

“PROCESSO DE OBTENÇÃO DE CERA DE TORTA DE FILTRAÇÃO DE CANA DE AÇÚCAR”

A presente patente tem como objetivo o processo para a obtenção e purificação de cera de cana de açúcar (*Saccharum officinarum*) para uso na área alimentícia, cosmética, farmacêutica e de limpeza. O processo visa o aproveitamento de um resíduo da indústria sucro-alcooleira para a produção de cera de valor comercial.

As ceras possuem propriedades específicas importantes para o uso alimentício, cosmético e no setor de limpeza e polimento. A cera de cana de açúcar extraída da torta de filtração, resíduo industrial da filtração do caldo de cana, pode ser uma alternativa para a cera de carnaúba, candelilla, abelha e ceras sintéticas. A presença de álcoois alifáticos de cadeia longa (policosanóis) na cera de cana de açúcar possibilita sua aplicação também na área farmacêutica. Atualmente não há produção industrial de cera de cana de açúcar no Brasil e a torta de filtração é um resíduo desperdiçado. O Brasil é um grande produtor de cana de açúcar e um potencial fornecedor de ceras obtidas a partir desse subproduto da indústria sucro-alcooleira.

O processo proposto neste relatório de patente, envolve as etapas de: Preparo de matéria prima, extração com solventes orgânicos e purificação da cera de torta de filtração de cana de açúcar. As condições de cada etapa são definidas e a cera bruta obtida é posteriormente purificada.

Os parâmetros de produção de cera de cana são, até então, pouco estudados. Por se tratar de um produto com alto ponto de fusão, que se solidifica a temperatura ambiente, o processo de extração e refino deve ser

realizado sob condições específicas. Existem patentes sobre processos de refino de cera bruta de cana de açúcar, porém nesses processos a extração da cera bruta não é citada ou as condições de extração são descritas muito superficialmente.

5 Há um registro que trata da extração de cera de cana de torta de filtro com etanol, sob pressão de 2-5 kg/cm² à temperatura de ebulição do etanol (JP07011284-A). Quanto ao refino, há um processo que envolve o aquecimento de cera bruta de cana de açúcar com álcool, sem especificação do mesmo, a separação da fase superior, a decantação da cera presente,
10 seguida de aquecimento até 140°C (VALIX-MG, PCT 1998)

Outro processo patenteado, envolve tratamentos sucessivos de cera bruta de cana de açúcar com ácido clorídrico diluído e água fervente, seguidos do aquecimento sob refluxo com solução etanólica de hidróxido de cálcio e do aquecimento do supernadante sólido sob refluxo com etanol, para a
15 obtenção de um liquor supernadante, o qual se solidifica à temperatura ambiente. Tal material, após secagem em estufa, foi chamado de cera (CN1297985-A).

Um outro processo de refino de cera, também patenteado, consiste em dissolver cera natural, não se tratando especificamente da cera de
20 cana de açúcar, em um solvente orgânico, por exemplo metanol, etanol, isopropanol, n-hexano, ciclohexano e n-heptano, e tratá-la posteriormente com um adsorvente como sílica gel, carvão ativo ou argila ativada (JP2855116-B2; JP02115299-A ; JP2719158-B2; JP10060473-A).

A aplicação desses métodos de refino pode apresentar alguns inconvenientes, como, por exemplo, a necessidade da utilização de vários insumos de processo, isto para a obtenção de uma cera sem impurezas. Isso ocorre porque, o uso do etanol na extração, contribuiria com a presença de

5 materiais polares na cera bruta, os quais obrigatoriamente devem ser removidos para que seja obtida uma cera de boa qualidade tecnológica. Além disso, a necessidade de várias etapas no processo de refino promove aumento no custo do processo e conseqüentemente aumento do custo do produto.

As condições de extração de cera a partir de torta de filtro de

10 cana de açúcar são apresentadas neste processo de produção. Considerando a larga disponibilidade de torta de filtração, e há o grande potencial de produção de cera de cana de açúcar. Visando o aproveitamento desse material e no propósito de obter cera de boa qualidade, foi desenvolvido o processo de extração e purificação de cera de cana de açúcar, objeto da

15 presente patente, a qual consiste em preparar a torta de filtração para extrair a cera bruta de cana com solventes orgânicos e, através do fracionamento com solvente, obter a cera purificada.

A seguir faz-se referencia às Figuras que acompanham este relatório descritivo, para melhor entendimento e ilustração do mesmo, onde se

20 vê:

A Figura 1 mostra o fluxograma das etapas do processo de extração e purificação de cera de cana de açúcar, objeto da presente patente.

A Figura 2 mostra os Termogramas de fusão (a) e de cristalização (b) de ceras de abelha, cera bruta de cana orgânica e de cera bruta de cana queimada

A Figura 3 mostra os Termogramas de fusão (a) e de cristalização (b) de ceras de carnaúba e ceras purificadas de cana de açúcar.

O processo de obtenção de cera de torta de filtração de cana de açúcar, objeto da presente patente, consiste em utilizar torta de filtração do caldo de cana de açúcar para extração de cera bruta, sendo constituído essencialmente nas etapas de: (a) preparo da matéria-prima; (b) extração de cera de bruta; e (c) purificação da cera. Onde a matéria prima utilizada é essencialmente o resíduo industrial conhecido como torta de filtração, que é resultante do processamento de cana de açúcar queimada, não queimada, orgânica ou suas misturas.

O preparo da matéria prima (a), consiste no aproveitamento e utilização da torta de filtração retirada do filtro rotativo ou outros filtros utilizados na filtração do caldo de cana, passando pelas etapas de pré-secagem em prensa desaguadora, secagem e extrusão do material. Estes procedimentos sendo realizados, de forma que, a umidade inicial da torta de filtração, em torno de 80%, seja reduzida para cerca de 40%, por meio de prensa hidráulica ou contínua, tipo expeller, em seguida passando para a secagem em secadores rotativos ou outros, com a finalidade de reduzir a umidade da torta de filtro para menos de 15%. Uma vez a torta de cana retirada do filtro estando seca, a mesma é submetida ao processo de extrusão com adição de vapor para a compactação do material e redução de finos.

A extração da cera bruta (b), contida na matéria prima preparada, conforme a etapa (a) é feita utilizando-se solventes, preferencialmente os seguintes solventes: n-hexano, ciclo-hexano, clorofórmio, isopropanol, etanol, ou suas respectivas misturas, utilizando-se equipamentos tipo extratores de
5 batelada ou contínuos. A cera é extraída com o solvente escolhido, mantendo-se a relação solvente: torta (v:p) entre 2:1 e 50:1, durante um período de tempo de 15 minutos a 10 horas. A temperatura de extração varia em função do solvente escolhido. Após o período de extração, a micela é separada da torta por filtração a quente, seguida da evaporação e recuperação do solvente,
10 esfriamento e escamagem, tendo como resultado o produto de cera bruta de cana de açúcar

A purificação da cera (c) é feita através do resfriamento controlado da temperatura de 50°C a 0°C, de uma mistura de cera bruta com solvente orgânico em conjunto com a separação da fração precipitada de cera
15 por centrifugação ou filtração. A purificação ainda pode ser feita diretamente sobre a micela resultante da extração, de forma que diferentes frações de cera precipitada podem ser obtidas através do controle da temperatura durante o resfriamento, e em seguida, a cera precipitada é lavada com solventes e separada por filtração e/ou centrifugação, obtendo-se a cera purificada.

20

Exemplo 1:

Extração de cera de cana de açúcar com diferentes solventes

A tabela 1 apresenta os rendimentos de extração de cera de cana de açúcar com n-hexano, ciclo-hexano, isopropanol e etanol em batelada, obedecendo a relação solvente: torta de filtração de 30:1 (v:p) durante o

período de 8 horas. A temperatura de extração foi 65°C para o n-hexano e 70°C para ciclo-hexano, isopropanol e etanol.

Tabela 1. Rendimento da extração de tortas de filtração de cana de açúcar (extrato obtido - %)

<i>Solvente</i>	<i>cana orgânica</i>	<i>desvio padrão</i>	<i>cana queima da</i>	<i>desvio padrão</i>
<i>n-hexano</i>	<i>7,11%</i>	<i>0,096</i>	<i>4,32%</i>	<i>0,107</i>
<i>Ciclohexano</i>	<i>7,51%</i>	<i>0,021</i>	<i>4,36%</i>	<i>0,108</i>
<i>Isopropanol</i>	<i>12,25%</i>	<i>0,810</i>	<i>15,29%</i>	<i>0,866</i>
<i>Etanol</i>	<i>12,09%</i>	<i>0,164</i>	<i>12,26%</i>	<i>1,639</i>

5 *média de 4 repetições*

Exemplo 2:

Preparo, extração e purificação de cera de cana de açúcar

A torta de filtro obtida de cana cultivada em sistema orgânico com umidade de aproximadamente 80% foi pré-seca em uma prensa desaguadora e teve a umidade reduzida para 43%. Em seguida, foi seca em secador rotativo até uma umidade de 8%. A torta seca foi extrusada com vapor formando pellets, os quais foram extraídos com hexano (solvente: torta de filtração 30:1 v:p, 8 horas, 65°C) proporcionando rendimento de 7% em cera bruta. A cera bruta foi fracionada em solvente para a obtenção de cera purificada, através da homogeneização em hexano (1:20), resfriamento a 10°C durante 1 hora e centrifugação (10 min, 5000 rpm). O precipitado foi homogeneizado com acetona (2:1) a 10°C e a cera precipitada foi separada por filtração. O rendimento, determinado gravimetricamente, foi de 60% de cera purificada.

A seguir são apresentados alguns resultados da análise das ceras obtidas pelos processos exemplificados (extraídas com n-hexano e purificadas segundo as condições apresentadas no exemplo 2).

5 A cera bruta e a cera purificada de cana de açúcar obtidas pelo processo desta patente, nas condições apresentadas nos exemplos 1 e 2, foram avaliadas e comparadas às ceras comerciais de abelha e carnaúba. O comportamento térmico foi avaliado por calorimetria de varredura diferencial (DSC).

Comportamento térmico das ceras: determinou-se as curvas de fusão e cristalização das ceras em um calorímetro de varredura diferencial (Differential Scanning Calorimeter – DSC), com software acoplado. As análises foram realizadas em duplicata, com 5 mg de amostra em cápsulas de alumínio hermeticamente seladas e utilizando ar como referência, seguindo as seguintes condições: cristalização – 5 min a 100°C, 100 a 5°C com taxa de resfriamento de 10°C/min; fusão - 1 min a 5°C, 5°C a 100°C com taxa de aquecimento de 5°C/min. Através da análise dos termogramas, foram determinados os seguintes parâmetros: temperatura de início de fusão/cristalização – Tonset (°C), temperatura de pico – Tpico (°C), altura máxima do pico ($W g^{-1}$) e entalpia de transição de fases - ΔH ($J g^{-1}$).

20 A análise dos termogramas permite concluir que a cera bruta e a cera purificada de cana de açúcar apresentam características térmicas comparáveis as ceras comerciais de abelha e carnaúba e podem ser utilizadas nas aplicações indicadas para estas ceras, substituindo-as em todas as suas funções com vantagens de custo e aplicação.

As mesmas amostras citadas anteriormente foram caracterizadas quanto à composição em álcoois graxos esterificados e não esterificados. Nesta análise nota-se que há predominância de álcoois graxos alifáticos de cadeia longa, principalmente o octacosanol. Portanto, a cera de cana de açúcar, obtida pelo processo aqui apresentado, possui a composição adequada para seu uso na indústria farmacêutica, na produção de formulações ou produtos que contém policosanol (mistura dos álcoois) ou octacosanol, recomendados como agentes hipocolesterolêmico. A tabela 2, a seguir, mostra os resultados obtidos nas análises de composição de álcoois graxos.

10 *Tabela 2. Composição em álcoois graxos de ceras de cana de açúcar.*

álcool graxo	% relativa *			
	Cera bruta		cera purificada	
	Cana orgânica	cana queimada	cana orgânica	cana queimada
24:0	7.81	9.42	7.09	8.04
26:0	9.19	10.14	8.9	10.53
28:0	61.54	63.79	67.28	67.70
30:0	12.25	8.67	11.06	7.64
32:0	6.04	4.58	5.57	3.44
34:0	tr	Tr	tr	Tr
NI	2.15	2.38	-	1.64

*álcoois graxos derivatizados de amostras de cera e analisados como álcoois primários (cada valor é a média de 2 repetições)

As ceras obtidas através do processo aqui apresentado, cera bruta ou purificada, podem ser utilizadas com vantagens como ingrediente nas indústrias de cosmética, de limpeza e de polimento, como substituto de outras ceras vegetais, animais ou sintéticas; podem ser utilizadas como fonte de

ácidos e álcoois alifáticos de cadeia longa para a indústria farmacêutica; e ainda podem ser utilizadas na indústria alimentícia, substituindo outras ceras comestíveis utilizadas com função de proteção. No setor farmacêutico, a cera bruta e a cera purificada também são muito utilizadas para a preparação de policosanol ou outros álcoois alifáticos contidos nelas, os quais são recomendadas para redução de colesterol e auxílio na prevenção de outras doenças.

O processo aqui apresentado, é um processo simples que permite a obtenção de cera de cana de açúcar de alta qualidade. A cera purificada praticamente não contém impurezas, o que é confirmado através da observação de um único pico estreito pela análise de DSC. Este processo ainda permite o aproveitamento de um resíduo até então descartado pela indústria sucro-alcooleira para a obtenção de ceras de valor comercial.

Assim, pelas características de funcionamento, aplicação, e simplicidade, pode-se notar claramente que o "PROCESSO DE OBTENÇÃO DE CERA DE TORTA DE FILTRAÇÃO DE CANA DE AÇÚCAR", objeto da presente patente, trata-se de um processo novo para o Estado da Técnica, que vem contribuir com a melhoria e preservação do meio ambiente, além de proporcionar grande versatilidade de aplicações do produto resultante, desta forma, fazendo-se merecer o privilégio de Patente de Invenção.

REIVINDICAÇÕES

1 – “PROCESSO DE OBTENÇÃO DE CERA DE TORTA DE FILTRAÇÃO DE CANA DE AÇÚCAR”, processo para a obtenção de cera de cana de açúcar a partir de torta de filtração de caldo de cana de açúcar, **caracterizado por** ser constituído essencialmente das etapas de: (a) preparo da matéria-prima; (b) extração de cera de bruta; e (c) purificação da cera; onde a matéria prima utilizada é essencialmente o resíduo industrial conhecido como torta de filtração, que é resultante do processamento de cana de açúcar queimada, não queimada, orgânica ou suas misturas.

2 - “PROCESSO DE OBTENÇÃO DE CERA DE TORTA DE FILTRAÇÃO DE CANA DE AÇÚCAR”, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado pelo** preparo da matéria prima (a), consistir no aproveitamento e utilização da torta de filtração retirada do filtro rotativo ou outros filtros utilizados na filtração do caldo de cana, passando pelas etapas de pré-secagem em prensa desaguadora, secagem e extrusão do material; sendo estes procedimentos realizados, de forma que, a umidade inicial da torta de filtração, em torno de 80%, seja reduzida para cerca de 40%, por meio de prensa hidráulica ou contínua, em seguida passando para a secagem em secadores rotativos ou outros, reduzindo a umidade da torta de filtro para menos de 15%; e uma vez reduzida a umidade, a mesma é submetida ao processo de extrusão com adição de vapor para a compactação do material e redução de finos.

3 - “PROCESSO DE OBTENÇÃO DE CERA DE TORTA DE FILTRAÇÃO DE CANA DE AÇÚCAR”, de acordo coma a reivindicação 1,

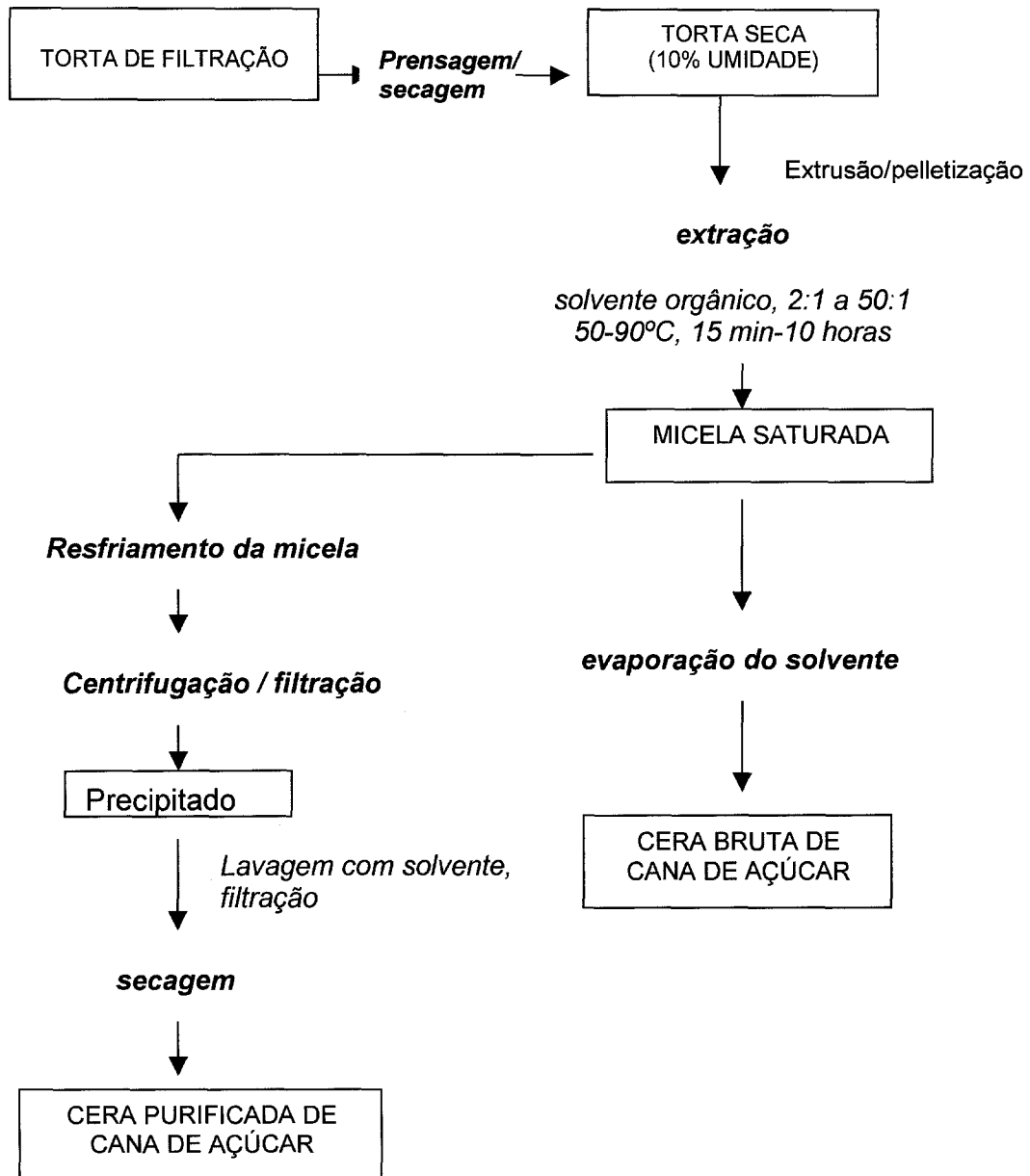
caracterizado pela extração da cera bruta (b), contida na matéria prima preparada, conforme a etapa (a) ser feita utilizando-se solventes, preferencialmente mais não exclusivamente os solventes: n-hexano, ciclohexano, clorofórmio, isopropanol, etanol, ou suas respectivas misturas, utilizando-se equipamentos tipo extratores de batelada ou contínuos.

4 - "PROCESSO DE OBTENÇÃO DE CERA DE TORTA DE FILTRAÇÃO DE CANA DE AÇÚCAR", de acordo coma reivindicação 1 e 3, **caracterizado pela** cera ser extraída com um solvente escolhido, mantendo-se a relação solvente: torta (v:p) entre 2:1 e 50:1, durante um período de tempo de 15 minutos a 10 horas; onde a temperatura de extração varia em função do solvente escolhido; e onde após o período de extração, a micela é separada da torta por filtração a quente, seguida de evaporação e recuperação do solvente, esfriamento e escamagem, resultando em um produto de cera bruta de cana de açúcar

5 - "PROCESSO DE OBTENÇÃO DE CERA DE TORTA DE FILTRAÇÃO DE CANA DE AÇÚCAR", de acordo coma reivindicação 1, caracterizado pela purificação da cera (c) ser feita através do resfriamento controlado da temperatura entre 50°C a 0°C, da mistura de cera bruta com solvente orgânico em conjunto com a separação da fração precipitada de cera por centrifugação ou filtração; onde a purificação ainda pode ser feita diretamente sobre a micela resultante da extração, de forma que diferentes frações de cera precipitada podem ser obtidas através do controle da temperatura durante o resfriamento, e em seguida, com a cera sendo

precipitada e lavada com solventes, e separada por filtração e/ou centrifugação, obtendo-se a cera purificada.

6 - "PROCESSO DE OBTENÇÃO DE CERA DE TORTA DE FILTRAÇÃO DE CANA DE AÇÚCAR", de acordo com as reivindicações 1, 2, 3, 5 4 e 5, **caracterizado pela** cera bruta e cera purificada de cana de açúcar obtidas de acordo com o processo, serem utilizadas como ingredientes nas indústrias de cosmética, de limpeza e de polimento, como substituto de outras ceras vegetais, animais ou sintéticas; como fonte de ácidos e álcoois alifáticos de cadeia longa na indústria farmacêutica; e na indústria alimentícia, 10 substituindo outras ceras comestíveis utilizadas com função de proteção.

**Figura 1**

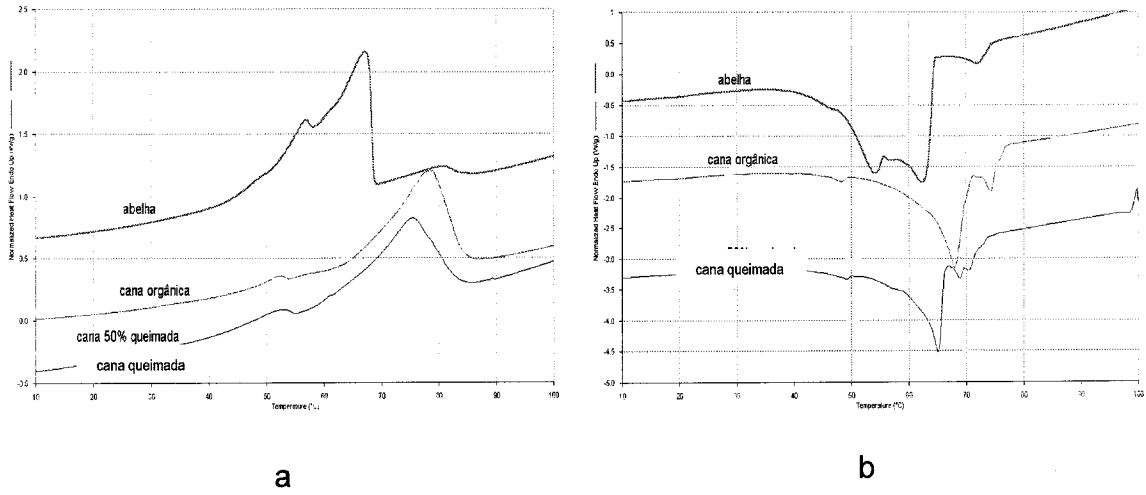


Figura 2

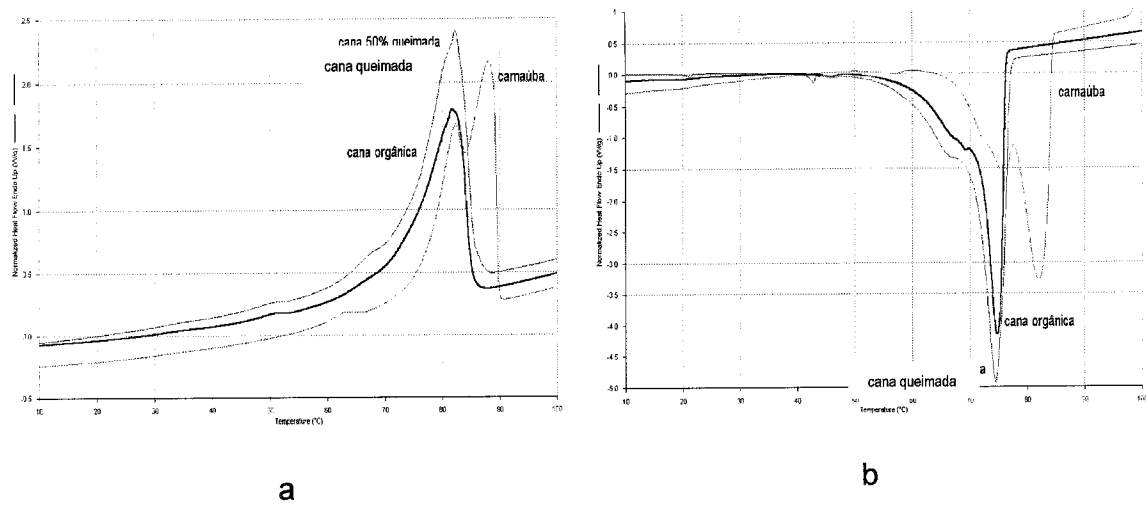


Figura 3

RESUMO

“PROCESSO DE OBTENÇÃO DE CERA DE TORTA DE FILTRAÇÃO DE CANA DE AÇÚCAR”. Novo processo para a obtenção e purificação de cera de cana de açúcar (*Saccharum officinarum*) para uso na

5 área alimentícia, cosmética, farmacêutica e de limpeza. Onde o processo visa o aproveitamento de um resíduo da indústria sucro-alcooleira para a produção de cera de valor comercial. Obtendo a cera de cana de açúcar, a partir da torta de filtro resultante do processamento de cana de açúcar queimada, não

10 queimada, orgânica ou suas misturas, envolvendo as etapas de preparo da matéria-prima, extração de cera de bruta e sua purificação. Sendo um método simples que permite a obtenção de cera de cana de açúcar de boa qualidade, com alto rendimento. De forma que tanto a cera bruta quanto a cera purificada de cana de açúcar possam ser utilizadas na indústria cosmética, alimentícia e

15 no setor de limpeza e polimento, e no setor farmacêutico podendo ser utilizadas como fonte de policosanóis.