

TITULO: “DECOLORACION DE LA CERA DURA DE CANA DE AZUCAR POR VIA FISICA CON CARBON ACTIVADO GRANULAR”

AUTORES: Msc Juan B. de León Benítez

Dra. Gretel Villanueva Ramos

Dr. Alfredo Curbelo Sánchez

Ing. Erick García Zaíta

RESUMEN

El presente artículo trata sobre la decoloración de la cera dura de caña de azúcar por vía Física empleando como adsorbente en cama fija, el carbón activado granular.

Se determinaron experimentalmente las propiedades físico-químicas de la cera dura, Punto de Fusión, Viscosidad, Color y Brillo antes y después de ser decolorada la cera.

Se desarrolla un diseño experimental mediante un plan factorial 2^K , definiendo como variables de operación en el proceso de decoloración por vía Física, la relación alcohol/cera y la altura de la cama de adsorbente, teniéndose como variable respuesta las propiedades físico-químicas de la cera una vez decolorada, índice de saponificación, viscosidad, brillo, color y punto de fusión.

Los resultados experimentales se procesaron estadísticamente en cada caso, obteniéndose los modelos matemáticos adecuados que definen la dependencia de las variables de proceso en las modificaciones físico químicas de la cera luego de ser esta decolorada, estableciéndose además las mejores condiciones de operación como resultado de la optimización de los modelos matemáticos.

SUMMARY

The present article treats on the decoloration of the wax It endures of cane by physical path employing as adsorbent in fixed bed, the activated coal It is determined experimentally the physical ownership-chemistries of the wax endures, fusion point, viscosity, color and shine rather and after is decolorized the waxpropie.

It is unrolled an intervening experimental design a factorial plan 2 k, defining as operation variables in the decoloration process by physical path, the alcohol relation/wax and the height of the adsorbent bed of, as variable answer the physical

ownership-chemistries of the wax once decolorized, saponification index, viscosity, shine, color and fusion The experimental results are indicted statisticsly in each case, the adequate mathematical models that define the dependence of the process variables of in the physical modifications chemistries of the wax after be this decolorized, moreover the better operation conditions as result of the optimization of the mathematical models.

INTRODUCCION:

La necesidad de reanimación de las Plantas Productoras de Cera Cruda en nuestro país exigen del apoyo y desenvolvimiento de Tecnologías a partir de la Cera Dura de Caña de Azúcar, para que la misma se torne más competitiva comercialmente, resultados que pueden abrir nuevas perspectivas de aprovechamiento de la Cera Dura de Caña de Azúcar tomando las alternativas más factibles económicamente.

La cera de caña de azúcar dentro de los tipos de ceras vegetales que existen, posee una combinación de propiedades de remarcada importancia. Dureza, alto punto de fusión, extraordinaria capacidad de formar emulsiones, excelente retención de solventes; son algunas de las diversas propiedades que llevan a esta cera a tener un gran valor industrial.

Es conocido que la cera de caña de azúcar tiene su utilización garantizada en los más variados tipos de industrias destacándose textil, papel, alimentos, cosméticos, farmacéutica entre otras.

Algunas de estas industrias, como por ejemplo la farmacéutica, para fabricar numerosos productos, requieren de una cera dura beneficiada, en la cual sus propiedades físico químicas sean mejoradas substancialmente con la consecuente eliminación de su color y olor entre otras impurezas, todo lo cual se logra a través de modificaciones físico químicas de la misma dentro de las cuales se encuentra el proceso de blanqueo, lográndose al final una cera con las características más apropiadas para su uso.

En este trabajo se establecen las etapas del proceso de blanqueo de la cera Dura por método físico utilizando como adsorbente carbón activado granular

Por todo lo anterior los objetivos de este trabajo son:

- Modificación de las propiedades físico químicas de la cera dura mediante un proceso de blanqueo utilizando carbón activado granular.

- Sobre la base de los resultados experimentales alcanzados en el proceso de blanqueo, establecer los modelos matemáticos de la etapa y las mejores condiciones de operación de proceso para el desarrollo de la misma.

DESARROLLO

En el estudio bibliográfico del tema se pudo constatar que se aprecia una ligera diferencia entre los valores de las propiedades físico-químicas de la cera dura de caña dependiendo ello del origen de cada una; pero además de forma particular para la Cera de Caña de Azúcar existen diversidad de criterios de estos parámetros entre diferentes autores, así como tampoco se reportan de forma exacta.

Hay que tener en cuenta también que en el caso de la Cera Dura de caña de Azúcar en nuestro país, sus propiedades se ven también influenciadas por la eficiencia del proceso de Refinación de esta lo que motiva que sus valores no sean constantes y exactos.

Por otra parte existe una uniformidad de criterios entre varios autores en relación a que cuando la cera dura es sometida a procesos de purificación, sus Propiedades Físico Químicas tales como, Punto de Fusión, Dureza, Viscosidad, Brillo entre otras, mejoran substancialmente motivado ello por la eliminación de componentes grasos de bajo punto de fusión pigmentos e infinidad de impurezas.

De La Cerda (8) plantea que la cera dura es la fracción soluble en acetona a 90 °C o 100 °C, o en isopropanol a 20°C y reporta las siguientes propiedades físico-químicas:.

- Color----- carmelita.
- Punto de fusión-----77°C -78°C
- Índice de acidez----- 25-40
- Índice de saponificación-----90-100 mg KOH/g
- Índice de yodo-----20-30

BLANQUEO FÍSICO

Según Andersen (1) algunas materias colorantes son muy solubles en las grasas, de las que son componentes naturales y característicos en estado bruto, lo que conlleva a que no pueden considerarse como impurezas y su eliminación requiere de un tratamiento especial. Las materias colorantes naturales son principalmente carotenos, xantofilas y clorofila. Estos colorantes son difíciles de eliminar .

El grado de blanqueo a que debe ser sometida la cera depende únicamente de su empleo futuro, esto puede efectuarse de diversas formas.

El método mas importante en la industria es la decoloración mediante sustancias de elevada actividad superficial, tales como tierras o carbones blanqueantes que retienen por adsorción las materias colorantes sin afectar la cera en su composición.

Los adsorbentes utilizados para el blanqueo de ceras son principalmente arcillas naturales o activadas con ácidos, silicatos de aluminio hidratados, o en menor extensión carbones activados. Estas sustancias son capaces de adsorber sobre su superficie no solo las sustancias colorantes sino también cualquier otra que lleve la cera en suspensión coloidal, tales como gomas resinas y ciertos productos de degradación.

La cantidad y tipo de carbón o tierra a emplear dependen de la clase y color del compuesto a tratar, así como del grado de decoloración perseguido.

La proporción media de adsorbente es, por lo general, de 1.5-2.5 tratándose de tierras activadas de buena calidad.

La decoloración con adsorbentes se realiza por dos métodos: el proceso de Mezclado Discontinuo y el de Lecho Filtrante Fijo. En el primero, se mezcla el adsorbente con el líquido, generalmente a elevada temperatura, durante un intervalo de tiempo determinado y luego se separa por filtración el adsorbente del líquido decolorado. En el segundo proceso, se pasa el líquido caliente a través de capas sucesivas o lechos filtrantes de 7-10 mm de espesor de adsorbente, hasta que se logra el grado de decoloración deseado.

No todas las ceras son susceptibles a blanquearse en prensas filtros ya que hay unas bastante viscosas y a las cuales no se les puede dar una temperatura excedida porque se descomponen en sus ácidos grasos totales.

Por lo anterior este procedimiento es práctico solo en el caso de ceras muy fluidas. Este procedimiento de blanqueo tiene el inconveniente de que las tierras acaparan un porcentaje de ceras a veces hasta de un 30% y la mayoría de los industriales tienen que efectuar posteriores operaciones para recuperar las ceras, lo que hace más costoso este procedimiento.

Varios trabajos (4) (6) reportan el uso de tierras blanqueadoras, Bentonita y Carbón activado, para el blanqueo de la cera de caña, pero no se reporta la forma de llevarlos a cabo. Los carbones activados son excelentes decolorantes para ciertas grasas, particularmente en mezclas con tierras de blanqueo; su poder decolorante para los diversos aceites y grasas es, generalmente, mucho más elevado que el de la tierra decolorante por sí sola. Los carbones activados son capaces, en grado mucho mayor que las tierras de blanqueo, de adsorber sabores y olores y contribuir substancialmente al mejoramiento de la grasa. (1)

Así mismo la retención de aceite por el carbón activado es mayor que la de las arcillas activadas, pero, a pesar de esto y dado que debido a su mayor poder decolorante se

emplean proporciones más pequeñas de tierras, la pérdida total en la torta de prensa suele ser inferior. No obstante la filtración es más lenta y difícil lo cual es una de las razones que justifican el empleo frecuente del carbón, en mezcla con tierra decolorante, pues esta mejora la velocidad de filtración.

Los carbones activados son excelentes decolorantes para ciertas grasas, particularmente en mezclas con tierras de blanqueo; su poder decolorante para los diversos aceites y grasas, generalmente, es mucho más elevado que el de la tierra decolorante por sí sola.

Los carbones activados son capaces, en grado mucho mayor que las tierras de blanqueo de adsorber sabores y olores.

Es importante señalar que en estos trabajos solo se reporta que los adsorbentes fueron aplicados a la decoloración, sin embargo no se dice ni la forma ni bajo que condiciones fueron realizadas las experiencias, sino solo se señala lo costoso que resulta esta aplicación, quizás debido ello a la necesidad de trabajar la cera en forma fluida lo que requiere de una determinada temperatura y presión en el sistema elevando por supuesto el costo del equipamiento.

PARTE EXPERIMENTAL:

El trabajo experimental se dividió en dos partes fundamentales:

- Determinación experimental de las Propiedades Físico-Químicas de la Cera.
- Decoloración de la Cera Dura por vía Física empleando como adsorbente Carbón activado granular.

Dada la fluctuación entre los valores que se reportan para las propiedades físico-químicas de la cera, fueron determinadas experimentalmente propiedades como: Color, Viscosidad, Brillo y Punto de Fusión, aplicando las técnicas experimentales que aparecen en la literatura (7) cuyos valores se reportan en la Tabla No. 1.

Para el desarrollo de las experiencias de laboratorio de blanqueo de la cera en cama fija empleando carbón activado, se utilizó la misma cera dura oscura que fue caracterizada experimentalmente desde el punto de vista de sus propiedades físico-químicas.

En todos los experimentos fue utilizado un sistema de decoloración formado por una columna de vidrio encamisada que tiene una altura de 25 cm y un diámetro de 2.05 cm. La misma acoplada a un termostato permite circular agua caliente por el interior de la camisa para mantener constante la temperatura deseada en la cama de 77 °C a la que se garantiza que la cera permanezca fundida ya la vez no hay pérdidas de solvente por

evaporación. En el proceso de refinación de la cera cruda (9) la fracción cera dura se obtiene en solución con etanol, hecho que brinda la posibilidad de tratar esta solución con un adsorbente en cama fija.

Por lo anterior, con el objetivo de lograr una mayor fluidez de la cera a través de la cama, se mezcló esta con etanol como solvente. En todos los experimentos, se mantuvo constante una relación de 0.5 gramos de soluto/gramos de adsorbente.

Para el estudio del proceso se siguió un Diseño Experimental del tipo factorial 2^k tomando como variables, la altura de la cama de carbón y la relación soluto/solvente (alcohol/cera), obteniéndose como variable respuesta el valor de las propiedades físico-químicas, color, viscosidad, brillo y punto de fusión. No fue posible evaluar el tamaño de partícula pues solo se dispuso de un tipo de carbón ya tamizado.

En este diseño se fijaron dos niveles para cada variable como se muestra a continuación:

NIVELES ASUMIDOS

<u>VARIABLES</u>	<u>BAJO</u>	<u>ALTO</u>
X ₁ : Relación alcohol/cera	4/1	7/1
X ₂ : Altura de cama de ads (cm)	14	18

Una vez fijados los niveles de diseño, se desarrollaron las corridas experimentales haciendo pasar la mezcla soluto/solvente a través de la cama, garantizando el cumplimiento de mantener constante en todos los casos la relación de 0.5 gramos de soluto/gramos de adsorbente y la altura de líquido en la cama toda vez que el objetivo esencial de los ensayos está encaminado a estudiar el poder decolorante de este adsorbente.

En la Tabla No.1 aparecen reflejados los resultados experimentales alcanzados con relación a la determinación de las propiedades físico-químicas de la cera: Índice de Color, Punto de Fusión, Viscosidad y Brillo luego de aplicar las técnicas experimentales descritas en la literatura, para muestras de diferentes lotes de cera dura obtenidos en la Planta de Refinación de Cera Cruda del CAI “Majibacoa” en la provincia de Las Tunas, que al compararse con los que se reportan en la literatura, se observa que los determinados como índice de saponificación y punto de fusión están dentro de ese rango, obteniéndose el resto, como propiedades importantes que no habían sido calculadas.

Las experiencias desarrolladas en la decoloración de la cera dura por vía física en cama fija, con Carbón Activado según plan experimental descrito anteriormente arrojan los resultados que aparecen en la Tabla No2.

Al analizar el porcentaje de decoloración en esta Tabla se demuestra que han sido eliminadas sustancias colorantes presentes al inicio en la muestra de cera dura oscura y que el mejor resultado se logra para la mayor relación alcohol/cera y mayor altura de cama de adsorbente, definida en el diseño experimental, resultado que es lógico y coincide con lo planteado sobre ello en la literatura.

Así mismo como resultado de la eliminación de impurezas a que es sometida la cera dura a través del proceso de decoloración se observa en esta Tabla que el valor de las propiedades físico-químicas, brillo, punto de fusión y viscosidad, aumenta en todas las muestras con relación al valor inicial de estas en la muestra de cera dura, manteniéndose alto el porcentaje de retención de cera en la cama de carbón.

Los resultados alcanzados luego del desarrollo del diseño experimental trazado, fueron procesados estadísticamente, lo que permitió obtener la significación de cada variable en el proceso y obtener el modelo matemático adecuado en cada caso, optimizando los mismos para definir las mejores condiciones de operación, resultados que se resumen en la Tabla No.3.

Así para el caso del color como se observa en esta Tabla, se obtiene una dependencia lineal de este con las variables relación alcohol/cera y altura de la cama de carbón, obteniéndose el mayor rendimiento (menor color) para los niveles más altos en el experimento, lo que reafirma lo planteado en la literatura. Similar comportamiento se manifiesta con el brillo mientras que la dependencia con el punto de fusión responde al modelo que se muestra, alcanzándose los mejores rendimientos para los niveles altos del diseño experimental definido.

Por último, en esta misma Tabla se reporta el modelo para la viscosidad con similar relación a los anteriores en lo que se refiere a las condiciones de proceso para el mejor rendimiento.

Puede resumirse hasta aquí, que se ha podido corroborar con la literatura (1) lo referente a que es posible la decoloración de la cera dura por vía Física, en cama fija, empleando para ello como adsorbente el carbón activado, dado que ha quedado demostrado el poder decolorante que posee este adsorbente.

Así mismo se han corroborado las desventajas del método, que se reportan en la literatura (7), entre las que se destacan, el alto porcentaje de retención de cera en el adsorbente y lo imprescindible de garantizar la temperatura constante y necesaria para lograr ceras menos viscosas que permitan su percolación a través de la cama de

adsorbente, valores de temperatura que necesariamente tienen que estar entre 75 °C y 78 °C .

A todas las muestras de cera decoloradas se le sometió a un estudio cualitativo a través de los espectros de absorción en la región U.V. Estos resultados si se comparan con el espectro U.V. que caracteriza a la cera sin decolorar, demuestran que existe correspondencia entre todos los espectros obtenidos, con el mismo, pues aparece una única banda característica de intensidad considerable alrededor de los 315nm en todos los casos.

Al no existir alteración alguna ni en la posición ni en la intensidad de esta banda, se puede afirmar que al menos los grupos cromóforos presentes en la estructura química de la cera y que son los responsables de esta banda en el espectro U.V. no sufren alteración alguna durante los tratamientos que se utilizan para decolorar la cera.

CONCLUSIONES:

1. Se determinaron las principales Propiedades Físico-Químicas de la Cera Dura de Caña de Azúcar Cubana, comparando los valores para los casos que se reportan en la Literatura, y obteniendo propiedades importantes que no habían sido calculadas con anterioridad.
2. El Carbón Activado Granular, puede emplearse como adsorbente para decolorar la cera dura por vía Física en cama fija alcanzándose resultados satisfactorios en cuanto a su poder decolorante, teniendo como dificultades el alto porcentaje de retención de cera en el adsorbente y lo imprescindible de garantizar la temperatura constante y necesaria para lograr la fluidez en la cera que le permita percolar a través de la cama.
3. El Punto de fusión, la Viscosidad y el Brillo de la cera dura aumentan luego de ser esta purificada, a través de un proceso de decoloración, motivado ello por la eliminación de impurezas que de no estar presentes en la cera, favorecen este comportamiento.
4. Los espectros U.V. realizados a las muestras de cera decolorada, demuestran, que no existe alteración ni en la posición ni en la intensidad de la banda característica de intensidad considerable (315 nm), que aparece también en la cera antes de ser decolorada, permitiéndose afirmar, que al menos los grupos cromóforos presentes en la estructura química de la cera, no sufren alteración alguna durante la decoloración.

5. Los modelos matemáticos obtenidos para la decoloración de la cera dura por vía física, corroboran la influencia significativa que sobre las propiedades físico-químicas ejercen las variables estudiadas, diámetro de partícula, altura de la cama de adsorbente y relación alcohol/cera estableciendo en cada caso las mejores condiciones de operación de cada variable en el procesos para alcanzar los mayores rendimientos.

TABLA No 1 : Propiedades Físico - Química de la Cera Dura de Caña de Azúcar determinadas experimentalmente.

MUESTRAS	ÍNDICE DE COLOR	PUNTO DE FUSIÓN (°C)	VISCOSIDAD (CP)	B
1	30.12	75	0.098	
2	30.9	75.2	0.092	
3	30.5	74.8	0.096	
4	30.36	75	0.091	
5	30.6	75.1	0.089	
6	30.2	74.9	0.095	
7	30.82	75	0.097	
8	30.75	75.3	0.096	
9	30.8	75	0.094	
10	30.79	75	0.098	
Rango	30-31	74-75	0.090-0.098	

TABLA No 2 :Resultados experimentales de la determinación de las propiedades Físico - Químicas de la Cera Dura decolorada con Carbón Activado según plan experimental.

EXP	X ₁	X ₂	A	C	%D	V	P F	%R	B	%B
1	4	14	0.140	23.31	7.80	0.23	82	40	55	22.2
2	4	14	0.137	22.81	9.80	0.28	79	32	57	26.6
3	7	18	0.129	21.47	15.1	0.34	81	24	70	55.5
4	7	18	0.123	20.47	19.0	0.32	83	32	54	20.0
MI	--	--	0.153	25.3	--	0.098	75	--	40	--

Leyenda:

X₁ : Relación Alcohol / Cera

X₂ : Altura de la Cama (cm)

A : Absorbancia

B : Brillo

%B : Porcentaje de incremento en brillo

V : Viscosidad (cP)

P F : Punto de Fusión (°C)

%R : Porcentaje de Retención

C : Color (IC)

%D : Porcentaje de Decoloración

TABLA No 3: Modelos matemáticos obtenidos para las Propiedades Físico Químicas en función de las Variables del proceso para la Decoloración de la Crea Dura con Carbón Activado.

Prop. F-Q	Modelos Matemáticos	Cond. de Operación		Y
		X ₁	X ₂	
Color	$Y=31.79-0.241X_1-0.528X_2$	7	17.9	20.59
Brillo	$Y=31.79-0.2416X_1X_2+0.528X_2$	6.99	18	71.73
Pto Fus	$Y=70.59+0.1916X_1^2+0.17X_2$	6.99	18	83.04
Viscos.	$Y=-0.409+0.1916X_1^{1/2}+0.023X_2$	7	18	0.51

Leyenda :

X₁ : Relación Alcohol / Cera.

X₂ : Altura de la Cama (cm).

BIBLIOGRAFIA

1. Andersen J.C., "Refinación de Aceites y Grasas." Editorial Barcelona, 1956.
2. Balch Royal, T. "Wax and fatty by product from sugar cane." Sugar Journal, No.3, New York, Oct. 1947
3. Balch Royal, T., " Preliminary Report on Sugar Cane Wax", Sugar Journal, No.6, 1941.
4. Chemical Abstrac. "Sugar Cane Wax" Año 1917, Pág.3451, Vol.11.
5. Chemical Abstrac. "Sugar Cane Wax" Año 1913, Pág.3539, Vol.7.
6. Chemical Abstrac. "Sugar Cane Wax" Año 1911, Pág. 2750, Vol.5.
7. Cera. Manual de Control Analítico. ICIDCA. MINAZ .1980
8. De la Cerda, Jaime Alfredo., Cericultura. Agroquímica y programa de la UNESCO para zonas áridas. B. Costa-Amic, editor. México. D.F. 1964
9. Hernández Escobar, D., "Influencias del grado alcohólico sobre la solubilidad de la cera dura, aceite y cera cruda." Trabajo de Diploma, C.U., Las Tunas, 1992.

