

Recuperación de cera de cutícula de caña de azúcar mediante separación mecánica y extracción con solventes

Por Alberto García, Miguel A. García, Mauricio Ribas y Adolfo Brown

Instituto Cubano de Investigaciones de los Derivados de la Caña de Azúcar, ICIDCA,
Vía Blanca 804. La Habana, 11 000.
Fax 537-338236, E-mail: albertg@icidca.edu.cu

RESUMEN

Recuperación de cera de cutícula de caña de azúcar mediante separación mecánica y extracción con solventes.

Las experiencias productivas de una planta industrial para la extracción y refinación de cera cruda a partir de la torta de los filtros (cachaza) confirman que estas tecnologías son viables para la producción de cera en lotes de pequeño volumen destinada al sector farmacéutico para aislar principios activos como es el caso del policosanol de uso médico. Con el objetivo de desarrollar esquemas enfocados a recuperar la cera natural que cubre el tallo de la caña de azúcar, en el presente trabajo se presenta como resultado novedoso la recuperación de la cera contenida en la fracción DERMAL, residuo cuticular que se obtiene del procesamiento mecánico de la caña en una máquina separadora de cuchillas INTERCANE®, de 5 ton/h, que fue probada en el ingenio La Reforma en el estado de Veracruz, México. Por medio de las técnicas de extracción Soxhlet y Soxtec se procesó la fracción DERMAL y se estudiaron 3 clases de disolventes orgánicos como agentes extractivos. El material ceroso extraído fue caracterizado por técnicas de determinación de índices físico-químicos y por cromatografía gaseosa, por lo que se reportan algunos datos sobre la composición química de esta nueva calidad de cera vegetal.

PALABRAS-CLAVE: Cera de caña de azúcar - Cera vegetal - Separador Tilby.

SUMMARY

Recovery of sugar cane cuticular wax by mechanical separation and solvent extraction.

The industrial experience in the extraction and refining of sugar cane crude wax in Cuba from filter mud confirms the feasibility of such technologies for the production of waxes addressed to the pharmaceutical market, to high price drugs such as policosanol.

With the aim of develop a new technology for the recovery the natural wax that covers the cane stalk, the present paper shows a new achievement, the recovery of the wax that occurs in the fraction DERMAL, a cuticular layer that remains after the mechanical processing of the sugar cane in a blade separator INTERCANE®, 5 ton/h, which was tested at the sugar mill. La Reforma, Veracruz state in Mexico. Two extraction systems, soxhlet and soxtec were tested and three different kind of organic solvents were evaluated. The waxy material was analysed by gas chromatography. A brief data about the chemical composition of the new quality of wax is disclosed.

KEYWORDS: Cane wax - Sugar cane wax - Tilby separator - Vegetable wax.

1. INTRODUCCIÓN

La caña de azúcar, al igual que otras plantas, sintetiza lípidos, parte de los cuales recubren el tallo en forma de una película cerosa, lo cual constituye un mecanismo de defensa que regula el intercambio con el medio, (Honig *et al.*, 1969).

Según (Spencer *et al.*, 1977), de 1 tonelada de caña pueden recuperarse 900 gr de cera, sobre la base de la capa que recubre el tallo, pero el balance material para la recuperación de la cera a través de la extracción y refinación de la llamada cera cruda que contiene la cachaza es 5 veces inferior a este índice. La cachaza o torta de filtro como se le conoce, que es el residuo húmedo de la clarificación del jugo de la caña, se somete a un proceso de extracción continuo líquido-líquido a contracorriente con heptano a 85 °C en una torre de platos perforados; posteriormente el solvente se recupera y la cera cruda se concentra en bloques de 25 Kg, para ser refinada posteriormente con etanol.

La experiencia industrial en Cuba en los últimos 10 años indica que como valor medio se obtienen 180 g de cera refinada por tonelada de caña entrando al central. El resto del material ceroso queda en el bagazo, en el jugo, una parte no es extraída y queda en la cachaza, mientras que debido a la ineficacia del proceso de refinación que emplea etanol como solvente, un 60 % de la llamada cera dura que trae la cera cruda pasa a las fracciones aceite y resina, lo que hace aún mas ineficiente este ciclo por vía de la cachaza, (García. *et al.*, 1986).

En los últimos años se han desarrollado nuevos sistemas para el aprovechamiento integral de caña de azúcar, basados en máquinas separadoras de cuchillas muy diferentes a las tecnologías de molinos para exprimir la caña. Estas máquinas basadas en el sistema TILBY, (Bourzutschky *et al.*, 1985) han sido desarrolladas por las firmas Am Cane, Intercane y The Sugar Tree, entre otras y la idea básica es preservar todo el potencial de cada componente del tallo de la planta. Así se obtienen las corrientes corteza, fibra, dermis (dermax) y un jugo de mayor pureza que el guarapo tradicional, al no realizarse la molienda del tallo.

Los resultados de la introducción de estos sistemas han permitido desarrollar nuevos productos de mayor valor añadido tales como paneles de alta resistencia para la construcción, fibra de mayor calidad para papel, fibra dietética, jugo con menor número de impurezas y potencialmente cera vegetal, por lo que estas tecnologías que se han diseñado en capacidades desde 5 hasta 100 ton/h de caña, representan una alternativa novedosa y con proyección económica atractiva frente al panorama actual de la producción de azúcar como producto principal de la caña, (Sugar Tree Technology *et al.*, 1992).

Con el objetivo de estudiar alternativas que permitan obtener mayores volúmenes de cera y simplificar los esquemas de extracción y refinación en el presente trabajo se reporta por primera vez la obtención de una nueva calidad de cera natural contenida en la llamada fracción DERMAX, que no es más que la dermis de la caña de azúcar, raspada de forma mecánica en uno de estos separadores de cuchillas basado en el sistema TILBY, de una capacidad de 5 ton/h que fue evaluado en el ingenio La Reforma en el estado de Veracruz, México.

2. PARTE EXPERIMENTAL

Como material para la extracción se utilizó cutícula de caña de azúcar

- Fracción DERMAX.
- Origen: Separador sistema Tilby (Intercane).
- *Ingenio La Reforma*
- Humedad: 12 %.
- Peso de muestra: 6 Kg.

Disolventes empleados:

1. Eter de petróleo, p.e. 80-100°C. Grado Técnico, PANREAC.
2. Solvente clorado: Tricloroetileno, p.e. 87-88°C. Grado Técnico PANREAC.
3. Hidrocarburo aromático: Tolueno, p.e. 109-111°C. Grado Técnico PANREAC.

Para la determinación del contenido de cera cruda se ensayaron dos sistemas de extracción sólido-líquido con solventes.

1. Extractor Soxhlet (250ml)

Es una unidad de laboratorio conformada por 3 piezas de vidrio: un balón donde se introduce el disolvente que se calienta mediante un baño termostado conectado al dispositivo de extracción, que contiene un dedal de celulosa donde se colocan una muestra de 20 gramos del material vegetal. Al alcanzar el disolvente la temperatura de ebullición, los vapores ascienden por un conducto y pasan a estado líquido en el condensador ubicado en el tope del extractor y gotean sobre la matriz sólida, donde ocurre el proceso de extracción lentamente. Una vez que se llena el extractor, por medio de un sifón, el solvente es drenado hacia el balón, donde se repite el ciclo y se va acumulando el extracto.

2. Extractor múltiple de 6 plazas SOXTEC @Te-cator HT-6.

Es una unidad donde es posible procesar 6 muestras a la vez y está constituida por dos aparatos: el extractor y el sistema de recirculación del aceite térmico. Permite además de extraer en el mismo equipo, concentrar el extracto y recuperar el disolvente, pues incluye una válvula de 3 vías que una vez completado el ciclo de extracción, desvía el disolvente condensado hacia el recipiente colector, por lo que facilita realizar ambas operaciones de forma continua, sin recurrir a otro equipo.

Con el propósito de determinar la factibilidad de recuperar la cera a partir de la muestra, esta fue sometida a un periodo de secado al sol durante 7 horas hasta que la humedad de equilibrio resulto ser 11.7 % B.S.

Para la ejecución de los experimentos se utilizaron:

1. Dos unidades experimentales de extracción (Soxhlet y SOXTEC).

2. Tres tratamientos con solvente orgánico, (Tolueno, Tricloroetileno y Eter de petróleo 80-100°C).

La temperatura de extracción con cada solvente correspondió al rango de ebullición reportado en cada uno de los tres casos. Una vez completada la extracción por un periodo de 4 horas y recuperado el solvente, el material céreo fue sometido a un proceso de secado de una estufa SARTORIUS MA-30 a temperatura de $120 \pm 5^\circ\text{C}$ hasta peso constante.

Las muestras obtenidas de cada uno de los experimentos, por cada solvente se fundieron, por lo que resultaron finalmente 3 muestras de cera de la fracción DERMAX para ser sometidas a varios procedimientos analíticos de caracterización químico-física.

2.1. Determinación del punto de fusión

Se utilizó un calorímetro diferencial de barrido TA-4000, METTLER, DSC 25. Los análisis se desarrollaron en crisoles de aluminio a una velocidad de calentamiento de $10^\circ\text{C}/\text{min}$ en un rango de temperatura entre 30 y 200°C . Se tomó una muestra por cada extracto con los tres solventes y se realizó un ensayo paralelo con una muestra de cera refinada obtenida con isopropanol como solvente a partir de cera cruda industrial.

2.2. Determinación de índices físico-químicos

Índices de acidez (IA), Índice de saponificación (IS) e Índice de Yodo (IY). % de resinas y % de Aceite. Se realizaron según las normas A. S. T. M. Reportadas por Ross *et al.*, (1987) para ceras vegetales.

2.3. Determinación de ácidos grasos por cromatografía gaseosa

Los ésteres de los ácidos grasos fueron preparados por transesterificación de la cera cuticular extraí-

da, empleando solución de MeONa/MeOH al 1 % a 85-90°C.

La fracción éster fue analizada en un CG PU 4600 Phillips equipado con una columna SP-2 380 a 30 metros de longitud, 0.53 mm de diámetro interno, siendo el espesor de película 0.3µm. Las condiciones de operación fueron: Temperatura del inyector, 250°C, FID 250°C, gas He 1.8 psi (1.5 ml/min). Temperatura programada de 160 a 174°C a 2 °C/min con isoterma inicial de 10 minutos.

2.4. Determinación de alcoholes de cadena larga por cromatografía gaseosa.

Los derivados de los alcoholes fueron preparados por silanización de extracto cetónico de cada muestra de cera cuticular saponificada con el agente silanizante MSTFA. Cada muestra fue previamente saponificada en solución hidroalcohólica de KOH, 1 hora a reflujo y posteriormente se extrajeron los alcoholes con acetona en equipos soxhlet. Los análisis fueron realizados en un CG Phillips equipado con una columna OV-101 rellena con chromosorb W A/W 100-1 200 mesh. La temperatura de la columna fue de 230-320°C, a velocidad de 10°C/min. La temperatura de inyección y detección fue de 320°C y como gas se utilizó Argón a 30 ml/min.

3. RESULTADOS Y DISCUSION

Como se observa en la Tabla I los valores de la variable dependiente, que es el % de extracción de cera oscila en un rango que va desde un 2.65 % hasta un 5.89 %. Con el propósito de conocer si existen diferencias significativas de los resultados entre las dos unidades experimentales y entre los tratamientos con cada solvente se realizó un análisis estadístico.

Para dicho análisis se plantea lo siguiente:

Pruebas de hipótesis para las medias.

(A) (1) $H_0: \mu_1 = \mu_2$

(2) $H_a: \mu_1 \neq \mu_2$

(1): Que las medidas de los % de extracción de cera obtenidos con cada una de las unidades experimentales son iguales .

(2): Que difieren.

(B) (1) $\mu_1 = \mu_2 = \mu_3$

(2) $H_a: \mu_1 \neq \mu_2 \neq \mu_3$

(1): Que las medias de los % de extracción de ceras con cada uno de los solventes son iguales.

(2): Que difieren algunas de las medias.

Los cálculos estadísticos se realizaron mediante el software STATISTICA y el procesador ANOVA en ambiente WINDOWS 98 , cuyos resultados se muestran a continuación.

Tabla I
Resultados de las experiencias de extracción

Unidad Experimental	Tratamiento y % de extracción de cera.		
	Tolueno (%)	Eter de Petróleo (%)	Tricloroetileno (%)
SOXTEC			
1	4.17	4.25	4.90
2	4.09	4.42	4.62
3	4.35	4.79	4.85
4	4.07	3.67	3.90
5	4.08	2.86	4.62
6	4.54	3.84	4.95
7	4.20	3.24	4.74
8	4.35	2.77	4.61
9	4.61	3.13	5.18
10	2.65	3.90	4.40
11	4.34	4.05	4.62
12	4.18	4.05	4.75
Media	X= 4.14	X= 3.75	X= 4.68
SOXHLET			
13	5.89	4.12	4.69
14	3.09	4.37	4.19
15	4.31	4.73	5.09
16	4.69	4.33	4.13
17	2.77	3.87	4.10
18	4.31	2.27	4.87
19	4.89	3.24	4.94
20	3.53	2.77	5.22
21	5.44	3.13	5.15
22	4.69	3.90	4.76
23	2.77	3.86	4.59
24	4.31	4.05	5.18
Media	X= 4.22	X= 3.72	X= 4.7

Tabla II
Resumen del efecto de las variables

Efecto	Suma de cuadrados de los efectos	Suma de cuadrados del error	F	Nivel-P
UNIDAD EXPERIMENTAL	0.0312	0.224	1.39	0.359
TRATAMIENTO (SOLVENTE)	5.7374*	0.224*	256.1*	0.0038*

Tabla III
Comprobación de la diferencia entre tratamientos Test. L.S.D.: Diferencia mínima de cuadrados

Tratamientos	probabilidad (valor p)		
	tolueno x=4.180	éter de petróleo x=3.734	tricoloetileno x=4.710
1.-Tolueno	-----	0.01850*	0.00549*
2.-Eter de petróleo	0.01850	-----	0.000002*
3.-Tricloroetileno	0.00550*	0.000002	-----

Test. L.S.D.: Diferencia mínima de cuadrados

En las Tablas II y III se reflejan los análisis de varianzas para los que se consideró:

Variables independientes: Variable dependiente:
 – Unidad experimental (2). * % de extracción
 – Tratamientos (3).

De la tabla II es posible inferir lo siguiente:

- Al comparar el efecto de la unidad experimental en el % de extracción de cera, se concluye que no existen diferencias significativas entre los resultados obtenidos en los equipos soxtec y soxhlet. El nivel de probabilidad es mayor que 0.05 y se acepta la hipótesis nula (A) (1).
- Al comparar el efecto de los tratamientos sobre la variable dependiente se infiere que hay diferencias entre los mismos, ya que existen diferencias significativas entre los porcentajes de extracción obtenidos con los 3 solventes.

El nivel de p. Probabilidad es menor que 0.05 y se rechaza la hipótesis nula (B) (1), se acepta la hipótesis alternativa (B) (2).

Teniendo en cuenta que se detectaron diferencias entre la capacidad extractiva de los solventes, se realizó una comparación entre los tres tratamientos mediante el estadígrafo F. En la tabla III se muestran los resultados. Al comparar los tres solventes

entre si se observa que las diferencias entre los resultados de las experiencias son significativas, ya que el indicador de probabilidad es menor que 0.05 en todos los casos, siendo este valor el nivel de significación (α) de la prueba. Aquí el estadígrafo calculado F es mayor que el valor de F tabulado.

En la Tabla IV se muestran los resultados de la caracterización de las ceras DERMAX (se mezclaron y fundieron 119 g de extractables céreos recuperados con los tres solventes) y su comparación con la cera cruda y la cera refinada, extraída la primera con hexano de la cachaza y refinada posteriormente con etanol natural.

En la figura 2 se muestra el balance de materiales para la producción de cera natural.

3.1. Análisis térmico de las muestras

En la figura. 1 se observa que la cera obtenida con tolueno es la de mayor punto de fusión 79.4°C, y es por lo tanto la que más se asemeja a la cera de cutícula reportada por la literatura con punto de fusión de 78.79°C. Las muestras obtenidas con tricloroetileno funden a 73.7°C, siendo este solvente el que mayor cantidad de cera extrae, y a su vez con la temperatura de cambio de estado sólido - líquido más baja de las tres.

Tabla IV
 Índices físico-químicos de cera extraída de la fracción dermax y su comparación con ceras procedentes de la cachaza (García et al., 1996)

Índices	Cera DERMAX	Cera Refinada	Cera Cruda
I.Acidez	21	27	32
I.Saponificación	70	106	98
I.Yodo	16	21	28
% Resinas	4.9	1.3	15
% Aceite	1.7	9	33
% Alcoholes C ₂₂ -C ₃₂	26	42	16.4
% Acidos Grasos Libres	5.4	7.1	11.6

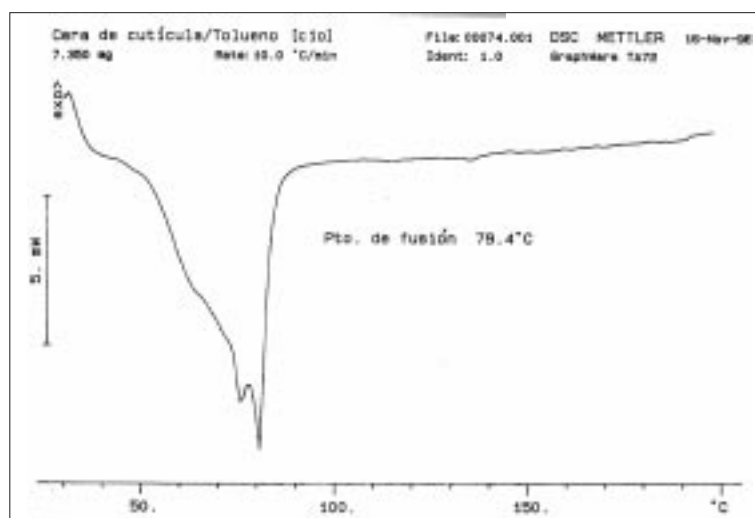


Figura 1

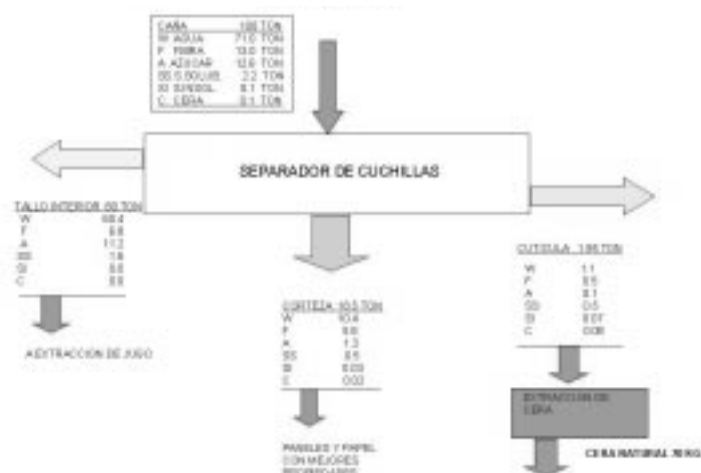


Figura 2
 Balance material para la producción de cera natural

4. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES.

- Se obtuvo una nueva calidad de cera vegetal a partir de la fracción DERMAL, subproducto cuticular del procesamiento de la caña de azúcar en un separador del tipo TILBY de 5 ton/h.
- Para recuperar la cera se evaluaron 2 unidades experimentales de extracción sólido-líquido (soxhlet y soxtec) y 3 solventes de diferente composición química (tricloroetileno, tolueno y éter de petróleo 80-100°C), con valores medios de eficiencia de extracción de 4.71%, 4.18% y 3.73% respectivamente.
- Los resultados de los ensayos en las unidades de extracción soxhlet y soxtec se consideran equivalentes, pues las diferencias entre los % de extractables no son estadísticamente significativos.
- La cera de mayor punto de fusión y dureza (79.40) fue la obtenida con tolueno, mientras que la de menor temperatura de cambio de estado sólido líquido se aisló con tricloroetileno.
- De acuerdo a la caracterización químico-física realizada, la llamada CERA DERMAL se muestra como un producto de color marrón, de alto punto de fusión y contenido de cera dura superior al 90%, lo cual es un buen índice de

calidad para su refinación y conversión en ceras de uso industrial variado.

BIBLIOGRAFIA

- Bourzutschky, H. (1985). Application of the Tilby Cane Separator. Zuckerind, 110 N° 2.
- García, A., Lastra, J., Tío Vázquez, M. (1986). Cera de cachaza. La Industria de los Derivados de la Caña de Azúcar. Editorial Científico-Técnico, La Habana.
- García, A., García, M. A. (1996). Soxhlet extraction of crude wax from sugar cane. The Journal of Tecator. Vol. 20, 1.
- Honig, P. (1978). Los Lípidos de la Caña de Azúcar. Principios de Tecnología Azucarera.
- INICA. (1993). Estación Provincial de Investigaciones de la Caña de Azúcar. Las Tunas, Informe sobre estudios de Cera de Caña de Azúcar.
- Ross, F.B. (1987). Ross Waxes, 10 th Edition. Jersey City, NJ 07304.
- Spencer, Meade. (1977). Cera de Caña de Azúcar, Manual de Azúcar de Caña, p 24.
- Sugar tree Technology, 1035 Pearl Street. Boulder, Colorado 80302 (1992).
- Takamura, Y. Significación del Desarrollo de la cera de la caña de azúcar. II Simposio sobre Caña de Azúcar, Okinawa, febrero (1991).

Recibido: Enero 2002
Aceptado: Diciembre 2002