

COMPARACIÓN DE METODOLOGÍAS DE SECADO PARA LA DETERMINACIÓN DE HUMEDAD EN BAGAZO

**G. del H. Zamora Rueda, C. E. Gutiérrez, M.G. Mistretta, F. L. Peralta., M. A. Golato, M. Ruiz
y D. Paz**

Laboratorio de Ensayos y mediciones Industriales (LEMI). Sección Ingeniería y Proyectos Agroindustriales. Estación Experimental Agroindustrial Obispo Colombes (EEAOC). C.P. 4101- Las Talitas- Tucumán www.eeaoc.org.ar - Tel. 0381-4521000 e-mail: mediciones@eeaoc.org.ar

Recibido 09/09/15, aceptado 13/10/15

RESUMEN: El contenido de humedad es un parámetro fundamental para el control de la cantidad de agua de imbibición y regulación de los equipos de molienda de la caña de azúcar. Este trabajo tiene por objetivo comparar la metodología tradicional para la determinación del contenido de humedad del bagazo por medio de estufa con la metodología propuesta de secado por microondas. Se trabajó con 20 muestras de bagazo recolectadas en diversos ingenios. Los resultados promedios fueron: humedad en estufa 55,00% y por microondas de 54,84%. Se realizó un análisis estadístico para validar la metodología propuesta y se obtuvieron errores estándares entre las técnicas inferiores al 1%. Se concluye que el método de secado por microondas tiene la ventaja de obtener resultados similares a la estufa en un tiempo menor (2 h frente a las 9 h necesarias en el método tradicional), y que resulta adecuado para la determinación del contenido de humedad en muestras de bagazo.

Palabras claves: secado, bagazo, energía.

INTRODUCCIÓN

Actualmente la agroindustria de la caña de azúcar cuenta con diversos métodos estandarizados para la caracterización energética de las diferentes biomásas asociadas al proceso (Mistretta *et al.*, 2014 y Feijóo *et al.*, (En prensa). No obstante, la mayoría de estos métodos resultan lentos para atender las necesidades o requerimientos de fábrica. Tal es el caso de la determinación del contenido de humedad del bagazo mediante estufa, proceso que normalmente posee una demora en el secado de la muestra de ocho horas según la norma ASTM D 5142 – 02a modificada (ASTM, 2003). El conocimiento de este parámetro resulta fundamental para el control de la cantidad de agua de imbibición y regulación de los equipos de molienda. Además, es un parámetro importante para la determinación del poder calorífico inferior del bagazo, el cual es la energía real que desarrolla el combustible por unidad de masa en el hogar de las calderas de vapor (Agüero *et al.*, 2009 y Diez *et al.*, 2010).

En general, el contenido de humedad de una biomasa se encuentra ligado a la materia seca de dos maneras: superficial e intrínseca. Ambas forman la humedad total del combustible, que se determina normalmente por el porcentaje de pérdida de peso al calentar una muestra en estufa a 105°C durante dos a ocho horas, según la biomasa que se analice. Por ejemplo, el carbón mineral necesita de dos a tres horas de secado en estufa según ASTM D 5142 – 02a. Por encima de esa temperatura aparecen pérdidas por absorción química, llamadas quimisorbidas, y a medida que aumenta el calentamiento se desprende el agua ligada por absorción química, con motivo del inicio de las reacciones de pirólisis, (Subero Pérez, 2010).

El agua siempre está presente en los combustibles sólidos, absorbiendo el contenido de humedad superficial por lavado, transporte y almacenamiento del combustible; o puede permanecer como humedad intrínseca, ocluida en los poros o combinada por absorción química. La fracción de humedad contenida de forma superficial representa la cantidad de agua retenida por las fuerzas de tensión

superficial que empaca la masa del combustible, también denominada humedad libre o añadida, y que podría desaparecer por medio de un secado al aire a temperatura ambiente.

La humedad intrínseca, también denominada intersticial, higroscópica o humedad en los poros, es la cantidad de agua contenida en el combustible que se encuentra en equilibrio con la humedad del aire ambiente, o que forma parte de la estructura sólido-cristalina del combustible. Esta humedad no se evapora mediante secado al aire ambiente y es necesaria una mayor temperatura para ser eliminada (105 a 110°C) (Subero Pérez, 2010).

El contenido de humedad de un combustible tiene un efecto importante sobre el pretratamiento o acondicionamiento del material y su posterior proceso de combustión (Golato et al., (En prensa). En general se puede indicar que altos contenidos de humedad ocasionan:

- Altos costos de transporte.
- Mayor dificultad en el proceso de molienda, pudiendo dar lugar a aglomeraciones
- Mayor gasto de energía en un proceso de secado del combustible.
- Menor rendimiento en el proceso de combustión, menores temperaturas de llama y mayor absorción de la energía liberada en la combustión.

El objetivo del presente trabajo es comparar la metodología tradicional de estufa con una metodología de secado en microondas en muestras de bagazo, probada en el Laboratorio de Ensayos y Mediciones Industriales (LEMI) de la EEAOC, para la determinación rápida del contenido de humedad de bagazo por medio del calentamiento con microondas electromagnético, y que permite obtener un valor rápido y representativo de las muestras obtenidas en el proceso de molienda de la caña de azúcar. La metodología propuesta se validó a través de una constatación de este parámetro, por medio de la técnica tradicional de determinación del contenido de humedad en estufa, siguiendo el procedimiento indicado en la norma ASTM D 5142 – 02 modificada.

MATERIALES Y MÉTODOS

Se trabajó con 20 muestras de bagazo húmedo recolectadas durante la zafra 2014 de distintos ingenios tucumanos, las que fueron procesadas por duplicado bajo las metodologías antes mencionadas: la tradicional (método estufa) y por medio del uso de un horno de microondas (método microondas). Estas determinaciones se llevaron a cabo en el Laboratorio de Ensayos y Mediciones Industriales (LEMI) de la Estación Experimental Agroindustrial Obispos Colombres (EEAOC).

Método estufa

Se siguió el procedimiento de trabajo indicado en la norma ASTM D 5142 – 02, que fue modificada convenientemente para el tratamiento del bagazo. Para cada muestra de bagazo húmedo obtenida se tomaron dos porciones representativas de aproximadamente 100 gramos, se pesaron y colocaron en bandejas; luego se secaron en una estufa eléctrica marca ORL con circulación de aire forzada, regulada a 105°C hasta peso constante, en un tiempo total -entre la preparación de la muestras y el secado de estas- de aproximadamente nueve horas. Este procedimiento coincide con lo indicado en la norma NMX-F-280-1991 (NMX, 1991) y (ASTM, 2002).

Método microondas

Para las mismas muestras de bagazo húmedo procesadas con el método estufa se tomaron dos porciones representativas de aproximadamente 30 gramos cada una, las que fueron introducidas en un horno microondas marca Likon, modelo LI19M-S3, de 220 V- 50 Hz, con una potencia máxima de 700W y frecuencia máxima de 2450 MHz. Estas muestras fueron sometidas a ciclos de secado de un minuto cada uno a máxima potencia, en presencia de un vaso de 100 ml con agua destilada, según lo aconsejado por Petruzzi *et al.*, 2005. El agua destilada tiene el objeto de humedecer el medio y evitar la ignición del combustible. Las muestras de bagazo se secaron hasta peso constante, en un tiempo total -entre la preparación de la muestra y cada ciclo de secado- de aproximadamente dos horas. Este procedimiento se encuentra especificado en la norma ASTM E1358-97 (ASTM, 1997) y ASTM D4643-08 (ASTM, 2008).

Análisis estadístico

Con el fin de comparar ambos métodos de secado analizados se llevó a cabo un diseño de clasificación experimental, mediante pruebas sobre dos medias, con una metodología de muestras pareadas y en base a hipótesis, con el fin de demostrar que la diferencia entre las medias de las muestras analizadas contendrá errores muy próximos para ambas metodologías. Para ello se utilizó el programa estadístico Infostat versión (2008). Se desarrollaron los siguientes pasos:

- Estimar las diferencias entre las medias ($\mu_1-\mu_2$).
- Realizar una prueba de normalidad con método gráfico y analítico.
- Constatar la hipótesis sobre la diferencia
- Utilizar un contraste bilateral

- Hipótesis:

$H_0: \mu_1-\mu_2 = 0$ (las medias son iguales)

$H_1: \mu_1-\mu_2 \neq 0$ (las medias son distintas)

$\alpha = 0,05$ (intervalo de confianza de 95%)

- Prueba de normalidad

Se utilizó el análisis gráfico de Q-Q Plot de prueba de normalidad y el estudio analítico se realizó mediante la prueba de Shapiro Wilks-modificado; para ello se trabajó con la diferencia entre las metodologías.

Estos gráficos se utilizan para evaluar el grado de ajuste de un conjunto de observaciones a una distribución teórica; aunque no representan pruebas formales de ajuste, la experiencia ha demostrado que son efectivos para detectar faltas de ajuste que muchas veces las pruebas formales han sido incapaces de detectar. Los parámetros de la distribución teórica seleccionada son estimados a partir de la muestra. El nombre proviene del hecho de representar en él los cuantiles muestrales versus los cuantiles teóricos (*quantil to quantil plot*) (Direnzo et al., 2005).

La prueba de Shapiro-Wilks se basa en estudiar el ajuste del gráfico de normalidad (Q-Q plot), el cual mide la fuerza de ese ajuste con una recta. InfoStat permite probar si la variable en estudio tiene distribución normal. Las hipótesis de la prueba son: H_0 : las observaciones tienen distribución normal; versus H_1 : las observaciones no tienen distribución normal. Cuanto mayor sea este estadístico, mayor desacuerdo habrá con la recta de normalidad, por lo que podremos rechazar la hipótesis nula. Si el valor de probabilidad (p) es mayor $\alpha = 0,05$, se acepta la hipótesis nula y se rechaza la hipótesis alternativa, asegurando que la diferencia de las muestras tendrían una distribución normal (Direnzo et al., 2005).

- Constatación de la hipótesis:

Para ello se realizó una prueba de “t” para muestras apareadas, analizando la diferencia absoluta entre ambas metodologías. El estadístico de esta prueba se determina mediante la Ecuación 1.

$$t = \frac{x - \mu_0}{\frac{S}{\sqrt{n}}} \quad (1)$$

Donde:

t: es el estadístico

x: valores promedios de las muestras

μ_0 : media de población estudiada

S: desviación estándar

n: tamaño de la muestra

La expresión se encuentra bajo la hipótesis H_0 (Hipótesis nula) que tiene una distribución de “t de Student”.

Si el valor del estadístico calculado ($t_{\text{calculado}}$) es menor que el valor del estadístico de tabla (t_{tabla} con $n-1, \alpha/2$), entonces se acepta la hipótesis nula donde las medias analizadas son iguales.

Si el valor $t_{\text{calculado}}$ es mayor que el valor t_{tabla} , entonces se rechaza la hipótesis nula y se acepta la hipótesis alternativa, donde las medias son distintas.

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

A continuación se representan los resultados de las metodologías ensayadas para la determinación del contenido de humedad expresada en %.

Muestras	Método estufa W[%]	Método microondas W[%]	Error relativo %	Diferencia
1	54,42	54,77	0,64	-0,35
2	57,46	57,41	0,09	0,05
3	52,61	52,03	1,10	0,58
4	52,56	51,93	1,20	0,63
5	61,32	62,11	1,29	-0,79
6	42,14	41,77	0,88	0,37
7	52,98	52,20	1,47	0,78
8	54,19	55,23	1,92	-1,04
9	57,59	56,73	1,49	0,86
10	55,70	54,88	1,47	0,82
11	54,90	55,67	1,40	-0,77
12	52,01	51,93	0,15	0,08
13	57,45	56,37	1,88	1,08
14	52,01	51,93	0,15	0,08
15	57,45	56,37	1,89	1,08
16	60,70	59,55	1,90	1,15
17	57,30	58,11	1,42	-0,81
18	52,29	52,02	0,52	0,27
19	59,70	59,43	0,45	0,27
20	55,19	56,33	2,07	-1,14
PROMEDIO	55,00	54,84	1,17	0,16
RANGO	42,14-61,32	41,77-62,11	0,09-2,07	-1,14-1,15

Tabla 1: Resultados del contenido de humedad porcentual (W%) obtenidos por medio de los métodos estufa y microondas.

La Tabla 1 muestra contenidos de humedad porcentual (W%) de las muestras de bagazo analizadas por las metodologías propuestas. El valor promedio determinado por la metodología tradicional (método estufa) fue de 55,00%, con un rango entre 42,14% a 61,32%, mientras que con el uso del horno microondas (método microondas) resultó un promedio de 54,84%, con un rango de 41,77% a 62,11%. El error relativo porcentual promedio (ER%) determinado entre ambas metodologías fue de 1,17%, con una diferencia promedio entre valores de las metodologías ensayadas de 0,16% de humedad.

La Figura 1 muestra el resultado del estudio estadístico realizado con el programa informático Infostat v.2008; se trabajó con las diferencias de los contenidos de humedad del bagazo obtenidas en las metodologías estudiadas (ver Tabla 1). En el eje “y” se indican los cuantiles observados del lote de muestra diferencia; y en el eje “x”, los cuantiles de una normal. En la parte superior del gráfico aparece el número total de muestras empleadas (n=20)

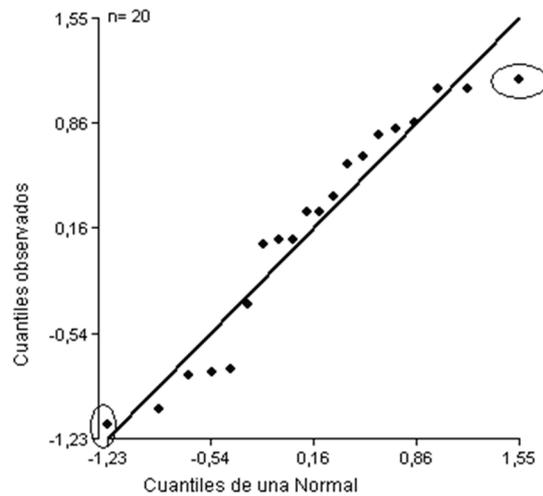


Figura 1: Gráfico de distribución normal del contenido de humedad en ambas

Se puede observar que presenta dos valores fuera de rango marcados con círculos en el gráfico, por lo que se debe trabajar descartando esos “outliers” que corresponden a los valores de las muestras N° 16 y N° 20 (ver Tabla 1).

El estudio analítico de la normalidad de Shapiro Wilks-modificado para el conjunto de las muestras ensayadas arrojó un valor de probabilidad de $p = 0,0799$. Este valor es mayor que $\alpha = 0,05$, el indicado en la hipótesis para la prueba de normalidad; por ello podemos concluir que las muestras presentan una distribución normal, aceptando la hipótesis nula.

Del análisis de la hipótesis de la diferencia de medias ($\mu_1 - \mu_2$) igual a cero, por medio de la prueba “t” para dos muestras emparejadas, se obtuvo como resultado un valor del estadístico $t = 1,101$. Este valor se comparó con el obtenido de tabla ($t = 2,1199$ a nivel de significación $\alpha = 0,05$) (Walpole *et al.*, 1993), por lo que se aceptó la hipótesis nula H_0 , donde se concluye que las diferencias $\mu_1 - \mu_2$ son iguales a cero; por tanto no existen diferencias significativas entre ambas metodologías a nivel de significación $\alpha = 0,05$.

En la Figura 2 se puede observar el gráfico de curva de ajuste de los valores mostrados en la Tabla 1 y su valor de R^2 .

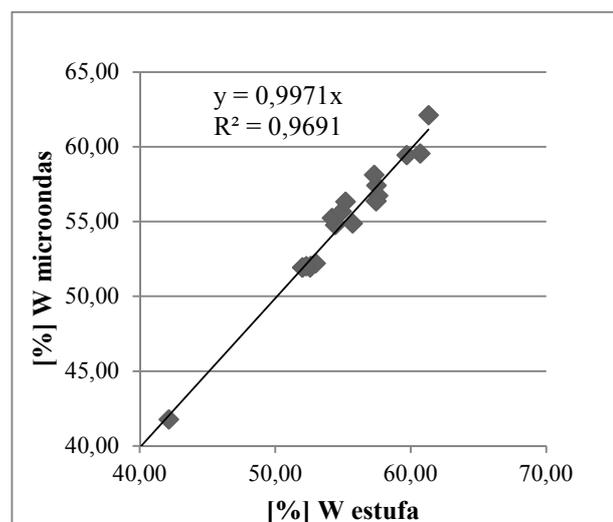


Figura 2: Curva de ajuste entre las metodologías analizadas

En la misma se indica la línea de tendencia obtenida para las metodologías analizadas, con la ecuación resultante de $y = 0,9971x$, que presenta una dependencia lineal de los contenidos de humedades de la estufa con respecto al microondas y su coeficiente de determinación lineal próximo a 1, $R^2 = 0,9691$.

La Tabla 2 muestra los parámetros estadísticos para las metodologías ensayadas. Se puede observar que no existen diferencias significativas entre ambas técnicas; para el caso del ensayo en estufa el valor de la media encontrado fue de 55,00%; y para el caso de la metodología microondas, de 54,84%, lo que resulta una diferencia entre medias de 0,16%, y una diferencia entre los errores estándares de 0,01%.

Medidas	Metodologías	
	Estufa	Microondas
n	20	20
Media %	55,00	54,84
Desviación estándar %	4,18	4,15
Varianza (n)	16,62	17,19
Error estándar % (EE)	0,94	0,95
Coefficiente de variación % (CV%)	7,61	7,76
Mínimo	42,14	41,77
Máximo	61,32	62,11

Tabla 2: Resultados del análisis estadístico para las metodologías de estufa y microondas.

De acuerdo a los resultados presentados en la Tabla 3, el método tradicional presenta menores valores de CV% (7,61%), mientras que para el método microondas se registró una mayor variabilidad (7,76%) entre ambas metodologías, para los dos métodos obtenidos fueron inferior al 10%, lo cual se considera adecuado en muestras de biomásas (Posadas et al.,2007).

Asimismo, puede verse que los errores estándares (EE) son inferiores al 1%. Estos resultados coinciden con Posadas et al., 2007 y Oetzel et al., 1993.

CONCLUSIONES

El método de secado por microondas mostró ser efectivo en comparación con el método tradicional de estufa. Con la técnica de microondas se obtuvieron valores promedio del contenido de humedad de 54,84%, con un coeficiente de variación porcentual de 7,76%, una desviación estándar de 4,15% y un error estándar de 0,94%. El valor máximo del contenido de humedad determinado fue de 62,11% y un mínimo de 41,77%.

Con respecto al método tradicional, se obtuvo un valor promedio del contenido de humedad de 55,00%, un coeficiente de variación porcentual de 7,61%, una desviación estándar de 4,18% y un error estándar de 0,94%. Asimismo, los valores máximo y mínimo obtenidos fueron de 61,32% y 42,14%, respectivamente. El error relativo promedio de los resultados alcanzados entre las técnicas estudiadas fue de 1,17%.

Los datos del presente trabajo permiten concluir que el método de secado por microondas resulta adecuado para la determinación del contenido de humedad de muestras de bagazo de caña de azúcar, con valores similares a los obtenidos por medio de la metodología tradicional de estufa, con la ventaja de obtener estos resultados en aproximadamente dos horas, tiempo menor que el que demanda la utilización de la metodología tradicional, que es de aproximadamente nueve horas para dicho ensayo. Esto permitiría, a la vez, realizar un mayor número de análisis en muestras de bagazo con esta metodología propuesta.

NOMENCLATURA

ASTM: American Society for Testing and Materials.
W: Contenido de humedad
n: Número de muestras
ER%: Error relativo porcentual
CV%: Coeficiente de variación porcentual
EE: Error estándar

REFERENCIAS

- Agüero A.C., Pisa Agüero J.R. y Torres Bugeau C.J. (2009).** Poder calorífico superior del bagazo de caña de azúcar. Revista CET N° 24. Facultad de Ciencias Exactas y Tecnología .UNT. Tucumán. Argentina.
- ASTM D5142-02 (2002).** Standard Test Methods for Proximate Analysis of the Analysis Sample of Coal and Coke by Instrumental Procedures.
- ASTM E1358-97 (1997).** Standard Test Method for Determination of Moisture Content of Particulate Wood Fuels Using a Microwave Oven
- ASTM D4643-08 (2008).** Standard Test Method for Determination of Water (Moisture) Content of Soil by Microwave Oven Heating
- Diez O. A., Cárdenas G. J. y Mentz L. F. (2010).** Poder calorífico superior de bagazo, médula y sus mezclas, provenientes de la caña de azúcar de Tucumán, R. Argentina. Rev. Ind. Agric. Tucumán, Jun 2010, vol.87, no.1, p.29-38. ISSN 1851-3018
- Direnzo J.L., Casanovas F. F., González L.A, Tablada E.M., Díaz M.P., Robledo C.W., Balzarinz M.G. (2005).** Estadística para las Ciencias Agropecuarias. 1º impresión electrónica. Córdoba, Argentina.
- Feijóo E., Golato M.A., Paz D. y Cárdenas G.J.** Características energéticas de los residuos agrícolas de la cosecha de la caña de azúcar (RAC) como combustible alternativo en calderas de vapor bagaceras. RIAT (en prensa)
- Golato M.A, Feijóo E., Franck Colombres F., Paz D. y Cárdenas G.J.** Aprovechamiento de los residuos agrícolas de la cosecha de la caña de azúcar (RAC) como combustible alternativo en calderas de vapor bagaceras. RIAT (en prensa).
- Hines W. y Montgomery D. (1993).** Probabilidad y estadística para ingeniería y administración. Segunda edición. Compañía Editorial Continental, SA de CV. México.
- Infostat programa de paquete estadístico versión 2008.**
- Mistretta G., Zamora Rueda G., Peralta F., Gutiérrez C., Bravo M.V., Zalazar H., E. Feijóo, Golato M. A., Paz D., y Cárdenas G.J. (2014).** Metodologías termogravimétricas para la determinación del contenido de cenizas de bagazo y RAC de Tucumán. XXXVII Reunión de Trabajo de la Asociación Argentina de Energías Renovables y Ambiente. VI Conferencia Regional Latinoamericana de la ISES.ASADES. Libro de resúmenes pp.69.
- NMX-F-280-1991.** Industria Azucarera Determinación de humedad en muestras de bagazo de caña de azúcar. Normas Mexicanas.
- Oetzel G. R, Villalba F. P., Goodger W. J., y Norlund K. V. (1993).** A comparison of on-methods for estimating the dry matter content of feed ingredients. Journal of Dairy Science 76: 293-299.
- Petruzzi H.J., Stritzler N.P., Ferri C.M., Pagella J.H. y Rabotnikof C.M. (2005).** Determinación de materia seca por métodos indirectos: utilización del horno a microondas - Boletín de Divulgación Técnica N°88.
- Posada S. L., Angulo J. y Restrepo L. F. (2007).** Validación de métodos de secado para la determinación de materia seca en especies forrajeras. Universidad De Antioquia, Facultad de Ciencias Agrarias - Revista Research for Rural Development 19 (3).
- Subero Pérez E. (2010).** Tesis: Caracterización de combustibles sólidos - Escuela Universitaria de Ingeniería Técnica Industrial de Zaragoza-España.
- Walpole R.E., Myers R.H.; Hill Mc.G. (1993).** Probabilidad y Estadística. 4º Edición. México.

ABSTRACT

The moisture content is critical parameter to control the amount of water imbibition and regulation of sugarcane milling equipment. This work aimed at comparing the traditional methodology for determining the moisture content of bagasse through stove with the proposed methodology with microwave drying. We worked with 20 collected bagasse samples from various mills. The average results were: 55.00% moisture and microwave oven 54.84% .We performed statistical analysis to validate the proposed methodology and standard errors between techniques lower than 1%. were obtained It is concluded that the method of microwave drying has the advantage of obtaining similar to the stove results in shorter time (2 h versus 9h necessary in the traditional method), and is suitable for determining the moisture content in bagasse samples.

Keywords: drying, bagasse, energy.