_{12}$$

$$C_{11} = 23,249 \text{ g} + 355,185 \text{ g}$$

$$C_{11} = 378,434 \text{ g}$$

El cálculo para las fracciones de la corriente C_{11} :

$$C_{11} * x_{CC11} = C_9 * x_{CC9} + C_{12} * x_{CC12}$$

$$C_{11} * x_{CC11} = C_9 * x_{CC9}$$

$$x_{CC11} = \frac{C_9 * x_{CC9}}{C_{11}}$$

$$x_{CC11} = \frac{23,249 \text{ g} * 0,3145}{378,434 \text{ g}} = 0,0193$$

Cálculo de la fracción de etanol en C_{11} :

$$C_{11} * x_{E11} = C_9 * x_{E9} + C_{12} * x_{E12}$$

$$x_{E11} = \frac{C_9 * x_{E9} + C_{12} * x_{E12}}{C_{11}}$$

$$x_{E11} = \frac{(23,249 \text{ g} * 0,6547) + (355,185 \text{ g} * 0,96)}{378,434 \text{ g}} = 0,9412$$

Por lo tanto la fracción de etanol es:

$$1 = x_{CC11} + x_{E11} + x_{W11}$$

$$x_{W11} = 1 - x_{CC11} - x_{E11}$$

$$x_{W11} = 1 - 0, -0,0193 = 0,0395$$

La composición de cera cruda está formada por tres componentes: cera, aceite y resina.

A partir de aquí se usara estos componentes ya que en las etapas de refinación se separan estos componentes.

$$C_{11} * x_{CC11} = C_{11} * x_{cera} + C_{11} * x_{aceite} + C_{11} * x_{resina}$$

$$7,30 \text{ g} = 4,932 \text{ g} + 0,254 \text{ g} + 2,104 \text{ g}$$

Por tanto estas composiciones tienen las siguientes fracciones en la corriente C_{11} :

$$x_{cera} = 0,01303$$

$$x_{aceite} = 0,00556$$

$$x_{resina} = 0,000671$$

Filtración en la primera etapa de refinación:

$$C_{11} = C_{13} + C_{14}$$

$$C_{14} = C_{11} - C_{13}$$

$$C_{14} = 378,434 \text{ g} - 5,190 \text{ g}$$

$$C_{14} = 373,244 \text{ g}$$

La composición de cera en C_{13} :

$$C_{11} * x_{cera11} = C_{13} * x_{cera13} + C_{14} * x_{cera14}$$

$$x_{cera13} = \frac{C_{11} * x_{cera11}}{C_{13}}$$

$$x_{cera13} = \frac{378,434 \text{ g} * 0,0131}{5,190 \text{ g}} = 0,9552$$

Por lo tanto la cantidad de resina en C_{13} es:

$$1 = x_{cera13} + x_{resina13}$$

$$x_{resina13} = 1 - x_{cera13}$$

$$x_{resina13} = 1 - 0,9552 = 0,0448$$

La composición en la corriente C_{14} es:

$$C_{11} * x_{aceite11} = C_{13} * x_{aceite13} + C_{14} * x_{aceite14}$$

$$x_{aceite14} = \frac{C_{11} * x_{aceite11}}{C_{14}}$$

$$x_{aceite14} = \frac{378,434 \text{ g} * 0,00556}{373,244 \text{ g}} = 0,00564$$

La fracción del etanol es la siguiente:

$$C_{11} * x_{E11} = C_{13} * x_{E13} + C_{14} * x_{E14}$$

$$x_{E14} = \frac{C_{11} * x_{E11}}{C_{14}}$$

$$x_{E14} = \frac{378,434 \text{ g} * 0,9412}{373,244 \text{ g}} = 0,9543$$

Por lo tanto la fracción de agua está dada por:

$$1 = x_{aceite14} + x_{E14} + x_{W14}$$

$$x_{W14} = 1 - x_{aceite14} - x_{E14}$$

$$x_{W14} = 1 - 0,00564 - 0,9543 = 0,040$$

Evaporación de la primera etapa de refinación:

$$C_{16} = \rho_{etanol} * V_{etanol}$$

$$C_{16} = 0,7893 \frac{g}{ml} * 440 ml$$

$$C_{16} = 347,292 g$$

$$C_{14} = C_{15} + C_{16}$$

$$C_{15} = C_{14} - C_{16}$$

$$C_{15} = 373,244 g - 347,292 g$$

$$C_{15} = 25,952 g$$

La fracción de aceite en C_{15} es:

$$C_{14} * x_{aceite14} = C_{15} * x_{aceite15} + C_{16} * x_{aceite16}$$

$$x_{aceite15} = \frac{C_{14} * x_{aceite14}}{C_{15}}$$

$$x_{aceite15} = \frac{373,244 g * 0,00564}{25,952 g} = 0,0811$$

La fracción de etanol es:

$$C_{14} * x_{E14} = C_{15} * x_{E15} + C_{16} * x_{E16}$$

$$x_{E15} = \frac{C_{14} * x_{E14} - C_{16} * x_{E16}}{C_{15}}$$

$$x_{E15} = \frac{(373,244 g * 0,9543) - (347,292 g * 0,96)}{25,952 g} = 0,878$$

La fracción de agua:

$$1 = x_{aceite15} + x_{E15} + x_{W15}$$

$$x_{W15} = 1 - x_{aceite15} - x_{E15}$$

$$x_{W15} = 1 - 0,0811 - 0,878 = 0,0409$$

▪ SEGUNDA ETAPA DE REFINACIÓN

La segunda etapa de refinación se realiza con el objetivo de quitar la resina que acompaña a la cera. Para ello se debe realizar tres operaciones unitarias al igual que en la primera etapa de refinación. La diferencia es que aquí la agitación se realiza a 70 °C.

$$C_{18} = \rho_{etanol} * V_{etanol}$$

$$C_{18} = 0,7893 \frac{g}{ml} * 450 ml$$

La corriente P₄ es la cantidad de masa de etanol perdida por evaporación en la etapa de agitación.

$$P_4 = \rho_{etanol} * V_{etanol}$$

$$P_4 = 0,7893 \frac{g}{ml} * 100 ml$$

$$P_4 = 78,93 g$$

$$C_{13} + C_{18} = C_{17} + P_4$$

$$C_{17} = C_{13} + C_{18} - P_4$$

$$C_{17} = 5,190 g + 355,185 g - 78,93 g$$

$$C_{17} = 281,445 g$$

La fracción de cera en C₁₇ es:

$$C_{13} * x_{cera13} + C_{18} * x_{cera18} = C_{17} * x_{cera17} + P_4 * x_{P4}$$

$$x_{cera17} = \frac{C_{13} * x_{cera13}}{C_{17}}$$

$$x_{cera17} = \frac{5,190 g * 0,9552}{281,445 g} = 0,0176$$

La fracción de resina:

$$C_{13} * x_{resina13} + C_{18} * x_{resina18} = C_{17} * x_{resina17} + P_4 * x_{resinaP4}$$

$$x_{resina17} = \frac{C_{13} * x_{resina13}}{C_{17}}$$

$$x_{resina17} = \frac{5,190 \text{ g} * 0,0448}{281,445 \text{ g}} = 0,00083$$

Fracción de etanol:

$$C_{13} * x_{E13} + C_{18} * x_{E18} = C_{17} * x_{E17} + P_4 * x_{EP4}$$

$$x_{E17} = \frac{C_{18} * x_{E18} - P_4 * x_{EP4}}{C_{17}}$$

$$x_{E17} = \frac{(355,185 \text{ g} * 0,96) - (78,93 \text{ g} * 0,96)}{281,445 \text{ g}} = 0,9423$$

Por lo tanto la fracción de agua es:

$$1 = x_{cera17} + x_{resina17} + x_{E17} + x_{W17}$$

$$x_{W17} = 1 - x_{cera17} - x_{resina17} - x_{E17}$$

$$x_{W17} = 1 - 0,0176 - 0,00083 - 0,9423$$

$$x_{W17} = 0,0393$$

Filtración de la segunda etapa de refinación

$$C_{17} = C_{20} + C_{19}$$

$$C_{20} = C_{17} - C_{19}$$

$$C_{20} = 281,445 \text{ g} - 0,254 \text{ g}$$

$$C_{20} = 281,191 \text{ g}$$

La fracción de los componentes de C₂₀:

$$C_{17} * x_{cera17} = C_{20} * x_{cera20} + C_{19} * x_{cera19}$$

$$x_{cera20} = \frac{C_{17} * x_{cera17}}{C_{20}}$$

$$x_{cera20} = \frac{281,445 \text{ g} * 0,0176}{281,191 \text{ g}} = 0,0176$$

La fracción del etanol:

$$C_{17} * x_{E17} = C_{20} * x_{E20} + C_{19} * x_{E19}$$

$$x_{E20} = \frac{C_{17} * x_{cera17}}{C_{20}}$$

$$x_{cera20} = \frac{281,445 \text{ g} * 0,9423}{281,191 \text{ g}} = 0,9431$$

Por esto la fracción de agua es:

$$1 = x_{cera20} + x_{E20} + x_{W20}$$

$$x_{W20} = 1 - x_{cera20} - x_{E20}$$

$$x_{W17} = 1 - 0,0176 - 0,9431 = 0,0393$$

Evaporación de la segunda etapa de filtración

$$C_{20} = C_{21} + C_{22}$$

$$C_{22} = C_{20} - C_{21}$$

$$C_{22} = 281,191 \text{ g} - 4,932 \text{ g}$$

$$C_{22} = 276,259 \text{ g}$$

La composición de la corriente C_{22} es solamente etanol, su fracción es:

$$C_{20} * x_{E20} = C_{21} * x_{E21} + C_{22} * x_{E22}$$

$$x_{E22} = \frac{C_{20} * x_{E20}}{C_{22}}$$

$$x_{E22} = \frac{281,191 \text{ g} * 0,9431}{276,259 \text{ g}} = 0,96$$

Entonces la fracción de agua:

$$1 = x_{E22} + x_{W22}$$

$$x_{W22} = 1 - 0,96 = 0,04$$

En el capítulo de resultados y discusión se muestra de manera resumida los resultados

del balance de materia de la obtención de cera refinada de caña de azúcar a partir de cachaza.

4.8.1.2. Balance de energía

Para el cálculo del balance de energía en el presente proyecto de obtención de cera refinada de caña de azúcar a partir de la cachaza se utilizan tablas termodinámicas de calor específico y de calor de vaporización para el solvente ⁸.

El balance de energía se realiza solo a las etapas en los que haya transferencia de energía de una corriente a otra, como se muestra en la FIGURA 4 – 26.

▪ SECADO

$$Q = P * t$$

$$Q_S = P_{secador} * t_{secado}$$

$$Q_S = 0,3 \text{ kW} * 8,25 \text{ h}$$

$$Q_S = 2,475 \text{ kWh} = 2128,12 \text{ kcal}$$

▪ EXTRACCIÓN

Para calcular la energía total requerida en la etapa de extracción; se deberá sumar la energía que necesita el agitador $Q_{agitador}$ más la energía que requiere el sistema de extracción $Q_{extracción}$.

$$Q_T = Q_{agitador} + Q_{extracción}$$

El cálculo para la energía de extracción está dada por la siguiente ecuación:

$$Q_{extracción} = Q_1 + Q_2$$

Donde Q_1 es el calor sensible que se requiere para el calentamiento del etanol desde 20 °C hasta los 70 °C.

$$Q_1 = m * C_p * (T_f - T_o)$$

⁸ Gilbert W. Castellán (1987) Físico química

$$Q_1 = 1,3813 \text{ kg} * 0,5789 \frac{\text{kcal}}{\text{kg} \cdot ^\circ\text{C}} * (70 - 20)^\circ\text{C}$$

$$Q_1 = 39,982 \text{ kcal}$$

Q_2 es el calor latente que vaporiza el etanol.

$$Q_2 = m_v * \lambda_v$$

$$Q_2 = 0,3078 \text{ kg} * 204,19 \frac{\text{kcal}}{\text{kg}}$$

$$Q_2 = 62,850 \text{ kcal}$$

Entonces:

$$Q_{\text{extracción}} = 39,982 \text{ kcal} + 62,850 \text{ kcal}$$

$$Q_{\text{extracción}} = 102,832 \text{ kcal}$$

Cálculo de la energía requerida para la agitación mecánica en la etapa de extracción.

$$Q_{\text{agitador}} = P * t$$

$$Q_{\text{agitador}} = 0,105 \text{ kW} * 2 \text{ h}$$

$$Q_{\text{agitador}} = 0,210 \text{ kWh} = 180,57 \text{ kcal}$$

Por lo tanto la energía requerida en la etapa de extracción:

$$Q_T = 102,832 \text{ kcal} + 180,57 \text{ kcal}$$

$$Q_T = 283,402 \text{ kcal}$$

▪ EVAPORACIÓN

La energía utilizada en el rota evaporador es igual a la suma de la energía necesaria para generar el vapor dentro del balón de evaporación más el calor retirado por el agua de enfriamiento del condensador.

$$Q_{G.V.} = m * C_p * (T_f - T_o) + m_v * \lambda_v$$

$$Q_{G.V.} = \left[0,7025 \text{ kg} * 0,5789 \frac{\text{kcal}}{\text{kg } ^\circ\text{C}} * (70 - 60)^\circ\text{C} \right] + \left(0,6866 \text{ kg} * 204,19 \frac{\text{kcal}}{\text{kg}} \right)$$

$$Q_{G.V.} = 4,0668 \text{ kcal} + 140,197 \text{ kcal}$$

$$Q_{G.V.} = 144,264 \text{ kcal}$$

El balance de energía para el condensador del rota evaporador nos dice que el vapor de etanol cede su calor y la corriente de agua que se usa como refrigerante lo recibe entonces:

$$Q_{cedido} = Q_{recibido}$$

$$Q_{cedido} = Q_{condensación} + Q_{enfriamiento}$$

$$Q_{cedido} = m_{cond} * \lambda_{cond} + m * C_p * (T_f - T_o)$$

$$Q_{cedido} = \left[0,6866 \text{ kg} * 204,19 \frac{\text{kcal}}{\text{kg}} \right] + \left[0,6866 \text{ kg} * 0,5789 \frac{\text{kcal}}{\text{kg } ^\circ\text{C}} * (30 - 70)^\circ\text{C} \right]$$

$$Q_{cedido} = 140,197 \text{ kcal} - 15,899 \text{ kcal}$$

$$Q_{cedido} = 124,298 \text{ kcal}$$

▪ EVAPORACIÓN EN LA PRIMERA ETAPA DE REFINACIÓN

La energía necesaria para evaporar el etanol de la mezcla de aceite de cachaza más etanol se calcula de la siguiente manera:

Calor entregado para evaporar el etanol de la mezcla:

$$Q_{G.V.} = m * C_p * (T_f - T_o) + m_v * \lambda_v$$

$$Q_{G.V.} = \left[0,3730 \text{ kg} * 0,5789 \frac{\text{kcal}}{\text{kg } ^\circ\text{C}} * (70 - 20)^\circ\text{C} \right] + \left(0,3473 \text{ kg} * 204,19 \frac{\text{kcal}}{\text{kg}} \right)$$

$$Q_{G.V.} = 10,796 \text{ kcal} + 70,915 \text{ kcal}$$

$$Q_{G.V.} = 81,711 \text{ kcal}$$

El balance de energía para el condensador del rota evaporador indica que:

$$Q_{cedido} = Q_{recibido}$$

$$Q_{cedido} = Q_{condensación} + Q_{enfriamiento}$$

$$Q_{cedido} = m_{cond} * \lambda_{cond} + m * C_p * (T_f - T_o)$$

$$Q_{cedido} = \left[0,3473 \text{ kg} * 204,19 \frac{\text{kcal}}{\text{kg}} \right] + \left[0,3473 \text{ kg} * 0,5789 \frac{\text{kcal}}{\text{kg} \text{ } ^\circ\text{C}} * (30 - 70)^\circ\text{C} \right]$$

$$Q_{cedido} = 70,915 \text{ kcal} - 8,042 \text{ kcal}$$

$$Q_{cedido} = 62,873 \text{ kcal}$$

▪ AGITACIÓN EN LA SEGUNDA ETAPA DE REFINACIÓN

En esta etapa se realiza una agitación con calentamiento del solvente por tanto la energía necesaria se calcula con la siguiente ecuación:

$$Q_{agitación+calefacción} = P * t$$

$$Q_{agitación+calefacción} = 0,63 \text{ kW} * 1 \text{ h}$$

$$Q_{agitación+calefacción} = 0,63 \text{ kWh} = 541,7 \text{ kcal}$$

▪ EVAPORACIÓN EN LA SEGUNDA ETAPA DE REFINACIÓN

En la evaporación de la segunda refinación se busca separar el etanol de la mezcla cera y etanol; para ello se usa el rota evaporador, su balance de energía se explica:

$$Q_{G.V.} = m * C_p * (T_f - T_o) + m_v * \lambda_v$$

$$Q_{G.V.} = \left[0,2762 \text{ kg} * 0,5789 \frac{\text{kcal}}{\text{kg} \text{ } ^\circ\text{C}} * (70 - 50)^\circ\text{C} \right] + \left(0,2762 \text{ kg} * 204,19 \frac{\text{kcal}}{\text{kg}} \right)$$

$$Q_{G.V.} = 3,198 \text{ kcal} + 56,397 \text{ kcal}$$

$$Q_{G.V.} = 59,595 \text{ kcal}$$

El balance de energía para el condensador del rota evaporador indica que:

$$Q_{cedido} = Q_{recibido}$$

$$Q_{cedido} = Q_{condensación} + Q_{enfriamiento}$$

$$Q_{cedido} = m_{cond} * \lambda_{cond} + m * C_p * (T_f - T_o)$$

$$Q_{cedido} = \left[0,2762 \text{ kg} * 204,19 \frac{\text{kcal}}{\text{kg}} \right] + \left[0,2762 \text{ kg} * 0,5789 \frac{\text{kcal}}{\text{kg} \text{ } ^\circ\text{C}} * (30 - 70)^\circ\text{C} \right]$$

$$Q_{cedido} = 56,397 \text{ kcal} - 6,396 \text{ kcal}$$

$$Q_{cedido} = 50,001 \text{ kcal}$$

CAPÍTULO V
RESULTADOS Y DISCUSIÓN

V. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

5.1. Resultados de análisis físico - químico de la cachaza del ingenio azucarero de Bermejo

La cachaza utilizada para análisis fue muestreada del Ingenio Azucarero de Bermejo (I.A.B.S.A), zafra 2018 y corresponde a muestra del 17 de septiembre del mismo año. Los análisis físicos - químicos realizados en el Centro de Análisis, Investigación y desarrollo (CEANID) dependiente de la Universidad Autónoma Juan Misael Saracho fueron:

- Ceniza mediante la técnica NB 39034:10
- Fibra con un método de ensayo gravimétrico
- pH a (20°C) según técnica NB 38028:06
- Materia grasa con la técnica NB 38028:06

En el laboratorio de Operaciones Unitarias (LOU) perteneciente al Departamento de Procesos Industriales de la Facultad de Ciencias y Tecnología se hizo densidad aparente y análisis de granulometría con métodos que se muestran en el ANEXO B.

Todos estos análisis dieron los resultados que se muestran en la siguiente tabla.

Tabla V-1 Composición físico - química de la cachaza de I.A.B.S.A.

% Humedad	75,18
% POL	3,06 – 3,32

Fuente: Laboratorio I.A.B.S.A., 2018.

pH (20 °C)	5,59
% Fibra	10,65
% Ceniza	24,25
Densidad aparente g / ml	0,244 - 0,251
% Materia grasa	7,29

Fuente: CEANID y LOU, 2019.

Como se observa en la TABLA V – 1, el porcentaje de humedad de la cachaza es 75,18 % un valor mayor en comparación al valor que se tenía en el 2011, esto implica que el secado de la cachaza se debe realizar en mayor tiempo para tener una cachaza seca con el menor porcentaje de agua y emplear posteriormente en la extracción de cera cruda.

El valor de pH medido a temperatura ambiente (20 °C), en una solución de cachaza seca – agua neutra da un valor de 5,59; mucho menor al valor de 6,2 de la cachaza húmeda. Mostrando así que la cachaza seca usada para la extracción de cera es más ácida que la cachaza húmeda.

La ceniza en la cachaza es 24,25 % (en base seca) un valor relativamente alto pero dentro del rango según Torres, Martínez y Calvo, (2000) indican que el contenido de ceniza oscila entre 9,65 a 32,16 %.

La determinación de la cantidad de cera cruda se realizó con un método de porcentaje de materia grasa, ya que la cera cruda es el porcentaje de lípidos que contiene la cachaza. El CEANID reporta 7,29 % para cachaza seca; un valor muy bajo comparados con los de la TABLA III – 3. La variación del contenido de ceniza y cera cruda se deben a factores como: variedad de caña molida, corte y alza mecanizada que arrastra tierra, la proporción de lechada de cal, la cantidad de bagacillo y otras impurezas.

5.1.2. Resultado análisis granulométrico de la cachaza

En la siguiente tabla se presenta la distribución del tamaño de partículas que da la medida de cuan heterogénea es la cachaza seca que se utiliza en el presente proyecto de investigación.

Tabla V-2 Resultado análisis granulométrico

DIÁMETRO TAMIZ (mm)	MASA DE SÓLIDO RETENIDO (g)	PORCENTAJE RETENIDO %	PORCENTAJE ACUMULADO %
5	136,107	67,940	32,060
4	7,16	3,574	28,486
2	17,375	8,673	19,813
1	18,218	9,094	10,719
0,5	12,978	6,478	4,240
0,25	6,064	3,027	1,213
0,063	1,008	0,503	0,710
0	1,423	0,710	0
TOTAL		100	100

Fuente: Elaboración propia, 2019.

En estos resultados influye mucho la forma en la que fue secada la cachaza, si fue removida periódicamente para evitar la formación de plastones, la molida de caña y otros parámetros en los que influye la clarificación del jugo de caña de azúcar.

A pesar de estos factores se observa que la mayor cantidad de partículas que conforman la cachaza seca son las de tamaños 0,5 a 5 mm, este análisis demuestra que para tener mejores resultados de extracción se debe moler la cachaza con diámetros de partícula mayores a 0,5 mm para tener mayor superficie de contacto y lograr una buena extracción.

5.2. Análisis estadístico de resultados experimentales de la extracción de cera refinada de caña de azúcar a partir de cachaza

En la obtención de cera refinada de caña de azúcar a partir de la cachaza es de interés estudiar el efecto en el rendimiento de extracción, al variar cada uno o variar de manera simultánea dos factores como: temperatura de extracción (65 °C, 70 °C) y tiempo de extracción (1 h, 1,5 h, 2 h). Para probar estos efectos significativos se realiza el análisis de varianza del experimento factorial.

El diseño factorial se realizó con el asesoramiento del profesor guía en la elaboración del perfil del presente proyecto de investigación; mismo que se muestra en el punto

4.2., lo que da origen al presente análisis estadístico.

El análisis estadístico se realizó usando la herramienta PASW Statistics 18. (Predictive Analytics Software Statistics) para Windows, el cual permite la introducción, representación gráfica y tratamiento estadístico de datos, obteniendo resultados más representativos y confiables.

Los resultados obtenidos de cada combinación de temperatura de extracción - tiempo de extracción “ $T - t_{\text{extrac}}$ ”, facilitan en análisis del diseño experimental, determinando fácilmente las variables más significativas para el proceso de extracción.

La variable respuesta determinada en el experimento se la puede expresar como la masa de cera extraída o en el porcentaje de cera extraída (rendimiento). Dicho rendimiento se calcula con la ecuación que se muestra a continuación.

$$\% R = \frac{m_{\text{cera}}}{m_{\text{cachaza}}} * 100$$

Con esta ecuación podemos expresar en la TABLA V – 3 los resultados de los rendimientos obtenidos de manera experimental del proceso de obtención de cera refinada de caña de azúcar, ejecutados según el diseño factorial elaborado para tal efecto.

Tabla V-3 Datos experimentales del proceso de extracción de cera de caña de azúcar

N° de ensayos	Factores		Cera (g)	Cera (%)
	T (°C)	T _{extrac} (h)		
1	A ₂	B ₃	4,891	4,891
2	A ₁	B ₂	4,397	4,397
3	A ₂	B ₁	3,863	3,863
4	A ₁	B ₃	4,932	4,932
5	A ₂	B ₂	4,376	4,376
6	A ₁	B ₁	3,682	3,682
1	A ₂	B ₃	4,830	4,830
2	A ₁	B ₂	4,203	4,203
3	A ₂	B ₁	3,919	3,919
4	A ₁	B ₃	4,854	4,854
5	A ₂	B ₂	4,321	4,321
6	A ₁	B ₁	3,626	3,626

Fuente: Elaboración propia, 2019.

Los valores de masa de cera y el porcentaje de cera tienen los mismos valores, esto debido a que la cantidad inicial de cachaza seca utilizada para cada extracción fue de 100 g, al extraer la cera se utilizó dos temperaturas diferentes A₁ = 65 °C y A₂ = 70 °C; combinando con tres valores de tiempos de extracción desde 1 hora hasta 2 horas.

Como se muestra en la tabla anterior el mayor porcentaje de rendimiento se obtuvo trabajando con una temperatura de 65 °C en un tiempo de extracción de 2 horas, dando como resultado el rendimiento 4,932 %.

5.2.1. Cálculo del análisis de varianza

El análisis de varianza (ANOVA) estudia por un lado los efectos principales, o la acción independiente de los factores; por otro lado estudia el efecto de la interacción entre ellos. Es decir, muestra el efecto de los factores principales que influyen en el proceso de extracción, o efectos sobre la variable respuesta % R (% rendimiento). Así mismo la transformación acerca de las interacciones entre las variables que influyen en dicho rendimiento y la interpretación de la significancia de los mismos.

En la siguiente tabla se muestran los datos con los que se trabajó en PASW Statistics 18. para realizar el análisis de varianza del diseño factorial 2 x 3.

Tabla V-4 Datos para el cálculo del análisis de varianza

T (°C)	t _{extrac} (h)	R (%)
1	1	4,891
-1	0	4,397
1	-1	3,863
-1	1	4,932
1	0	4,376
-1	-1	3,682
1	1	4,830
-1	0	4,203
1	-1	3,919
-1	1	4,854
1	0	4,321
-1	-1	3,626

Fuente: **PASW Statistics 18, 2019.**

Tabla V-5 Factores inter - sujetos

Factores inter-sujetos		
		N
Temperatura	-1,00	6
	1,00	6
Tiempo	-1,00	4
	0,00	4
	1,00	4

En la TABLA V – 5 se muestra el número de ensayos realizados, siendo 6 ensayos realizados con cada temperatura fijada y 4 ensayos con cada tiempo fijado.

Para el análisis de varianza se usa como variable dependiente el % rendimiento y como variables independientes la temperatura y el tiempo. Los resultados se muestran a continuación:

Tabla V-6 Análisis de varianza aplicado a datos experimentales del proceso de obtención de cera de caña de azúcar

Pruebas de los efectos inter - sujetos					
Variable dependiente: rendimiento					
Origen	Suma de cuadrados tipo III	gl	Media cuadrática	F	Sig.
Modelo corregido	2,493 ^a	5	0,499	104,485	0,000
Intersección	224,372	1	224,372	47024,265	0,000
Temperatura	0,022	1	0,022	4,525	0,048
Tiempo	2,433	2	1,217	254,979	0,000
Temperatura-tiempo	0,038	2	0,019	3,971	0,040
Error	0,029	6	0,005		
Total	226,894	12			
Total corregida	2,521	11			
a. R cuadrado = 0,989 (R cuadrado corregida = 0,979)					

Fuente: PASW Statistics 18, 2019.

En la TABLA V – 6 se muestran los resultados obtenidos del análisis de varianza para el proceso de extracción de cera refinada de caña de azúcar a partir de la cachaza.

Se observa que el efecto de las variables Temperatura, tiempo y la interacción Temperatura*tiempo, influyen sobre el porcentaje de rendimiento de obtención de cera refinada de caña de azúcar, esto se comprueba con la comparación de la significancia de estas variables; todas cumplen que son $< 0,05$ o menores al 5%, esto indica la posibilidad de que las variables sean significativas sobre el proceso de obtención de cera refinada de caña de azúcar, con un nivel de confianza del 95%.

5.2.2. Regresión de los resultados de obtención de cera refinada de caña de azúcar a partir de cachaza

Luego de realizar el análisis de varianza se hace una regresión con los valores obtenidos de la parte experimental. El concepto de regresión se refiere a “cantidad de cambio” que experimenta una variable dependiente, en relación al cambio de una variable independiente. Con la regresión lineal se desea realizar una inferencia estadística partiendo de valores obtenidos en la parte experimental.

Tabla V-7 Cuadro de variables introducidas - eliminadas

Variables introducidas - eliminadas ^b			
Modelo	Variables introducidas	Variables eliminadas	Método
1	Temperatura-tiempo, tiempo, Temperatura ^a	.	Introducir
a. Todas las variables solicitadas introducidas.			
b. Variable dependiente: rendimiento			

Fuente: PASW Statistics 18, 2019.

En la tabla de arriba se muestran las variables introducidas y eliminadas a través del programa PASW Statistics 18. Como todas las variables son significativas no se elimina ninguna para realizar la regresión lineal.

Tabla V-8 Resumen de los coeficientes de correlación y determinación

Resumen del modelo ^b				
Modelo	R	R cuadrado	R cuadrado corregida	Error típ. de la estimación
1	0,994 ^a	0,988	0,983	0,06186
a. Variables predictoras: (Constante), Temperatura-tiempo, tiempo, Temperatura				
b. Variable dependiente: rendimiento				

Fuente: PASW Statistics 18, 2019.

En la tabla anterior se observa el coeficiente de correlación, que mide el grado de asociación entre las variables independientes y dependiente. El valor obtenido $R = 0,994$; es un valor de correlación alto y positivo que indica una alta dependencia de la variable dependiente en función a las variables independientes (tiempo, Temperatura y la interacción Temperatura - tiempo).

El valor de R cuadrado = 0,988 indica que el 98,8 % de la variabilidad de los porcentajes del rendimiento de la cera se debe a las variables independientes Temperatura, tiempo y Temperatura - tiempo.

Tabla V-9 Análisis de regresión de las variables en estudio

ANOVA ^b						
Modelo		Suma de cuadrados	gl	Media cuadrática	F	Sig.
1	Regresión	2,491	3	0,830	216,994	0,000 ^a
	Residual	0,031	8	0,004		
	Total	2,521	11			
a. Variables predictoras: (Constante), Temperatura-tiempo, tiempo, Temperatura						
b. Variable dependiente: rendimiento						

Fuente: PASW Statistics 18, 2019.

Para una regresión lineal es importante determinar la significancia estadística del efecto de regresión en el estudio, esto se determina en el cuadro de ANOVA.

En la TABLA V – 9 se evalúa la regresión lineal con la significancia esta es igual a 0,000, es menor del 0,05, por lo tanto indica que el efecto de regresión de las variables independientes es significativo sobre la variable independiente. Queda establecido que el modelo de regresión lineal es función de una constante, más la influencia de las variables independientes.

Tabla V -10 Coeficientes para construir el modelo de regresión

Coeficientes ^a								
Modelo	Coeficientes no estandarizados		Coeficientes tipificados	t	Sig.	Intervalo de confianza de 95,0% para B		
	B	Error típ.	Beta			Límite inferior	Límite superior	
1	(Constante)	4,324	0,018		242,162	0,000	4,283	4,365
	Temperatura	0,042	0,018	0,093	2,375	0,045	0,001	0,084
	tiempo	0,552	0,022	0,982	25,218	0,000	0,501	0,602
	Temperatura-tiempo	-0,067	0,022	-0,119	-3,064	0,015	-0,117	-0,017
a. Variable dependiente: rendimiento								

Fuente: PASW Statistics 18, 2019.

Con la TABLA V – 10 se determina el modelo matemático ajustado para el proceso de extracción de cera refinada de caña de azúcar a partir de la cachaza generada en el ingenio azucarero de Bermejo, que correlaciona el porcentaje de cera refinada obtenida con las variables tiempo de extracción y temperatura de extracción, para el caso estudiado el modelo matemático es el siguiente:

$$\text{Rendimiento} = 4,324 + 0,042 \text{ Temperatura} + 0,552 \text{ tiempo} - 0,067 \text{ temperatura_tiempo}$$

Por lo tanto como se muestra en la ecuación; el rendimiento está en función a la temperatura, tiempo y a la interacción de ambas variables; se ve en la ecuación la interacción es la única variable que lleva signo negativo haciendo que baje el rendimiento cuando esta se incrementa ya sea con la temperatura o el tiempo.

De este análisis estadístico se puede concluir lo siguiente:

- La elección del modelo en su conjunto es correcto, por cuanto la variable dependiente y las variables independientes son significativas para un nivel de confianza del 95 %.
- Los factores temperatura y tiempo muestran que éstas ayudan a mejorar el rendimiento ya que en la ecuación su valor es positivo haciendo que con estos factores el porcentaje de rendimiento aumente considerablemente.
- El factor con mayor incidencia en el proceso de extracción es la interacción de las variables independientes que se controlan (temperatura – tiempo), ya que tiene una elevada significancia, para el sistema de extracción utilizado en el presente proyecto de investigación, a medida que se incrementa la temperatura y el tiempo el rendimiento mejora pero sólo hasta un punto. Cuando el tiempo de extracción aumenta demasiado el rendimiento baja debido a la evaporación del solvente, por ello es que si existe un aumento de temperatura se debe reducir el tiempo de extracción, si por el contrario se desea trabajar a temperatura más baja se aumenta en el tiempo de extracción.

5.2.3. Determinación de los parámetros óptimos para la obtención de cera refinada de caña de azúcar a partir de cachaza

La determinación de los parámetros óptimos de la extracción de cera de caña de azúcar está en función a la temperatura y al tiempo de extracción teniendo como base la cantidad de 100 g de cachaza seca.

Para encontrar dichas condiciones se busca obtener el mejor rendimiento de extracción, de acuerdo al método aplicado en la parte experimental donde se controla variables como temperatura y tiempo de extracción.

En la siguiente tabla se muestran los resultados experimentales obtenidos en el proceso

de obtención de cera refinada de caña de azúcar a partir de cachaza, donde se observa la influencia de los parámetros como temperatura de extracción y tiempo de extracción sobre el rendimiento de la cantidad de cera extraída.

Tabla V-11 Datos experimentales del proceso de obtención de cera de caña de azúcar

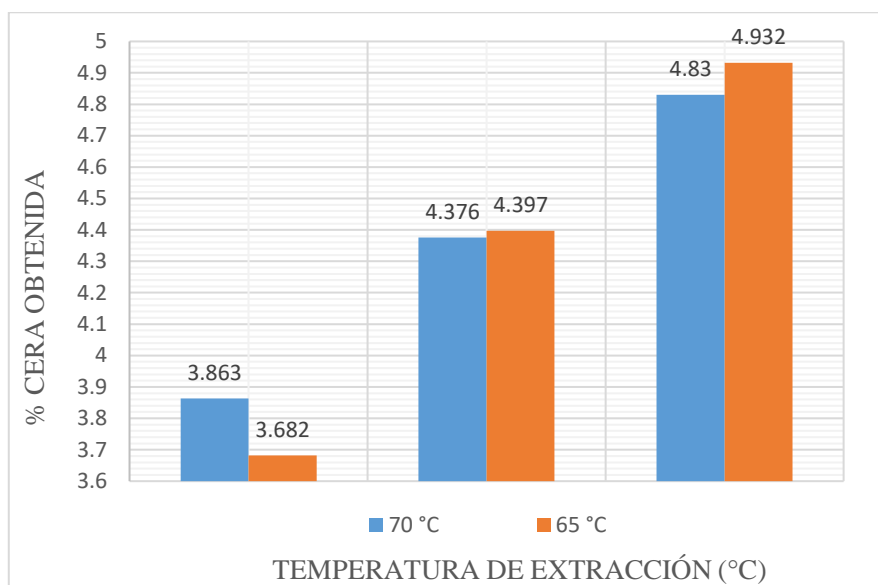
N° de ensayos	Factores		RESPUESTA I		RESPUESTA II	
	T (°C)	tpo (h)	Cera (g)	Cera (%)	Cera (g)	Cera (%)
1	70	2	4,891	4,891	4,830	4,830
2	65	1,5	4,397	4,397	4,203	4,203
3	70	1	3,863	3,863	3,919	3,919
4	65	2	4,932	4,932	4,854	4,854
5	70	1,5	4,376	4,376	4,321	4,321
6	65	1	3,682	3,682	3,626	3,626

Fuente: Elaboración propia, 2019.

En la tabla se puede ver claramente que pese a obtener un rendimiento de 4,932 % en 2 h a 65 °C se puede obtener un resultado similar pero con menor rendimiento con 70 °C en 2 h, viendo notablemente como influencia el aumento de una de las variables ya sea la temperatura o el tiempo de extracción.

A continuación en la siguiente figura se muestra el porcentaje de rendimiento en función a la temperatura de extracción de cera:

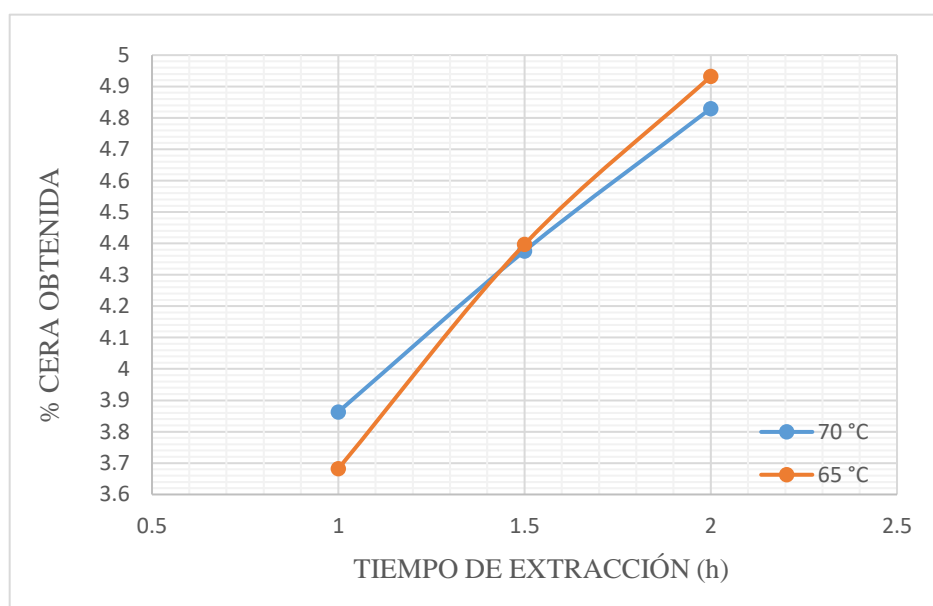
Figura 5-1 Rendimiento de cera frente a temperatura de extracción



Fuente: Elaboración propia, 2019.

En la FIGURA 5 – 1 se muestra como varía el porcentaje de cera extraída en función a la temperatura de extracción, en dicha figura se observa que a 65 °C se tiene mayor porcentaje de cera.

Figura 5-2 Rendimiento de cera de caña de azúcar



Fuente: Elaboración propia, 2019.

En la anterior figura se muestra el efecto del tiempo de extracción sobre el porcentaje de cera extraída, para dos curvas, una que representa a los experimentos realizados a 65 °C frente a la curva de los experimentos de 70 °C. Se observa claramente como aumenta el porcentaje de cera de caña extraída partir de la cachaza a medida que aumenta el tiempo de extracción con una temperatura de 65 °C, por otro lado se observa que el porcentaje de extracción de cera disminuye para una temperatura de 70 °C a medida que aumenta el tiempo en comparación a la curva de 65 °C.

Se destaca lo observado en el análisis del diseño de experimentos donde se muestra con la ecuación matemática que a medida que aumente la temperatura de extracción se debe disminuir el tiempo de extracción.

El mayor porcentaje se tiene en la curva de 65 °C para un tiempo de 2 horas con un porcentaje de cera de caña extraída de 4,932 %, valor que es mayor a 4,891 % obtenido para un mismo tiempo con 70 °C de temperatura de extracción; el primer porcentaje es mayor en un 0,84 % al obtenido a 70 °C, esto se debe que a medida que se aumenta el tiempo de extracción a temperaturas altas el solvente se evapora más rápidamente, haciendo que el soluto (cera de caña de azúcar) no encuentra donde disolverse.

Tabla V-12 Condiciones de operación recomendada para el proceso de extracción de cera refinada de caña de azúcar a partir de cachaza

Temperatura de extracción (°C)	Tiempo de extracción (h)	Tamaño de partícula para extracción		Relación Sólido / líquido (g / ml)
		Serie ASTM	Abertura malla (mm)	
65	2	230, 60, 35, 18	1; 0,5; 0,25; 0,063	100 / 1000

Fuente: Elaboración propia, 2019.

Como se muestra en ambas figuras explicadas anteriormente el mejor rendimiento se tiene para una temperatura de 65 °C y un tiempo de extracción de 2 h, el tamaño de partículas de cachaza están en un rango de 1, 0,5, 0,25 y 0,063 mm para una relación

de 0,1 g de cachaza / ml de etanol 96 °GL.

5.3. Rendimiento del proceso de extracción de cera refinada de caña de azúcar a partir de cachaza

El rendimiento obtenido para el proceso de obtención de cera refinada se calculó en el punto 4.2. Donde se indica que:

$$\% R = \frac{m_{cera}}{m_{cachaza}} * 100$$

$$\% R = \frac{4,932 \text{ g}}{100 \text{ g}} * 100$$

$$\% R = 4,932 \%$$

El porcentaje de rendimiento es 4,932 % en función a la cantidad de cachaza seca utilizada para el proceso.

Para expresar el porcentaje de extracción de cera refinada se calcula en función a la cantidad de cera cruda que se tiene y la cantidad de cera refinada que se obtiene al final del proceso. De esta manera se puede obtener un porcentaje que indica el grado de extracción que se alcanzó con el proceso planteado en el presente proyecto de investigación.

$$\% \text{ Extracción} = \frac{m_{cera \text{ refinada}}}{m_{cera \text{ cruda}}} * 100$$

$$\% \text{ Extracción} = \frac{4,932 \text{ g}}{7,31 \text{ g}} * 100$$

$$\% \text{ Extracción} = 67,47 \%$$

El porcentaje de extracción indica que del total de cera que está contenida en la cachaza seca en un principio se logra la extracción del 67,47 %, el porcentaje sobrante representa a la cantidad de aceite y resinas.

5.4. Resultados de la caracterización de cera refinada de caña de azúcar a partir de cachaza

Las propiedades físico - químicas que se da a las ceras son de importancia ya que explican si dicha cera podrá reaccionar o mezclarse con otro compuesto químico. Para saber su compatibilidad o no para realizar otros productos que requieren actuar en conjunto como emulsivos, álcalis, ácidos, solventes, etc. Es necesario remitirse a sus propiedades tales como índice de acidez, yodo, saponificación, punto de fusión entre los más importantes.

Los resultados de los parámetros físico - químicos de la cera refinada de caña de azúcar, producida en la parte experimental del presente proyecto de investigación se muestran en la siguiente tabla.

Tabla V-13 Características Físico - químicas de la cera refinada de caña de azúcar

PARÁMETRO	UNIDAD	RESULTADO
Índice de acidez	% ácido oleico	4,8
Índice de saponificación	mg KOH / g	26,9
Índice de yodo	%	19,5
Punto de fusión	°C	69,3
% de materia insaponificable	%	38,2

Fuente: CIQ S.R.L., 2019.

Estas propiedades indican si pueden ser de utilidad para emulsificar o saponificarse en un producto, conociendo previamente sus características físicas y las propiedades que nos pueden aportar, o bien si se pueden combinar con otras ceras para afectar a sus propiedades. Cabe aclarar que a las ceras se les puede realizar más análisis, sin embargo los considerados en la TABLA V - 13 son de más utilidad para propósitos en la fabricación de productos en la industria.

El punto de fusión que reporta el análisis muestra que la cera se funde a 69,3 °C, este parámetro es importante ya que indica la temperatura a la cual la cera se encontrará fundida todo el tiempo. Las ceras en su estado natural se obtienen en forma sólida como terrones, polvos, escamas, tablillas, etc. Los puntos de fusión altos necesitan mayor

energía calorífica lo que implica costos en un proceso industrial. Una de sus aplicaciones de la cera es para realizar emulsificación, para lo que se debe controlar la temperatura para lograr un correcto procedimiento de emulsificación.

El índice de acidez representa la presencia natural de la acidez en las grasas, es decir, la suma de los ácidos grasos no combinados resultado de la hidrólisis o descomposición lipótica de algunos triglicéridos. Como se define en el marco teórico el índice de acidez se define como número de miligramos de KOH necesarios para neutralizar los ácidos grasos libres contenidos en un gramo de muestra. La evaluación de este parámetro es importante, pues se considera a los ácidos grasos libres en una muestra de cera como impurezas que pueden afectar el desarrollo de productos. La tabla muestra un valor de 4,8 para el índice de acidez lo que indica un porcentaje bajo de ácidos grasos libres.

El índice de yodo es una medida de las insaturaciones o dobles enlaces presentes en ácidos grasos que conforman un triglicérido. En las ceras se encuentran valores bajos de este parámetro ya que en su mayoría a pesar de ser compuestos de cadenas largas no poseen muchos dobles enlaces lo que evita que la cera sea propensa a la oxidación. El valor reportado para la cera extraída en este proyecto de investigación es de 19,5 un valor que se encuentra dentro del rango 19 – 44 % que se muestra en el marco teórico.

Otro parámetro importante para caracterizar la cera es el índice de saponificación, esta propiedad sirve en la producción de productos industriales como jabones y emulsiones para ceras. Determina la cantidad necesaria para saponificar los ácidos grasos, es decir la cantidad necesaria de álcali para efectuar saponificación por completo bajo condiciones específicas. También se usa para conocer el peso molecular promedio aproximado de ácidos grasos; una grasa que contenga ácidos grasos más cortos poseerá un número de saponificación mayor. Como se reporta en el análisis realizado por el CIQ S.R.L. el índice de saponificación es de 26,9 lo que indica una menor cantidad de ácidos grasos 35 – 46 % en comparación a lo reportado por Avila y Hernandez en el 2007.

En consecuencia de realizar el índice de saponificación se puede medir el porcentaje de materia insaponificable, el resultado 38,2 %, un valor relativamente bajo que indica un

porcentaje bajo de impurezas en la cera de caña de azúcar.

5.5. Comparación de la cera de caña de azúcar con otras ceras vegetales

La cera de caña de azúcar es una cera vegetal que podría reemplazar el uso de otras ceras vegetales, para mostrar una mejor perspectiva de los resultados obtenidos se muestra a continuación en las tablas siguientes una comparación con los datos obtenidos de los análisis realizados a la cera de caña de azúcar con las ceras de candelilla y de carnauba.

Tabla V-14 Comparación de la cera de caña obtenida con la cera de candelilla

DETERMINACIÓN	CERA CAÑA DE AZÚCAR	CERA DE CANDELILLA
Índice de acidez	4,8	12 – 22
Índice de saponificación	26,9	35 – 87
Índice de iodo	19,5	14 – 27
Punto de fusión	69,3 °C	67 – 79 °C
% Mat. insaponificable	38,2	67 – 77

Fuente: Elaboración propia, 2019 e Instituto de la Candelilla de México, 2013.

Los componentes de la cera de candelilla como indica el Instituto de la Candelilla de México, permiten que ésta sea muy adhesiva y sea atractiva para la formulación de cosméticos, pulidores y brillo para muebles, piel automóviles y pisos. Mezclada con otras ceras se utiliza en acabados para piel, textiles y cordones, para lubricantes y grasas, adhesivos donde la resina elimina el acabado resbaladizo y para recubrimientos de papel y cartón. Puede endurecer otras ceras sin aumentar significativamente el punto de fusión de la mezcla.

En la tabla siguiente, se muestra las características de la cera de carnauba según datos técnicos de la empresa Tropical ceras do Brasil comparada con los resultados de análisis realizados a la cera de caña de azúcar extraída en el presente proyecto de investigación; existen cuatro tipos de cera de carnauba, a continuación se presenta en

la siguiente tabla cada uno de ellos frente a la cera de caña de azúcar.

Tabla V-15 Comparación de la cera de caña obtenida y la cera de carnauba

	Cera de caña	Cera Carnauba		
	Cera refinada	Tipo1	Tipo3	Tipo4
Índice de acidez	4,8	2 - 7	2 - 7	2 - 7
Índice de saponificación	26,9	78 - 95	78 - 87	76 - 84
Punto de fusión	69,3 °C	81 – 86 °C	81 – 86 °C	81 – 86 °C
Color	Verde olivo	Amarillo	Amarilla - naranja	Verde oscuro
Fuente: Elaboración propia, 2019 y Tropical Cera do Brasil, 2005				

La información que presenta Tropical Cera do Brasil, se muestra en la tabla anterior. La cera de carnauba es utilizada en todo el mundo por los más diversos sectores: en la producción de ceras para pulido (pisos, zapatos, automóviles, etc.) en la industria de papel y envases, en la producción de pinturas y otras películas continuas muy resistentes, en la industria cosmética (lápices, esmaltes), alimenticia (chicles, chocolates, frutas) y también en la industria farmacéutica como vehículo y excipiente.

Esta comparación de la cera de caña de azúcar con otras ceras vegetales como lo son la cera de candelilla y carnauba permite predecir que cera se podría sustituir, evitando así la importación de productos extranjeros al país. Según los resultados que se ve en la TABLA V - 14 la cera de caña de azúcar es un potencial sustituto de la cera de candelilla debido a los parámetros de caracterización de ceras que son muy similares con los que tiene la candelilla.

Por otro lado al comparar a cera de caña de azúcar con la cera de carnauba (en todos los tipos que ésta presenta) se ve que difieren mucho en sus resultados de caracterización de ceras, por lo que no es sustituible a la cera de carnauba.

5.6. Resultados de pruebas hedónicas realizadas para la cera refinada de caña de azúcar

Como se explicó en el capítulo anterior las pruebas hedónicas son indicadores de la predicción de consumo de un producto nuevo. En el presente proyecto de investigación de obtención de cera refinada de caña de azúcar a partir de cachaza, se presenta un prototipo que tiene posibilidades de ser introducido al mercado, las pruebas hedónicas relacionan la preferencia de los consumidores con las características del producto (perfil organoléptico), permitiendo identificar y cuantificar los atributos sensoriales que influyen en la preferencia de un nuevo producto.

A continuación en la siguiente tabla se muestran los resultados de las pruebas hedónicas realizadas en el L.O.U. para todas las muestras que se indican en el diseño factorial del presente proyecto de investigación.

Tabla V-16 Calificación de pruebas hedónicas realizado para cera de caña de azúcar a partir de cachaza

CALIFICACIÓN PARA CADA ATRIBUTO																									
ATRIBUTO		COLOR						OLOR						TEXTURA						PRESENTACIÓN					
PANELISTA	CÓDIGO	A	B	C	D	E	F	A	B	C	D	E	F	A	B	C	D	E	F	A	B	C	D	E	F
	1		0,4	0,4	0,3	0,5	0,4	0,5	0,4	0,5	0,4	0,5	0,4	0,5	0,4	0,4	0,4	0,5	0,4	0,5	0,4	0,4	0,4	0,5	0,4
2		0,3	0,4	0,3	0,3	0,4	0,4	0,4	0,4	0,4	0,4	0,4	0,4	0,4	0,4	0,4	0,4	0,5	0,5	0,3	0,4	0,4	0,4	0,5	0,5
3		0,2	0,3	0,2	0,3	0,4	0,5	0,4	0,4	0,4	0,4	0,4	0,4	0,3	0,3	0,3	0,4	0,5	0,5	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3
4		0,4	0,4	0,4	0,4	0,5	0,4	0,4	0,2	0,3	0,3	0,3	0,4	0,3	0,5	0,4	0,5	0,5	0,5	0,4	0,4	0,4	0,4	0,4	0,4
5		0,2	0,2	0,3	0,3	0,5	0,4	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,4	0,2	0,3	0,3	0,3	0,5	0,5	0,2	0,5	0,3	0,2	0,3	0,4
6		0,2	0,2	0,2	0,4	0,4	0,4	0,4	0,4	0,5	0,5	0,5	0,5	0,4	0,4	0,4	0,5	0,4	0,5	0,4	0,4	0,4	0,4	0,4	0,4
7		0,4	0,4	0,4	0,3	0,4	0,3	0,5	0,4	0,4	0,4	0,5	0,4	0,4	0,4	0,4	0,4	0,5	0,4	0,4	0,4	0,4	0,4	0,4	0,4
8		0,4	0,3	0,3	0,3	0,3	0,4	0,4	0,4	0,3	0,3	0,3	0,3	0,4	0,4	0,4	0,4	0,4	0,4	0,4	0,4	0,3	0,4	0,4	0,5
9		0,4	0,4	0,5	0,4	0,4	0,4	0,2	0,3	0,4	0,3	0,5	0,5	0,1	0,4	0,5	0,4	0,4	0,4	0,1	0,3	0,4	0,3	0,3	0,3
10		0,2	0,3	0,3	0,4	0,4	0,4	0,2	0,3	0,4	0,4	0,4	0,3	0,2	0,4	0,2	0,5	0,4	0,3	0,3	0,4	0,3	0,5	0,3	0,4
PUNTAJE TOTAL		3,1	3,3	3,2	3,6	4,1	4,1	3,5	3,5	3,7	3,7	3,9	4,1	3,1	3,9	3,7	4,3	4,5	4,5	3,2	3,9	3,6	3,8	3,7	4,1

Fuente: Elaboración propia, 2019.

En la tabla se muestra la calificación para cada atributo que se consideró en las pruebas hedónicas, las muestras se codificaron con letras desde la A – F mismas que se refieren a las seis muestras del diseño factorial. En el resultado que se muestra en la fila de puntaje total se puede apreciar que muestras obtuvieron mayor puntaje según la escala planteada en la prueba hedónica. A continuación se explica cada atributo y la calificación que recibió según los panelistas.

- **Color:** el color de la cera obtenida en cada experimento era de un color verde oliva y carmelita claro, como indicaba en las propiedades físicas de la cera de caña de azúcar en el punto 3.1.2.1. La muestra que visualmente agrado más a los panelistas fueron las muestras E y F mismas que recibieron un puntaje de 4,1 en la escala de 0 a 5.
- **Olor:** el olor de las ceras es característico según de donde provienen, la cera obtenida se percibe un olor a melaza y un lípido con un toque suave del olor característico de la cachaza, los panelistas eligieron la cera de olor más agradable la muestra F con una calificación de 4,1. El resto de las muestras presentan calificación de 3,5 – 3,9 que indican que no les gusta ni les disgusta el olor, aclarando que algunas muestras presentaban un ligero olor a etanol.
- **Textura:** la textura se la recibió con el tacto en contacto directo con la piel colocando una pequeña muestra de cera de caña de azúcar, los panelistas indicaron que su textura era suave y al frotarla entre los dedos se deshacía empapando los mismos como una mantequilla. Las muestras con mejores puntajes son las muestras E y F que se calificaron con 4,5; el resto de las muestras tienen una calificación baja ya que al tocarlas la sentían muy blandas, lo cual no era de todo su agrado.
- **Presentación:** la presentación de las muestras se las hizo en el mismo frasco donde se almacenó (frascos de vidrio), los panelistas atribuyeron que la presentación de todas las muestras era la misma por lo que calificaron la apariencia de la cera que podían tocar, llegando a calificar con 4,1 a la muestra F.

A continuación se muestra en el siguiente cuadro la puntuación total para cada muestra.

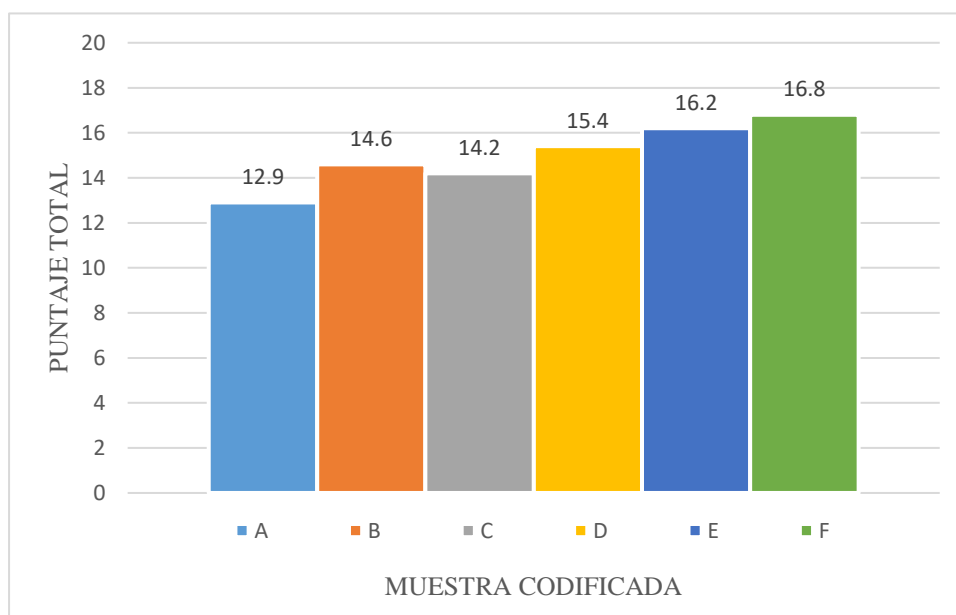
Tabla V-17 Resultado final para las pruebas hedónicas

PUNTAJE POR CÓDIGO DE MUESTRA						
ATRIBUTO \ CÓDIGO	A	B	C	D	E	F
COLOR	3,1	3,3	3,2	3,6	4,1	4,1
OLOR	3,5	3,5	3,7	3,7	3,9	4,1
TEXTURA	3,1	3,9	3,7	4,3	4,5	4,5
PRESENTACIÓN	3,2	3,9	3,6	3,8	3,7	4,1
TOTAL	12,9	15	14,2	15,4	16,2	16,8

Fuente: Elaboración propia, 2019.

En la TABLA V - 17 se muestra la puntuación total para cada muestra según la suma de la calificación que recibió cada atributo. En la gráfica siguiente se puede apreciar mejor los resultados obtenidos.

Figura 5-3 Resultados de las pruebas hedónicas



Fuente: Elaboración propia, 2019.

Se nota claramente en la gráfica que el mayor puntaje lo obtuvo la muestra codificada con la letra F con un total de 16,8; indicando que los atributos de color, olor, textura y presentación fue más aceptado por los panelistas que el resto de las muestras.

En la gráfica se aprecia de igual manera que para las muestras codificadas con D y E tienen puntajes similares al de la muestra F, mostrando que estas tres muestras por sus atributos calificados serían aceptadas en el mercado de ceras vegetales.

5.7. Resultados del balance de materia y energía del proceso

Los resultados del balance de materia y energía para el proceso de obtención de cera refinada de caña de azúcar a partir de cachaza se presentan en las siguientes tablas. En la TABLA V – 18 se muestra los resultados del balance de materia y la cantidad másica de cada corriente además de la fracción de composición de las corrientes que forman parte del proceso.

En la TABLA V – 19 se muestra los resultados del balance de energía para el proceso de obtención de cera refinada de caña a partir de la cachaza.

Tabla V-18 Resultados del balance de materia

PARÁMETROS	UNIDAD	1	P ₁	2	3	4	P ₂	5	6	P ₃	7	
Masa de la corriente	g	410	0,891	308,238	100,871	100,451	0,42	1381	1173,899	307,827	709,861	
Cachaza	g	94,382	0,891		93,517	93,098	0,42		93,090			
Agua	g	308,238		308,238				55,251	42965	12,313	28,11	
Cera cruda	cera	g	7,38			7,353	7,353			7,35		7,32
	aceite	g										
	resina	g										
Etanol	ml							1750		390,000		
Etanol	G							1326,024	1030,445	295,514	674,368	
Densidad etanol	g / ml					0		0,7893				
Humedad	%	75,18										
Temperatura	°C	20			55	20		20	70		60	

Fuente: Elaboración propia, 2019.

Resultados del balance de materia

PARÁMETROS	UNIDAD	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17
Masa de la corriente	g	464,038	23,249	686,612	378,434	355,185	5,19	373,244	25,952	347,292	281,445
Cachaza	g	93,086									
Agua	g	14,849	0,716	27,464	14,948	14,207		14,93	1,061	13,892	11,061
Cera cruda	cera	g		7,32		7,31		4,957			4,953
	aceite	g						2,105	2,105		
	resina	g					0,233				0,233
Etanol	ml					450				440	
Etanol	g	356,103	15,221	659,148	356,182	340,978		356,187	22,786	33,4	265,206
Densidad etanol	g / ml										
Humedad	%										
Temperatura	°C		70	30			20	20	70	30	70

Fuente: Elaboración propia, 2019.

Resultados del balance de materia

PARÁMETROS		UNIDAD	18	P4	19	20	21	22
Masa de la corriente		g	355,185	78,93	0,254	281,191	4,932	276,259
Cachaza		g						
Agua		g	14,207	3,157	0,0084	11,051		11,05
Cera cruda	cera	g				4,949	4,932	
	aceite	g						
	resina	g			0,233			
Etanol		ml	450					
Etanol		g	340,978	75,773	0,02	265,191		265,208
Densidad etanol		g / ml						
Humedad		%						
Temperatura		°C			70	50	70	30

Fuente: Elaboración propia, 2019.

Tabla V-19 Resultados del balance de energía

TÉRMINO		CANTIDAD	UNIDAD
Secador		2128,12	kcal
Extracción	Q_{agitador}	180,57	kcal
	$Q_{\text{extracción}}$	102,832	kcal
Evaporación	$Q_{\text{G.V.}}$	144,264	kcal
	Q_{cedido}	124,298	kcal
Evaporación de la 1° etapa de refinación	$Q_{\text{G.V.}}$	81,711	kcal
	Q_{cedido}	62,873	kcal
Agitador-calefactor	$Q_{\text{agitación + calefacción}}$	541,7	kcal
Evaporación de la 2° etapa de refinación	$Q_{\text{G.V.}}$	59,595	kcal
	Q_{cedido}	50,001	kcal

Fuente: Elaboración propia, 2019.

CAPÍTULO VI
CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

VI. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

6.1. Conclusiones

Se concluye de acuerdo a los objetivos planteados inicialmente en este proyecto de investigación, indicando lo siguiente:

- Basados en los resultados obtenidos para la caracterización de la materia prima:

% Humedad	75,18
% POL	3,06 – 3,32
pH (20 °C)	5,59
% Fibra	10,65
% Ceniza	24,25
Densidad aparente g / ml	0,244 - 0,251
% Materia grasa	7,29

Se afirma que el método de extracción con equipo soxhlet y como solvente de extracción éter de petróleo da un resultado de cera cruda de 7,29 %. Un valor muy por debajo del indicado en el marco teórico 11,9 – 15,5 % de cera cruda.

El alto contenido de ceniza en la cachaza disminuye su calidad como materia prima para la producción de cera, ya que el porcentaje de extractable es menor.

Este resultado se atribuye a que la molienda de caña quemada disminuye la cantidad de cera ya que por la acción del fuego se pierde parte de los lípidos que se encuentran en el tallo de la caña de azúcar.

- La cera refinada de caña de azúcar a partir de cachaza generada en I.A.B.S.A. se extrae por el método de extracción sólido – líquido o de lixiviación, el equipo que se usa es un agitador mecánico, un calefactor y un recipiente cerrado de 1800 ml de tipo Batch. Este sistema opera a presión atmosférica y a 65 °C, con una carga total de 100 g de cachaza seca y 1000 ml de alcohol 96 °GL.
- El proceso de obtención se divide en tres partes una es la extracción de la cera cruda que consta de: secado de la cachaza, molienda, extracción y evaporación para

separar la cera cruda del solvente. La segunda es una etapa de refinación que busca separar el aceite de la mezcla cera - resina. Finalmente la última es una refinación para separar la cera de las resinas. Este proceso de obtención de cera refinada de caña de azúcar a partir de cachaza tiene un porcentaje de rendimiento de 4,93 % por cada 100 g de cachaza seca que entra al proceso en un tiempo de extracción de 2 h. De acuerdo a la bibliografía un estudio en el que se usó como solvente alcohol 96 °GL para extraer la cera se obtiene un rendimiento del 7,56 %, como se indicó anteriormente el bajo porcentaje en comparación al de la bibliografía se debe al tipo de caña que entra a molienda.

- Los resultados del diseño factorial utilizando el programa estadístico PASW Statistics 18 señalan que la temperatura, el tiempo y la interacción temperatura – tiempo de extracción influyen significativamente sobre el porcentaje del rendimiento obtenido de cera refinada de caña de azúcar a partir de cachaza.
- El resultado de la caracterización de la cera refinada obtenida en el presente proyecto muestran:

Índice de acidez	4,8 % ácido oleico
Índice de saponificación	26,9 mg KOH / g
Índice de yodo	19,5 %
Punto de fusión	69,3 °C
% de materia insaponificable	38,2 %

Los tres primeros parámetros son los que establecen la calidad de cera. El índice de acidez refleja su grado de contaminación, el índice de saponificación debe ser elevado, pues éste representa el número de grupos ácidos y ésteres. El índice de yodo mide la cantidad de ácidos grasos insaturados.

Con los resultados obtenidos de la caracterización de la cera refinada obtenida se compara con las características de las ceras más vendidas en otros países, dando como resultado que las características de la cera de caña de azúcar son muy similares al de la cera de candelilla, haciendo que sea un producto sustituto muy atractivo para

el mercado de ceras.

- El porcentaje de extracción del proceso de obtención de cera refinada de caña de azúcar a partir de cachaza es 67,47 %, este valor nos muestra que el porcentaje restante es de la cantidad de aceite y resina. Según la bibliografía el porcentaje de cera refinada es alrededor de 41,09 % - 50 %, esto nos muestra que el proceso de extracción planteado es de mayor rendimiento.
- El presente proyecto de investigación contribuye a la incorporación de un nuevo producto al mercado de ceras, ya que funciona como un excelente sustituto de la cera de candelilla que es importada desde México. Se aprovecha de manera racional un residuo de la industria azucarera, además que para la extracción se utiliza un solvente que no es tóxico, como lo son otros solventes de extracción que se usan para extraer ceras.

6.2. Recomendaciones

Se recomienda a futuras investigaciones:

- Realizar trabajos de investigación sobre el aprovechamiento y aplicación del aceite y resinas de cachaza obtenido mediante el proceso de obtención de cera refinada de caña de azúcar a partir de cachaza.
- Se aconseja seguir el estudio de la obtención del policosanol, puesto que es un producto de alto valor agregado extraído de la cera refinada de caña de azúcar.
- Se recomienda hacer un estudio de obtención de cera refinada de caña de azúcar a partir de cachaza que sea exclusiva de una molienda de caña que provenga de cosecha mecanizada y comparar si hay variaciones en el rendimiento de extracción de cera.
- Los resultados obtenidos motivan a recomendar un estudio de extracción de cera de caña de azúcar mediante el uso de un equipo de extracción soxhlet evaluando parámetros como la relación cachaza – solvente, temperatura de extracción, tiempo de extracción y comparar la diferencia en el porcentaje de rendimiento con el obtenido en este proyecto de investigación.
- Analizar la factibilidad económica y técnica con otras alternativas de obtención de cera refinada de caña de azúcar que pueda viabilizar un proceso productivo en nuestra región.
- En base a los resultados obtenidos en laboratorio se recomienda escalar el proceso a nivel de una planta piloto y realizar un estudio de prefactibilidad y analizar si se podría implementar el presente proyecto de investigación en las industrias azucareras.