

**EXTRACCIÓN DE LA CERA DEL BAGAZO DE CAÑA DE AZÚCAR
(*Saccharum officinarum*) MEDIANTE TRATAMIENTO DE EXPLOSIÓN
DE VAPOR Y TRATAMIENTO DE COMBINACIÓN DE SOLVENTES
HEPTANO/HEXANO/AGUA**

DANILO ANDRÉS REVELO VARGAS

**UNIVERSIDAD NACIONAL DE COLOMBIA
FACULTAD DE INGENIERÍA Y ADMINISTRACIÓN
INGENIERÍA AGROINDUSTRIAL
PALMIRA
2011**

**EXTRACCIÓN DE LA CERA DEL BAGAZO DE CAÑA DE AZÚCAR
(*Saccharum officinarum*) MEDIANTE TRATAMIENTO DE EXPLOSIÓN
DE VAPOR Y TRATAMIENTO DE COMBINACIÓN DE SOLVENTES
HEPTANO/HEXANO/AGUA**

DANILO ANDRÉS REVELO VARGAS

**Proyecto de Trabajo de Grado para optar al título de
Ingeniero Agroindustrial**

Director:

**Ph.D. HUGO ALEXANDER MARTÍNEZ CORREA
Docente Universidad Nacional**

**UNIVERSIDAD NACIONAL DE COLOMBIA
FACULTAD DE INGENIERÍA Y ADMINISTRACIÓN
INGENIERÍA AGROINDUSTRIAL
PALMIRA
2011**

“La facultad y los jurados del trabajo de grado no serán responsables por las ideas emitidas por el autor o autores del mismo”.

(Artículo 24, Resolución 04 de 1974)

DEDICATORIA

Dedico este trabajo a Dios por darme la fuerza para continuar trabajando, a mi madre Ana por otorgarme su apoyo y la visión de un mejor camino, a mi padre Ramiro por otorgarme su conocimiento y su sentido de perfección y a mis hermanos Ana Rosa y Diego por otorgarme su confianza y afecto en todo este trayecto.

La necesidad es la madre de la invención.

Platón

AGRADECIMIENTOS

Agradezco al Profesor Hugo Alexander Martínez por toda su colaboración y apoyo en el camino de esta investigación y por depositar toda su confianza en mí.

A Narciso Hurtado, coordinador del área de cogeneración del Ingenio Providencia S. A., por su constante apoyo en la entrega de las muestras de bagazo de caña de forma totalmente gratuita.

A los laboratoristas Johannes Delgado y Adriana Velásquez por su colaboración constante durante la realización de la experimentación día tras día.

Al grupo de Investigación en Procesos Agroindustriales “GIPA” por permitirme ser parte de él y por su colaboración en el desarrollo de la investigación.

A los profesores Pedro Vanegas y Carmen Mier por permitirme utilizar sus laboratorios para el desarrollo de esta investigación.

A mis amigos y compañeros por su conocimiento, su apoyo y su colaboración.

PRODUCCIÓN ACADÉMICA

Ponencia realizada en: Segundo congreso de estudiantes de agroindustria del suroccidente colombiano. Universidad Nacional de Colombia, sede Palmira. 27 de agosto de 2011.

Ponencia realizada en: Cuarta Jornada de ciencia y Tecnología. Universidad Nacional de Colombia, sede Palmira. 25 de octubre de 2011.

Ponencia realizada en: Semana Universitaria de Investigaciones, Jornada de Investigaciones de la facultad de Ingeniería. Universidad de Ibagué. Ibagué, 4 de Noviembre de de 2011.

Premiación: Premio nacional al inventor colombiano, modalidad Juvenil. Concedido por la creación de un sistema de extracción por percolación continua en dos fases. Otorgado por la Superintendencia de Industria y Comercio y la Organización Mundial de Propiedad Intelectual (OMPI). Santa Fe de Bogotá. 21 de Octubre de 2011.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Producción de caña de azúcar a nivel mundial.....	18
Figura 2. Territorio cultivado con caña de azúcar a nivel mundial.....	20
Figura 3. Esquema descriptivo general del proceso de extracción.....	41
Figura 4. Diagrama del proceso de percolación continua utilizado para dos percoladores conectados en serie a través de el flujo condensación.....	44
Figura 5. Sistema de evaporación directa para la recuperación del heptano.....	46
Figura 6. Cinética de extracción de cera bruta mediante el uso de heptano.....	53
Figura 7. Cinética de extracción de cera bruta mediante el uso de hexano.....	53
Figura 8. Porcentaje de retención de solventes heptano y hexano para la cinética de extracción.....	55
Figura 9. Porcentaje de extracción de cera por tratamiento de mezcla de solventes.....	58
Figura 10. Retención de heptano y hexano para el proceso de mezcla de solventes en la estructura del bagazo de caña.....	61
Figura 11. Recuperación de heptano para el proceso de mezcla de solventes de forma parcial (solo heptano) y total (heptano más agua).....	62
Figura 12. Recuperación de hexano para el proceso de mezcla de solventes de forma parcial (solo hexano) y total (hexano más agua).....	63
Figura 13. Porcentaje de extracción de cera por tratamiento de explosión de vapor con estandarización del contenido de humedad.....	65

Figura 14. Retención de heptano y hexano por tratamiento de explosión de vapor dentro de la estructura del bagazo de caña	67
Figura 15. Recuperación de solventes heptano y hexano por tratamiento de explosión de vapor.	68
Figura 16. Cinética de extracción de cera bruta mediante tratamiento de explosión de vapor en 50 Kpa/1 minuto.	71
Figura 17. Porcentaje de retención de solventes heptano y hexano para la cinética de extracción mediante tratamiento de explosión de vapor en 50 Kpa/1 minuto.	71
Figura 18. Cinética de extracción de cera bruta mediante tratamiento de explosión de vapor en 100 Kpa/1 minuto.	72
Figura 19. Porcentaje de retención de solventes heptano y hexano para la cinética de extracción mediante tratamiento de explosión de vapor en 50 Kpa/1 minuto.	72
Figura 20. Modelamiento matemático para cinética de extracción bajo tratamiento de combinación de solventes.	75
Figura 21. Modelamiento matemático para cinética de extracción bajo tratamiento de explosión de vapor a 50 Kpa y 1 minuto.	76
Figura 22. Modelamiento matemático para cinética de extracción bajo tratamiento de explosión de vapor a 100 Kpa y 1 minuto.	76
Figura 23. Reactor de 10 litros utilizado para el tratamiento de explosión de vapor.	90
Figura 24. Modelo y dimensiones del percolador utilizado en la extracción.	91

LISTA DE TABLAS

Tabla 1. Clasificación taxonómica de la caña de azúcar.....	16
Tabla 2. Producción de caña de azúcar a nivel mundial.....	17
Tabla 3. Territorio cultivado con caña de azúcar a nivel mundial.....	19
Tabla 4. Composición química de la cera extraída de la caña de azúcar.....	30
Tabla 5. Caracterización proximal del bagazo de caña de azúcar.....	50
Tabla 6. Análisis diferencial de tamizado del bagazo de caña.....	51
Tabla 7. Cinética de extracción de cera bruta a partir de heptano y hexano.....	52
Tabla 8. Recuperación de solventes empleados para el proceso de cinética de extracción.....	54
Tabla 9. Contenido de cera extraída por medio del tratamiento de mezcla de solventes.....	57
Tabla 10. Contenido de solventes retenidos y recuperados mediante tratamiento de combinación de solventes.....	60
Tabla 11. Contenido de cera extraída y porcentaje de extracción mediante tratamiento de explosión de vapor, con estandarización del contenido de humedad.....	64
Tabla 12. Contenido de solventes retenidos y recuperados mediante tratamiento de tratamiento de explosión de vapor.....	66
Tabla 13. Cinética de extracción para el tratamiento de explosión de vapor a 50 Kpa/ 1 minuto.....	70

Tabla 14. Cinética de extracción para el tratamiento de explosión de vapor a 100 Kpa/ 1 minuto.....	70
Tabla 15. Cambio del poder calorífico del bagazo de caña según solvente empleado.....	73
Tabla 16. Modelamiento matemático realizado para las cinéticas de extracción.....	74

LISTA DE ANEXOS

ANEXO A. Características de equipos personalizados utilizados.....	90
ANEXO B. Características de los solventes empleados.....	92
ANEXO C. Mezclas de solventes utilizadas como tratamiento.....	93
ANEXO D. Fotos ilustrativas del proceso de extracción.....	96
ANEXO E. Resultados de los análisis estadísticos.....	97

CONTENIDO

1.	RESUMEN	15
2.	INTRODUCCIÓN	16
3.	MARCO DE REFERENCIA.....	21
3.1.	CAÑA DE AZÚCAR.....	21
3.2.	BAGAZO DE CAÑA DE AZÚCAR.....	23
3.3.	TRATAMIENTO DE EXPLOSIÓN DE VAPOR.....	26
3.4.	MÉTODOS DE EXTRACCIÓN Y SOLVENTES	28
3.5.	CERA Y DERIVADOS DE LA CAÑA DE AZÚCAR	29
3.6.	APLICACIONES DE LA CERA DE CAÑA DE AZÚCAR	32
4.	JUSTIFICACIÓN	35
5.	OBJETIVOS	36
5.1.	OBJETIVO GENERAL.....	36
5.2.	OBJETIVOS ESPECÍFICOS DE LA EXTRACCIÓN DE CERA.....	36
6.	MATERIALES Y MÉTODOS	37
6.1.	LOCALIZACIÓN	37
6.2.	MATERIAL BIOLÓGICO.....	37
6.3.	REACTIVOS.....	37
6.4.	CARACTERIZACIÓN DEL BAGAZO DE CAÑA DE AZÚCAR	38
6.4.1.	Determinación del contenido de materia seca y humedad.....	38
6.4.2.	Determinación del contenido de cenizas.....	38
6.4.3.	Determinación del contenido del extracto etéreo	38
6.4.4.	Determinación del contenido de proteína total	39

6.4.5.	Determinación del contenido de fibra	40
6.4.6.	Determinación del contenido de energía bruta o poder calorífico	40
6.5.	PROCESO DE EXTRACCIÓN	41
6.5.1.	Homogenización del material biológico	42
6.5.2.	Tratamiento de explosión de vapor	42
6.5.3.	Tratamiento de mezclas de solventes heptano/agua y hexano/agua	43
6.5.4.	Proceso de extracción y purificación	43
6.5.5.	Recuperación de solvente	45
6.6.	CINÉTICA DE EXTRACCIÓN DE LA CERA BRUTA DEL BAGAZO.	46
6.7.	CALCULO DE VARIABLES RESPUESTA	46
6.7.1.	Porcentaje de recuperación de solventes (RTS/RUS)	46
6.7.2.	Contenido de la cera bruta del bagazo de caña (RCB)	47
6.7.3.	Contenido de solvente retenido en las muestras de bagazo de caña (RSB)	48
6.7.4.	Modelamiento matemático de la cinética de extracción	48
6.8.	ANÁLISIS ESTADÍSTICO.....	49
7.	RESULTADOS Y DISCUSIONES	50
7.1.	CARACTERIZACIÓN DEL BAGAZO DE CAÑA DE AZÚCAR	50
7.2.	HOMOGENIZACIÓN DEL MATERIAL BIOLÓGICO	51
7.3.	CINÉTICA DE EXTRACCIÓN DE LA CERA BRUTA	52
7.4.	TRATAMIENTO DE COMBINACIÓN DE SOLVENTES	56
7.4.1.	Extracción de cera bruta	56
7.4.2.	Retención y recuperación de solventes.....	58
7.5.	TRATAMIENTO DE EXPLOSIÓN DE VAPOR.....	63

7.5.1.	Extracción de cera bruta	63
7.5.2.	Retención y recuperación de solventes.....	66
7.6.	CINÉTICA DE EXTRACCIÓN DE LA CERA BRUTA EN LOS TRATAMIENTOS DE EXPLOSIÓN DE VAPOR	69
7.7.	EVALUACIÓN DEL CAMBIO DEL PODER CALORÍFICO DEL BAGAZO DE CAÑA DE AZÚCAR.....	73
7.8.	MODELAMIENTO DE LA CINÉTICA DE EXTRACCIÓN	74
8.	CONCLUSIONES.....	78
9.	RECOMENDACIONES	80
10.	REFERENCIAS.....	81
11.	ANEXOS	89

1. RESUMEN

Se evalúa el proceso de extracción de cera bruta contenida dentro del bagazo de caña de azúcar (*Saccharum officinarum*) como alternativa para la obtención de nuevos productos sin destruir el contenido de fibra del bagazo para no alterar la disposición principal del bagazo hacia combustión en caldera dentro de los modelos de producción en los ingenios azucareros. Se utiliza el método de percolación continua en dos fases, mediante el tratamiento de combinación de los solventes de extracción no miscibles heptano/agua y hexano/agua (100%, 90%, 80%, 70%, 60% de solvente y 0%, 10%, 20%, 30%, 40% de agua respectivamente) como alternativas para reducir el consumo de solventes durante el proceso global de extracción y el tratamiento de explosión de vapor sobre el material biológico como alternativa para lograr la expansión de las fibras y facilitar la extracción de los metabolitos atrapados, al evaluar diferentes combinaciones de tiempo (1, 5 y 20 minutos) y presiones (50 y 100 Kpa). Los tratamientos de combinación hexano/agua o heptano/agua mostraron favorabilidad de sustituir hasta un 90%/10% en masa sin alterar estadísticamente el contenido final de cera durante un periodo de extracción de 90 minutos, logrando la extracción del 90% al 95% del total de la cera presente en las muestras, con un leve variación de recuperación de solvente que varía entre el 60% al 50% para el uso de heptano y de 55% al 45% para el uso de hexano, debido a la preferencia selectiva del bagazo de caña por atrapar el agua como compuesto de mayor afinidad, liberando el solvente para su posterior recuperación. El tratamiento de explosión de vapor muestra una reducción del tiempo óptimo de extracción a 75-80 minutos con una consecuente disminución de la eficiencia de obtención de cera debido al incremento de la humedad de las muestras tratadas y su posible pérdida antes de ser llevadas a extracción. La exposición de forma corta (50 Kpa/ 1 min y 100 Kpa/1 min) muestra ser una alternativa viable al disminuir el tiempo de proceso, manteniendo estadísticamente constante el contenido de cera obtenida y la cantidad de solvente recuperado de 55% a 53% para el uso de heptano y de 57% a 65% para el uso de hexano. El poder calorífico de las muestras tratadas se analiza después del proceso de extracción, observándose un incremento del poder calorífico desde su valor inicial de 4121.65 Kcal/Kg hasta 6060.67 Kcal/Kg para las muestras tratadas con hexano y 9751,47 Kcal/Kg para las muestras tratadas con heptano, lo que muestra la posibilidad de regenerar el bagazo tratado a línea de producción primaria de energía.

Palabras claves: Cera bruta, tratamientos, polar, apolar, percolación continua.

2. INTRODUCCIÓN

A nivel mundial existe una tendencia creciente de aprovechar al máximo los recursos proporcionados por la naturaleza y generar productos con características benéficas capaces de competir en un mercado, que cada vez requiere mayores beneficios para alcanzar al consumidor. Para esto se estudia los procesos agroindustriales de producción y transformación de la caña dentro de un ingenio azucarero para detectar procesos en los cuales se puede dar un mejor aprovechamiento a los recursos agroindustriales disponibles. Según esto se ha evaluado la oportunidad de extraer la cera y los metabolitos presentes en el bagazo de caña como una fuente alternativa de nuevos compuestos, debido a su poca investigación como un recurso viable para la generación de nuevas líneas de producción diferentes a las líneas tradicionales de generación de energía en su mayor parte y aplicaciones de menor uso (Ensinas *et al.*, 2007).

Entre los compuestos que se encuentran dentro de la caña de azúcar es encuentra la cera, la cual es un recurso degradable que se presenta dentro de las plantas pertenecientes al género *Saccharum* L., entre las cuales se encuentra la caña de azúcar, tal como se observa en la tabla 1.

Tabla 1. Clasificación taxonómica de la caña de azúcar.

Reino	<i>Plantae</i>
Subreino	<i>Tracheobionta</i>
Superdivisión	<i>Spermatophyta</i>
División	<i>Magnoliophyta</i>
Clase	<i>Liliopsida</i>
Subclase	<i>Commelinidae</i>
Orden	<i>Cyperales</i>
Familia	<i>Poaceae</i>
Género	<i>Saccharum</i> L.
Especie	<i>Saccharum officinarum</i> L.

Fuente: Dutra L. 2010.

La cera de la caña de azúcar puede aprovecharse dentro de los diversos flujos secundarios que se presentan en un ingenio azucarero, tal como la cachaza o el bagazo (Contreras *et al.*, 2009); sin embargo la utilización de la caña de azúcar (*Saccharum officinarum*) está centrada a producir azúcar, alcohol, energía y panela en ingenios azucareros y trapiches, dejando la investigación de cualquier otro producto relegada a una segunda línea. A pesar de esto, Colombia es uno de los 15 países con mayor producción de caña de azúcar, llegando a una producción 38.500.000 toneladas para el 2009 (FAOSTAT, 2010), como se muestra dentro de la tabla 2. A nivel regional la mayor producción se centra en el departamento del Valle del Cauca, el cual produjo 23.588.646 toneladas de caña molida para el 2009, lo que permite que se alcance una producción media de 2.600.000 toneladas de azúcar cruda destinadas principalmente para la producción de azúcar, alcohol y panela, con lo cual se estima una producción media de 800.000 toneladas de bagazo de caña de azúcar mensuales destinada a producción de energía en caldera y producción de papel (Asocaña, 2010).

Tabla 2. Producción de caña de azúcar a nivel mundial.

País	Toneladas cosechadas	Participación mundial
Brasil	671.395.000	40,41%
India	285.029.000	17,16%
China	116.251.272	7,00%
Tailandia	66.816.400	4,02%
Pakistán	50.045.400	3,01%
México	49.492.700	2,98%
Colombia	38.500.000	2,32%
Australia	31.456.900	1,89%
Argentina	29.950.000	1,80%
Estados Unidos	27.456.000	1,65%
Indonesia	26.500.000	1,60%
Filipinas	22.932.800	1,38%
Sur África	20.500.000	1,23%
Guatemala	18.391.700	1,11%
Egipto	17.000.000	1,02%
Resto del mundo	15.246.400	11,41%

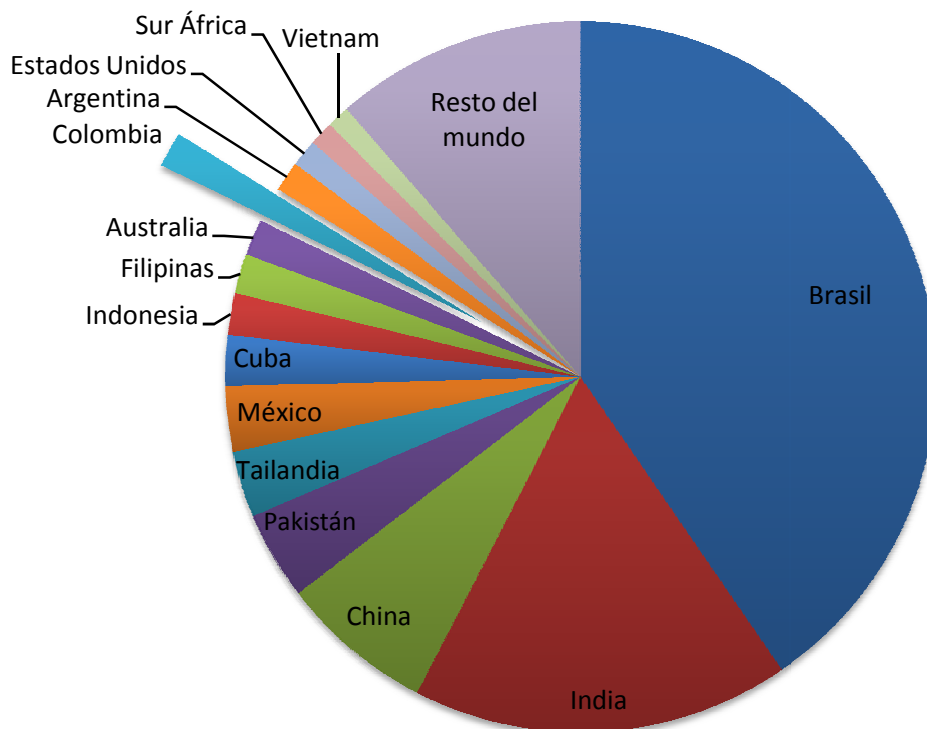


Figura 1. Producción de caña de azúcar a nivel mundial representadas en toneladas.

Además, Colombia ocupa uno de los grandes lugares en los cultivos con mayor extensión en el país después del café y el plátano con 379.505 hectáreas; siendo uno de los cultivos que a nivel mundial marca a Colombia como uno de los 15 principales países que presenta mayor territorio de siembra, tal como se muestra en la tabla 3., y a nivel territorial marca la economía de las regiones donde se siembra como es el Valle del Cauca.

En cuanto a la producción de bagazo de caña, una vez se procesa la caña de azúcar para la obtención de azúcar y etanol, no existen indicadores directos de su obtención, utilización o costos debido a la consideración que representa un producto de bajo valor económico. Además, la rápida producción y destinación de la mayor parte del bagazo hacia combustión en caldera para la obtención de vapor de agua a alta presión y energía eléctrica ha conllevado a pensar a que esta es la mejor forma de su utilización (Contreras *et al.*, 2009). Pero si se tiene en cuenta

que existe un tiempo de espera o retención mientras se almacena y reduce la humedad del bagazo de forma natural hasta su utilización en el proceso de combustión, es posible buscar y analizar su composición y evaluar usos potenciales de sus componentes como alternativa para la obtención de un nuevo producto o una nueva línea de producción que no interrumpa o interfiera con las líneas tradicionales de producción.

Tabla 3. Territorio cultivado con caña de azúcar a nivel mundial.

País	Hectáreas cultivadas	Participación mundial
Brasil	8514.370	35,81%
India	4420.000	18,59%
China	1707.582	7,18%
Pakistan	1029.400	4,33%
Tailandia	932.465	3,92%
México	710.585	2,99%
Cuba	434.700	1,83%
Indonesia	420.000	1,77%
Filipinas	404.000	1,70%
Australia	391.291	1,65%
Colombia	379.505	1,60%
Argentina	355.000	1,49%
Estados Unidos	353.659	1,49%
South África	314.000	1,32%
Vietnam	260.100	1,09%
Resto del mundo	213.446	13,25%

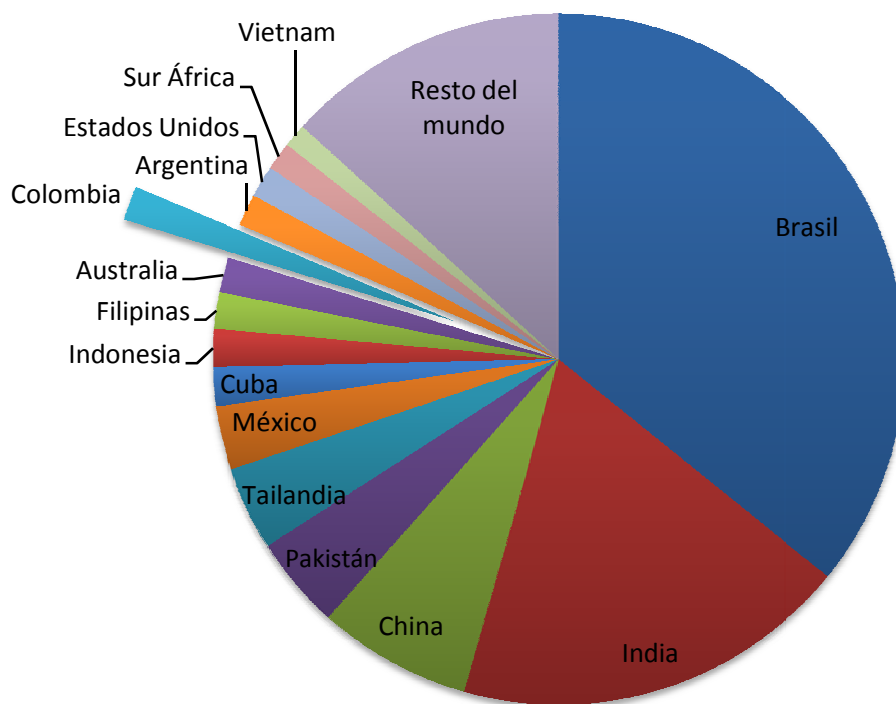


Figura 2. Territorio cultivado con caña de azúcar a nivel mundial representado en hectáreas.

3. MARCO DE REFERENCIA

3.1.CAÑA DE AZÚCAR

El azúcar procedente de la caña es el principal producto agrícola de todo país que incentiva este cultivo, convirtiéndose en el principal objetivo desde la siembra hasta el procesamiento; sin embargo, la industria del azúcar ha estado luchando en la actualidad por muchos retos y problemas. Muchos países como el caso de China, se ha enfrentado a problemas entre los cuales está la entrada de mercados internacionales que conllevan a la generación de productos de valor en base a residuos poco aprovechables en el bagazo, el concentrado de torta y la melaza (Wei *et al.*, 2004); En Nigeria, las condiciones climáticas que generan estrés vegetal y reducción en de la producción, han inducido la generación de nuevas variedades modificadas resistentes a estos problemas mediante el metabolismo de compuestos que han promovido la obtención de nuevos productos naturales en el jugo de caña con potencialidades de purificación y comercialización (Ishaq *et al.*, 2004).

La caña presenta múltiples metabolitos y sistemas de protección naturales que se conservan sin importar las variables surgidas a los procesos de cultivo, obtención o procesamiento de la caña, los cuales pueden determinarse por diferentes métodos y que se centran para investigaciones por sus propiedades funcionales en fitosteroles, ácidos grasos y polialcoholes, que por facilidad de proceso e implementación se estudian del jugo de caña, la caña cruda, cachaza, bagazo o cera para la obtención de nuevos recurso de valor (Duarte *et al.*, 2006). La mayoría de ellos presentan poder antioxidante y han sido estudiados contra la degeneración de tejidos y la estructura del ADN en microorganismos, por su capacidad de absorción de radicales de oxígeno, secuestrar radicales libres; poder reductor del antioxidante férrico y la protección de las membranas ante la

peroxidación lipídica (Kadam *et al.*, 2008). En general, se puede decir que el jugo de la caña de azúcar posee protección antioxidante en distintos niveles, elimina radicales y en la protección de membranas.

Los compuestos biológicos de la caña y sus propiedades, han tomado un creciente interés en la sustitución de los alimentos antioxidantes sintéticos por naturales, fomentando la investigación de nuevos antioxidantes, necesarios para evitar el deterioro celular y proveer propiedades anticarcinogénicas, antimutagénicas, antialérgicas y la actividad anti-edad, centrándose en la extracción de fuentes económicas o residuales de esta industria (Moure *et al.*, 2001). Dentro de la identificación de los compuestos que actúan, Duarte *et al.*, (2011) evaluó las cantidades de flavonoides (apigenina, tricicluteolina y derivados) y fenilpropanoides (ácidos caféico, clorogénico y cumárico) de los tallos de tres variedades de caña de azúcar, jugo crudo, jarabe, melaza y azúcar. En sus estudios encontraron diferencias tanto entre los perfiles fenólicos de los tallos de caña de azúcar y los productos de la caña de azúcar; sin embargo la actividad antioxidante de la mayoría de las muestras fueron similares o superiores a una solución 80 mM Trolox.

En la cachaza se ha estudiado ampliamente metodologías eficientes para la extracción y purificación de mezclas de cera microcristalina, alcoholes alifáticos primarios de alto peso molecular, fitosteroles y ácidos grasos, así como la determinación de la composición cualitativa y cuantitativa de dichas mezclas por métodos de difracción de rayos X (Phukan & Boruah 1999; Gupta *et al.*, 2011); por cromatografías de capa delgada y HPLC (Pérez *et al.*, 2005); por Cromatografía de gases (Martínez *et al.*, 2002); e incluso por métodos avanzados combinados que incluyen cromatografía iónica o cromatografía de masas (Walford *et al.*, 2002; Ensikat *et al.*, 2006; Rezanka *et al.*, 2006). Entre los estudios más destacados, Pérez *et al.*, (2005) evaluó la conversión directa de los esteroides de cachaza de caña de azúcar por *Mycobacterium sp* para lograr la extracción y purificación de fitosteroides evitando así la extracción del azúcar y aceite. De hecho, las células

micobacterianas fueron capaces de convertir fitosteroles de cachaza de caña de azúcar en 4-androsten-diona y el 1,4 androstadien-3,17-diona. Logrando conversiones similares a los de otros sustratos como una mezcla de fitosteroles. Los resultados sugieren que la célula micobacteriana es capaz de acceder de forma sencilla a los fitosteroles de la cachaza de caña.

Samprieto *et al.*, (2006) estudió la composición química de la caña en busca de compuestos relacionados con la defensa de la planta y un potencial farmacológico debido a que las fitotoxinas de caña y sus posibles mecanismos de inhibición del crecimiento que son en gran parte desconocidas. El fraccionamiento de los componentes fitotóxicos de caña de azúcar condujo al aislamiento de ácidos transferúlico, cis-ferúlico, vanílico y sirínigico. Siendo el ácido vanílico el más fitotóxico al inhibir de la actividad deshidrogenasa y la reducción del contenido de clorofila en las lechugas. Además la adición conjunta de ácido vanílico y los ácidos ferúlicos, abundantes en la fracción lixiviada y centrifugada como sobrenadante, presentan una actividad sinérgica al tener un modo de acción común.

3.2. BAGAZO DE CAÑA DE AZÚCAR

El bagazo de caña de azúcar ha sido tratado tradicionalmente como un residuo agroindustrial, al cual se le ha buscado usos industriales que conlleven a una utilización que impida su desperdicio y ha conllevado a desarrollos que han sido ampliamente estudiados, dado a que el bagazo de caña de azúcar, que es un material complejo de fibras, compuesto por cerca de 50% de celulosa, 25% de hemicelulosa y 25% de lignina. Debido a su abundante disponibilidad, que puede servir como un sustrato ideal para los procesos microbianos para la producción de productos con valor agregado, para producir alimentos para animales enriquecidos con proteínas, enzimas, aminoácidos, ácidos orgánicos (Teixeira *et al.*, 2007) y compuestos de importancia química como fertilizantes (Contreras *et al.*, 2009). A menudo es acompañado de procesos de tratamiento para mejorar los resultados

incluso en comparación de otros tipos de residuos ricos en fibra (Pandey *et al.*, 2000a; Pandey *et al.*, 2000b).

La principal utilización del bagazo de caña debido a su alto y continuo volumen de producción se emplea en procesos de generación de productos y energía por su alto poder calorífico (Lutz *et al.*, 1998). En estudios como los de Ensinas *et al.*, (2007) se ha estudiado ampliamente la utilización del bagazo de caña como fuente primordial de desarrollo de vapor, energía y etanol bajo cuatro diferentes tipos de conformación como modelos de desarrollo. También se busca siempre la eficiencia energética y el mejor aprovechamiento de la energía liberada (Pellegrini *et al.*, 2007), por lo cual se evalúa tratamientos de vacío y separación de cenizas por separación con ácidos antes de ser pirolisadas (Dasa *et al.*, 2004), parámetros como temperaturas y velocidades de pirolisis en materiales biológicos (Tsai *et al.*, 2006), hasta llegar a modelos de pirolisis que transforman el bagazo en una fuente de energía, bajo métodos que buscan cada vez más eficiencia y disponibilidad de utilización a largo plazo (Islam *et al.*, 2010).

La mayor aplicación del bagazo de caña como producto de valor involucra su conversión a etanol dentro de industrias que promueven su conversión como sustituto parcial del azúcar, con el objetivo de lograr la fermentación alcohólica y a la vez evitar o inhibir la producción de compuestos químicos desfavorables para los microorganismos y sus rutas metabólicas por diferentes procesos y tratamientos (Ferrer *et al.*, 2002; Cardona *et al.*, 2010). Entre ellos existen variaciones del proceso de Organosolv (Diasa *et al.*, 2009), desdoblamiento de la estructura fibrilar por explosión de vapor y su posterior hidrólisis bajo diferentes condiciones (Kaar *et al.*, Jeoh T. 1998; 1998; Laser *et al.*, 2002; Chen *et al.*, 2010; Ewanick *et al.*, 2011), aplicación conjunta con medios enzimáticos (Kling *et al.*, 1987; Carrasco *et al.*, 2010) y diversos métodos conjuntos que involucran la utilización fraccionada del bagazo en diferentes líneas paralelas (Paiva *et al.*, 2009; Diasa *et al.*, 2009).

Por la composición fibrilar del bagazo al igual que otros materiales biológicos, se ha investigado y generado una línea de procesamiento para la obtención de materiales industriales como muebles y artefactos basados en estos compuestos como alternativas para la creciente producción de bagazo no utilizado en procesos de combustión en caldera (Wei *et al.*, 2004). Lo cual ha llevado a investigaciones y desarrollos como los de Xua *et al.*, (2009), quienes evaluaron la estabilidad que proporciona el bagazo según el tamaño de partícula y el porcentaje que se incluye dentro de los materiales fabricados en combinación con cera o resina conlleva a una mayor tensión mecánica y mayor resistencia a daños por agua. De igual manera Kokta *et al.*, (1998), investigaron e implementaron la tecnología para producción de papel en compuestos lignocelulósicos bajo combinación de parámetros de tiempo, temperatura y presión en sustitución de tratamientos químicos que conllevan al desdoblamiento y separación de las fibras largas útiles industrialmente.

Cheng *et al.*, (2008) y Carasco *et al.*, (2010) buscaron la obtención de pentosas a partir de las estructuras de celulosa y hemicelulosa del bagazo de caña mediante utilización de tratamientos ácidos de hidrolisis con combinaciones de ácido sulfúrico/ácido acético y solo ácido sulfúrico respectivamente, además Boussarsar *et al.*, (2009), implementaron altas temperaturas de reacción en compensación de la disminución de la concentración de ácido utilizado para alcanzar la energía de activación y lograr la misma tasa de degradación. Logrando la obtención de azúcares reductores (principalmente xilosa) con una máxima recuperación de los ácidos empleados en la etapa de regeneración (de 87% a 90%) y el control con cal para los remanentes de ácido, lo que inhibe la formación de compuestos tóxicos furfural y 5-hidroximetilfurfural, indeseables cuando se busca una alternativa para su posterior utilización en procesos de fermentación mediante utilización de levaduras.

Las aplicaciones biotecnológicas para las cuales se puede aplicar el bagazo de caña como sustrato de obtención de metabolitos o compuestos de alto valor cada

vez toman más apogeo, entre las cuales se destacan estudios de Laopaiboon *et al.*, (2010), quienes aplicaron tecnologías combinadas de ácidos, tiempos y temperaturas para lograr hidrólisis a glucosa, xilosa, arabinosa entre otros compuestos, con una mínima obtención de furfural, incapaz de inhibir la producción de ácido láctico a partir de *Lactococcus lactis*. Estudios de Ewanick *et al.*, (2011), quienes utilizan procesos combinados de secado, pretratamiento con vapor, hidrólisis con ácido y fermentación con *Panicum virgatum* para obtener conversiones desde 18% a 28% de etanol, siendo mayor en las muestras no secadas con agregación de SO₂, lo que indica que el efecto positivo de mayor contenido de humedad puede estar relacionado con aumento de la permeabilidad de la biomasa de SO₂. Khosravi-Darani & Zoghi (2008) aplicaron la fermentación en estado sólido con tratamiento previo con ácido, alcalino y urea en bagazo de caña de azúcar para la producción de ácido cítrico utilizando *Aspergillus niger* ATCC 9142, mostrando una viabilidad al a efectuar el proceso con urea como el tratamiento más influyentes para aumentar la producción de ácido cítrico con 137,6 g/kg de bagazo de caña seca y un rendimiento de ácido cítrico al 96%.

Mulinari *et al.*, (2009) investigaron el uso de fibras naturales de bagazo de caña como refuerzo de termoplásticos de bajo costo en la fabricación de polietileno de alta densidad, con posibilidad de protección del medio ambiente y disponibilidad local. Los resultados mostraron que la modificación de la celulosa del bagazo mejora la adhesión interfacial entre la fibra y la matriz, aumentando su resistencia, reduce la elongación compuestos de 15% y aumenta su módulo de elasticidad en más de un 38%, lo que produce biopolímeros de mayor durabilidad y menor daño ambiental.

3.3. TRATAMIENTO DE EXPLOSIÓN DE VAPOR

La aplicación directa de vapor de agua conlleva a distintas reacciones físicas de las estructuras complejas de polisacáridos compuestos por celulosa, hemicelulosa

y lignina, entre las cuales se puede obtener desde la hidratación de las fibras, pasando por el desdoblamiento de las estructuras e incluso permitiría alcanzar la energía necesaria para logra la separación y ruptura química molecular (Kokta *et al.*, 1998); lo cual según la finalidad deseada se ha estudiado ampliamente para alcanzar procesos eficientes que involucran manejo de tiempos, temperaturas, catalizadores y presiones (Kokta *et al.*, 1998), hasta implementar pretratamientos de homogenización para alterar la microestructura de bagazo y permitir una mayor conversión (Chen *et al.*, 2010).

Jeoh T. (1998) estudio los efectos de la explosión de vapor como una alternativa para la reutilización fibras desechadas dentro del proceso de selección del algodón, utilizando el proceso de explosión de vapor para alterar y facilitar la apertura de las cadenas altamente ramificadas. El proceso dio como resultado un incremento en la facilidad de hidrólisis y fermentación posterior, obteniendo un incremento en la concentración de un 24,1% sobre el proceso sin pretratamiento, hasta conseguir una conversión de 52,3% a glucosa y xilano, que posteriormente se fermentan a etanol con una conversión máxima de 83,1%.

Chen *et al.*, (2010) estudió el efecto de utilizar la explosión de vapor de ultra-alta presión) en un homogenizador a 125° C durante 120 minutos, consiguiendo la disminución significativa del tamaño de las partículas y alterar la microestructura de bagazo, que se cambió de una rígida y muy ordenada estructura fibrilar a una distorsión, poliporoso y "de interior vacío". Este fenómeno se reflejó en la disminución de los índices de cristalinidad de 54,8% (0 MPa) a 45,3% (100 MPa), y el aumento de la superficie accesible de bagazo de casi 3 veces, incrementando la digestibilidad enzimática del 29,5% (0 MPa) a 59,4% (100 MPa), siendo un proceso libre de ácidos altamente viable para la fermentación.

Ballesteros *et al.*, (2011), estudiaron el efecto de aplicar el tratamiento sobre la biomasa de la poda del olivo, como una materia prima adecuada para la producción de etanol debido a su alto contenido de carbohidratos potencialmente

fermentables. Sin embargo, su alto contenido de extractos, podría causar reacciones de condensación entre extractos y la lignina insoluble en ácido durante el tratamiento previo, lo que dificulta la hidrólisis enzimática de materiales pretratado. Teniendo como resultado las mejores condiciones de proceso al aplicar una etapa de extracción de agua como pre-tratamiento y condiciones de tratamiento en 187°C y 30 minutos para obtener más del 90% del total de glucosa y alrededor del 80% de xilosa.

3.4. MÉTODOS DE EXTRACCIÓN Y SOLVENTES

Los métodos de extracción de cera procedente de la caña de azúcar fueron estudiados por Díaz *et al.*, (2000a), quienes se centran en la utilización de la cachaza como fuente principal de cera a nivel industrial. En su estudio determinaron las principales variables como la naturaleza y la relación de la cachaza y solvente empleado (relación 1:3 a 1:5 de cachaza:heptano), temperatura de extracción (75° - 80° C), velocidad de agitación (400 rpm) y tiempo de extracción (una hora) para una óptima extracción. Todos estos parámetros se han estudiado, siendo la temperatura de extracción del solvente el parámetro más relevante en una extracción líquido-líquido, debido a que entre más cercana sea la temperatura de operación a la temperatura de ebullición del solvente, existe una mayor velocidad de equilibrio y de extracción (Díaz *et al.*, 2000b).

García *et al.*, (2003) evaluaron la extracción de la cera atrapada en la cutícula de la caña para su adaptación en una planta industrial en lotes de pequeño volumen a partir de la torta de cachaza para la producción de cera destinada al sector farmacéutico. Sus resultados se analizaron en tres clases de solventes orgánicos: Éter de petróleo, Tricloroetileno y Tolueno, con eficiencias de extracción del 4.71%, 4.18% y 3.73% respectivamente. El material ceroso extraído fue caracterizado por técnicas de determinación de índices físico-químicos y por

cromatografía gaseosa, mostrando que la cera de mayor punto de fusión y dureza fue la obtenida con tolueno, el cual es el solvente de mayor punto de ebullición.

Los métodos más actuales de investigación en extracción de cera se han evaluado mediante utilización de fluidos supercríticos, para ello Athukorala & Mazza (2010) evaluaron el poder de extracción de la cera de triticale (*Triticosecale wittmack*), mediante la utilización de dióxido de carbono y hexano supercríticos a condiciones de 70°C y caudal de 50 g/min a diferentes presiones (250, 300, 350 y 400 bar). En su estudio encontraron que la cera extraída presenta un punto de fusión más alto y una buena estabilidad a la oxidación en comparación a la extracción Soxhlet. Además, comparte similares características térmicas y espectrales con ceras comerciales con una composición principalmente de glicanos (60,4%), lignina (18,3%), cenizas (7,2%), acetilos (2,1%), ácidos urónicos (1,5%) y compuestos no identificados (14,1%).

3.5. CERA Y DERIVADOS DE LA CAÑA DE AZÚCAR

La cera procedente de la caña de azúcar se puede definir como una combinación química de varios metabolitos que han sido ampliamente estudiados e identificados para llegar a su identificación por medio de cromatografía de gases (Stranky *et al.*, 2006) y cromatografía HPLC (Dutra L. 2010), que se muestran en la tabla 4. Esta mezcla de compuestos sirven como protección biológica contra ataques medioambientales y procesos aislamiento y bloqueo por medio de las propiedades lipídicas que aportan resistencia contra infecciones, aislamiento contra pérdidas de humedad y estabilidad térmica (Kent J. A. & Riegel, 1963), además estas propiedades de resistencia se manifiestan en una amplia selección de clones o variedades de caña (variedades agrícolas para producción de azúcar), siendo su mayor concentración se encuentra en la superficie del tallo, representada por catorce componentes identificados comunes a todas las

variedades investigadas (siete aldehídos, cinco alcoholes y dos alcanos) (Purcell *et al.*, 2005).

Tabla 4. Composición química de la cera vegetal extraída de la caña de azúcar.

Compuesto	Estructura	Número de carbonos
n-alcanos	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_x\text{CH}_3$	21 a 35 C – número impar
Alquil ésteres	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_x\text{COO}(\text{CH}_2)_y\text{CH}_3$	34 a 62 C – número par
Ácidos grasos	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_x\text{COOH}$	16 a 32 C – número par
Alcoholes grasos (primarios)	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_y\text{CH}_2\text{OH}$	22 a 32 C – número par
Aldehídos	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_y\text{CHO}$	22 a 32 C – número par
Cetonas	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_x\text{CO}(\text{CH}_2)_y\text{CH}_3$	23 a 33 C – número impar
Alcoholes grasos (secundarios)	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_x\text{CHOH}(\text{CH}_2)_y\text{CH}_3$	23 a 33 C – número impar
β -dicetonas	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_x\text{COCH}_2\text{CO}(\text{CH}_2)_y\text{CH}_3$	27 a 33 C – número impar
Triterpenóides		
Esteroles, alfa-amirina, beta-amirina, uvaol, eritrodol		
Ácidos triterpenóicos Ácido ursólico, ácido oleanólico, entre otros.		

Fuente: Dutra L. 2010.

La identificación de los componentes de la cera ha sido reportada en varios estudios, los cuales inicialmente se basaron en principios de separación de ceras aromáticas derivadas del petróleo, debido a la similitud de propiedades físicas presentes entre las ceras (Lu *et al.*, 2008). El método planteado conlleva uno de los métodos más desarrollados y utilizados a nivel de la industria petrolera, basándose en la utilización de cromatografía de capa fina con detector de ionización y en el desarrollo de dos etapas con dos disolventes. El principio del método de ensayo es el primero en ácidos grasos saturados, separados de otros componentes más polares sobre la base de una buena solubilidad de ácidos grasos saturados en la fuerza de n-heptano y débiles de la interacción con un adsorbente (sílice), para posteriormente separar la cera de la fracción de saturación con un solvente pobre a una temperatura baja.

Remedios *et al.*, (2001b) evaluó la viscosidad de las fracciones cera cruda, cera refinada y resina de caña, obteniendo un comportamiento de flujo del tipo plástico Bingham, aunque con un esfuerzo cortante inicial relativamente pequeño. Los valores de la viscosidad de estas fracciones aumentan con el incremento del contenido de resina. Los mayores cambios de las propiedades de flujo se obtienen entre 80 y 85°C, lo cual se atribuye al efecto de la fusión de la fracción cerosa de la resina (con temperatura de fusión entre 77 y 88° C), y desde 85 a 99° C el comportamiento con la temperatura es lineal (Remedios *et al.*, 2001a). Con este trabajo se ha demostrado que estos materiales experimentan un comportamiento no-newtoniano, pudiendo ser ajustados a un plástico Bingham, donde la viscosidad depende de la temperatura, de la composición y del gradiente de velocidad aplicado.

A partir de esto se destacan estudios de Balcinde *et al.*, (2005), quienes implementaron metodologías sencillas de separación por cromatografías de capa delgada de comparación para identificar los fitocompuestos; Ensikat *et al.*, (2006), utilizan difracción de rayos X para lograr determinar la concentración, aislamiento y clasificación de los ácidos grasos y alcoholes cristalinos que en su mayor parte representan estructuras ortorrómbicas; e incluso De Lucas *et al.*, (2007) estudiaron la implementación de extracción supercrítica con CO₂ para la obtención de alcoholes de cadena larga de la cera y su posterior saponificación para conservarlas, con ello demostró que el proceso es altamente viable y en condiciones definidas de presión (P = 350 bar), temperatura (T = 100° C) y cantidad de hidróxido (20% de KOH / cera cruda) para obtener extractos altamente refinados 78,24% (p/p), en comparación al rendimiento de extracción con solventes orgánicos, 22,00% (p/p).

A nivel industrial la extracción de la cera ha sido muy estudiada para la generación de nuevos recursos derivados de la caña en cada uno de los países que se ha implementado este cultivo. De estos procesos se han derivado en la generación de patentes de uso que involucran la protección sobre las investigaciones en cada

país, como es el desarrollo de metodologías industriales para la extracción y purificación de la cera a partir de la torta retenida de la cachaza, desarrollada en Sur África y patentada en Estados Unidos (Lake A. *et al.*, 1976) e incluso metodologías de extracción y fraccionamiento desarrollado en Cuba (Verdecia *et al.*, 1987), basada en estudios sobre la influencia de varios parámetros fundamentales como son la humedad de la cachaza, temperatura, tiempo y relación solvente-alimentación en el proceso de obtención de cera cruda a partir de la cachaza, resultado del proceso de fabricación de azúcar de caña

3.6. APLICACIONES DE LA CERA DE CAÑA DE AZÚCAR

La cera de vegetales, tradicionalmente ha sido usada como compuestos sustitutos de bajo valor comercial en productos no derivados del petróleo, como es el caso de cera cruda. Sin embargo en estudios de Avila *et al.*, (2007) se citan los usos potenciales de a cera tanto en su forma cruda (En aplicación a metales para prevenir el ataque corrosivo, emulsiones para tratamiento de pieles, lubricantes en fundición de aluminio, separador de moldes en confección de plásticos reforzados, tratamiento de pieles, entre otras), cera refinada (En fabricación de betunes, emulsiones autolustrantes para recubrimiento de cítricos, crayones labiales, pegamento de fusión en caliente, pulimento para tabletas, pisos, emulsiones, tintas para papel, entre otras), aceites (En producción de plastificante, antiespumante par la industria fermentativa, entre otras), sustituto (De cera de carnauba y cera de abejas) o como cera procesada (Utilizada en la fabricación de compuestos farmacéuticos como policosanol, mediante la reacción de saponificación de los alcoholes alifáticos de la cera con hidróxidos).

Ledón *et al.*, (2007) evaluaron la obtención de una mezcla de ácidos grasos obtenidos a partir del aceite de cera de caña de azúcar, en el cual los componentes principales son palmítico, oleico, linoleico y linoléico. Se evaluó en dos modelos de inflamación: artritis y psoriasis inducida. Los efectos anti-

inflamatorios mostraron ser efectivos y pueden ser debido a sus efectos inhibitorios sobre el metabolismo del ácido araquidónico, siendo un gran desarrollo en los efectos anti-inflamatorios de la caña de azúcar.

La cera de caña es objeto de interés no solo por su utilización industrial, sino también por su composición química, debido a que se utiliza como materia prima para obtener una mezcla natural de alcoholes y ácidos alifáticos superiores primarios purificados de la cera de la caña de azúcar denominados D-003 (Dutra L. 2010). En los estudios de Molina *et al.*, (2003), evaluó a la mezcla D-003 en la inhibición de trombosis arterial inducida y sobre los niveles plasmáticos de dos metabolitos del ácido araquidónico, siendo efectiva su utilización en 25 y 200 g/kg peso, por lo tanto D-003 redujo significativamente el peso de un trombo venoso inducido experimentalmente en ratas.

Tillán *et al.*, (2002) investigaron estos compuestos como suplemento para reducir la hipercolesterolemia y para la prevención de la arteriosclerosis. D-003 cuyo principal componente es el ácido octacosanoico seguido por los ácidos triacontanoico, dotriacontanoico y tetratriacontanoico inhibe la agregación plaquetaria y la trombosis arterial inducida experimentalmente en una manera dosis-dependiente.

La aplicación más avanzada y de mayor impacto basada en la extracción de la cera de caña de azúcar se fundamenta en la obtención de policosanol, el cual se define como un ester saponificado de ácidos grasos con capacidad de reducir el colesterol sanguíneo por su baja densidad de lipoproteínas (Gouni *et al.*, 2001; Wright *et al.*, 2005; Viola *et al.*, 2008). El policosanol es ampliamente utilizado para la prevención de la hipercolesterolemia cardiaca, debido a su mayor facilidad de procesamiento y estadísticamente con resultados iguales a la utilización de probucol (medicamento tradicional para la prevención de la enfermedad) (Pons *et al.*, 1997). Además Leguizamón *et al.*, (2009) evaluaron la extracción de los ácidos grasos por otros métodos de extracción en otras fuentes biológicas como cera de

abejas y los extractos de trigo (Irmak *et al.*, 2006), el sorgo y el maíz, demostrando que el maíz presenta una mayor concentración en la extracción con las mismas características farmacológicas. Sin embargo también se ha estudiado los posibles efectos negativos del policosanol, donde Fernández *et al.*, (1998); Más *et al.*, (1999) demostraron en sus estudios clínicos aparte de las propiedades benéficas, la presencia de efectos adversos en un fracción de los pacientes tratados (menor al %), como pérdida de peso y reacción antiplaquetaria en la sangre.

4. JUSTIFICACIÓN

El bagazo de caña representa una fuente alternativa para la extracción de compuestos que poseen una amplia gama de usos y que actualmente no son separados y purificados por el poco conocimiento de los métodos de separación para este material o por los tiempos de separación que evitan la implementación en línea a nivel industrial, por lo cual el bagazo se destina directamente a procesos de combustión y producción de energía en caldera o como materia prima para procesos secundarios de productos a base de fibra o material lignocelulósico como papel, cartón o muebles varios.

En la búsqueda de una mejor utilización de estos recursos potenciales, se pretende evaluar el proceso de explosión de vapor como un tratamiento previo para lograr el desdoblamiento fibrilar y el consecuente aumento de la tasa de extracción del extracto etéreo (representado principalmente por ceras, pigmentos, y esteroides) que implicaría la disminución del consumo energético en la extracción y la posibilidad de implementación en línea de proceso.

Además si se piensa en la posible adecuación de un proceso productivo se debe considerar la utilización de un solvente de alto poder de extracción, el cual se debe caracterizar simultáneamente por una alta tasa de recuperación y muy posiblemente alto costo de uso. Por lo cual surge la alternativa de utilizar un solvente afín a los compuestos del bagazo (de alto costo) en mezclas con un solvente no miscible (de bajo costo) con la finalidad de obtener una máxima recuperación de la cera y reducir el consumo de solventes.

5. OBJETIVOS

5.1. OBJETIVO GENERAL

Evaluar el proceso de extracción de cera en el bagazo de caña mediante métodos de mejoramiento tanto en el material biológico como en los solventes para alcanzar las condiciones más eficientes de extracción.

5.2. OBJETIVOS ESPECÍFICOS DE LA EXTRACCIÓN DE CERA DE CAÑA

Determinar el tiempo óptimo de proceso de extracción utilizando los solventes n-heptano y n-hexano, mediante un método combinado que involucra solventes en estado gaseoso y líquido denominado percolación continua en dos fases.

Evaluar la extracción de cera cruda a partir del tratamiento de explosión de vapor en bagazo de caña de azúcar mediante diversas combinaciones de presiones de vapor y tiempos de contacto y el tratamiento de combinación de mezclas de solventes hexano/agua y heptano/agua.

Calcular el cambio del poder calorífico del material sometido al proceso experimental, debido a extracción de la cera bruta y a la presencia de los solventes remanentes dentro de la estructura del bagazo de caña de azúcar.

6. MATERIALES Y MÉTODOS

6.1.LOCALIZACIÓN

Este estudio se llevó a cabo en la ciudad de Palmira (Valle del Cauca) con una temperatura promedio de 24° C a 28° C, humedad relativa de 75% y una altura de 1001 msnm. Los estudios y análisis efectuados se realizaron en su totalidad dentro de las instalaciones de la Universidad Nacional de Colombia sede Palmira. La realización de los análisis de determinación del contenido proximal y poder calorífico del bagazo de caña de azúcar se realizaron en el Laboratorio de Nutrición Animal. La realización del tratamiento de explosión de vapor se realizó en el Laboratorio de Operaciones Unitarias. La realización de los análisis y determinaciones correspondientes a la mezcla de solventes, de extracción de cera y recuperación de solventes se realizaron en el Laboratorio de Fitoquímica.

6.2.MATERIAL BIOLÓGICO

El bagazo de caña de azúcar fue obtenido de la planta del Ingenio Providencia S.A., el cual fue conservado en envases de vidrio sellados hasta su correspondiente utilización. El bagazo presenta un periodo útil de hasta 10 días para la utilización de las pruebas, posterior a este periodo se inician procesos de degradación microbiana y presencia de hongos por lo cual se desecha las muestras y se procede en la obtención de muestras frescas.

6.3.REACTIVOS

Los reactivos heptano marca "Honeywell" y hexano marca "Chemi" utilizados para la experimentación son de grado analítico y se conservaron sellados hasta su utilización. Además los solventes recuperados se utilizaron como método de reducción de consumo global de solventes durante la experimentación. El agua

utilizada para la preparación de las mezclas de solventes se destiló y una vez separada y recupera no se regeneró al proceso.

6.4. CARACTERIZACIÓN DEL BAGAZO DE CAÑA DE AZÚCAR

6.4.1. Determinación del contenido de materia seca y humedad

Se determinara utilizando el método AOAC No. 934,01 (AOAC, 1990). En el cual se somete una muestra representativa del bagazo a secar en un horno a 60° C para poder determinar la materia seca inicial a 60° C y posteriormente se coloca en una mufla a calentamiento a 105° C para poder calcular la materia seca a 105° C. La materia seca analítica del bagazo se consigue multiplicando los resultados fraccionarios de materia seca a 60 C y 105° C.

6.4.2. Determinación del contenido de cenizas

Se determinara utilizando el método AOAC No. 942,05 (AOAC, 1990). Se realiza mediante el calentamiento de una muestra de bagazo seco a 60° C de peso entre 3 a 5 gramos en una mufla a 500° C. El peso final de la muestra sobre el peso inicial corresponde a la cantidad de cenizas presentes en el bagazo de caña.

6.4.3. Determinación del contenido del extracto etéreo

Se determinara utilizando el método AOAC No. 920,39 (AOAC, 1990). Se realiza mediante la utilización de un equipo extractor Soxhlet, compuesto de un balón de 250 ml, una cámara de contacto y un serpentín de condensación en la parte superior. En el balón se coloca el solvente éter y se calienta hasta su evaporación obligándolo a pasar por la cámara en la cual se coloca un dedal con la muestra previamente en pesada de 5 a 10 gramos. El éter entra en contacto llevando consigo todos los compuestos apolares, tales como grasas, aceites, ceras,

colorantes y esteroides, los cuales pasan al serpentín y se condensan junto al solvente, el cual cae de nuevo al balón y renueva su ciclo de extracción, dejando el extracto etéreo dentro del balón. El proceso se realiza durante cuatro a seis horas en continuo hasta extraer la totalidad del extracto etéreo. El contenido del extracto etéreo del bagazo, se obtiene relacionando el peso del extracto obtenido entre el peso inicial de la muestra.

6.4.4. Determinación del contenido de proteína total

Se determinara el contenido de nitrógeno total Kjeldahl(Kjeldahl, 1883).Este método consiste en la liberación y cuantificación del contenido del nitrógeno presente en una muestra de peso entre 2 a 5 gramos. Inicialmente se somete la muestra a hidrólisis ácida en presencia del catalizador de Kjeldahl y ácido sulfúrico (H_2SO_4) al 96% durante una hora a $450^{\circ} C$, produciendo sulfato de amonio ($(NH_3)_2SO_4$). El sulfato de amonio se hace reaccionar en una segunda etapa con hidróxido de sodio (NaOH) y vapor de agua para recuperar el amoníaco (NH_3), el cual en una tercera etapa se hace reaccionar con ácido bórico (H_3BO_3) para producir borato de amonio ($NH_4H_2BO_3$). En una cuarta etapa se hace reaccionar el borato de amonio con ácido clorhídrico (HCl) al 0.1 de Normalidad para producir Cloruro de amonio (NH_4Cl). Finalmente se titula utilizando como indicador rojo de metilo y verde de bromocresol, los cuales cambian de color verde a rojo una vez lleguen al punto de titulación.

El porcentaje de nitrógeno corresponderá al volumen de ácido utilizado para la titulación por su normalidad por los miliequivalentes de nitrógeno dividido entre el peso de la muestra por su correspondiente porcentaje de materia seca. El porcentaje de nitrógeno para el bagazo de caña corresponde a la multiplicación del porcentaje de nitrógeno por el factor de corrección de 6.38.

6.4.5. Determinación del contenido de fibra

Se determinara utilizando el analizador de fibras ANKON 200/220 (Leterme y Estrada, 2010). Se realiza mediante lavados continuos con acido sulfúrico e hidróxido de sodio, colocando las muestras de bagazo de 5 a 10 gramos en bolsas de nylon según el método de Ankom. Para determinar Fibra detergente neutra **(FDN)** compuesta por lignina, celulosa, hemicelulosa y cenizas; se agrega 250 ml de H_2SO_4 0.255N y se calienta por 30 minutos. Posteriormente se lava con agua caliente hasta que la muestra no presente residuos ácidos y se repitió el procedimiento con NaOH 0.313 N. Para determinar la Fibra detergente acida **(FDA)**, compuesta por lignina, celulosa y cenizas se somete de nuevo las muestras a continuos lavados con acetona, utilizando un equipo ANKOM. Por último se determina la Lignina detergente Acida compuesta por lignina y cenizas mediante un continuo lavado con H_2SO_4 al 98% y su posterior secado para remover la humedad de la muestra final. Los contenidos individuales de hemicelulosa y celulosa se determinan mediante las respectivas diferencias de los valores FDN menos FDA y FDA menos lignina.

6.4.6. Determinación del contenido de energía bruta o poder calorífico

Se determinara utilizando el método de calorimetría (Leterme y Estrada, 2010). En este método se utiliza una bomba calorimétrica que consta de una cámara de combustión de acero inoxidable, rodeada de un contenedor con dos kilogramos de agua. El método consiste en medir el cambio de temperatura ocasionado por la combustión de un gramo de muestra de bagazo. El valor de la energía bruta se calcula multiplicando el salto de temperatura por el factor de calibración del equipo (2387.03 Cal/°C) menos un factor de corrección debido a la energía de la mecha y dividido entre el peso de la muestra por el porcentaje de materia seca. La determinación del poder calorífico se realiza tanto para las muestras sin tratar

antes del proceso de extracción y para las muestras tratadas con los dos solventes una vez terminado el proceso.

6.5. PROCESO DE EXTRACCIÓN

Para la realización del proceso de obtención se cera se sigue un modelo de evaluación de tratamientos independientes entre ellos, como se muestra en la figura 3, los cuales se estudian en relación a la cantidad máxima de cera posible a extraer y se comparan con relación a los solventes de extracción puros utilizados en bagazo de caña sin realización de ningún tratamiento.

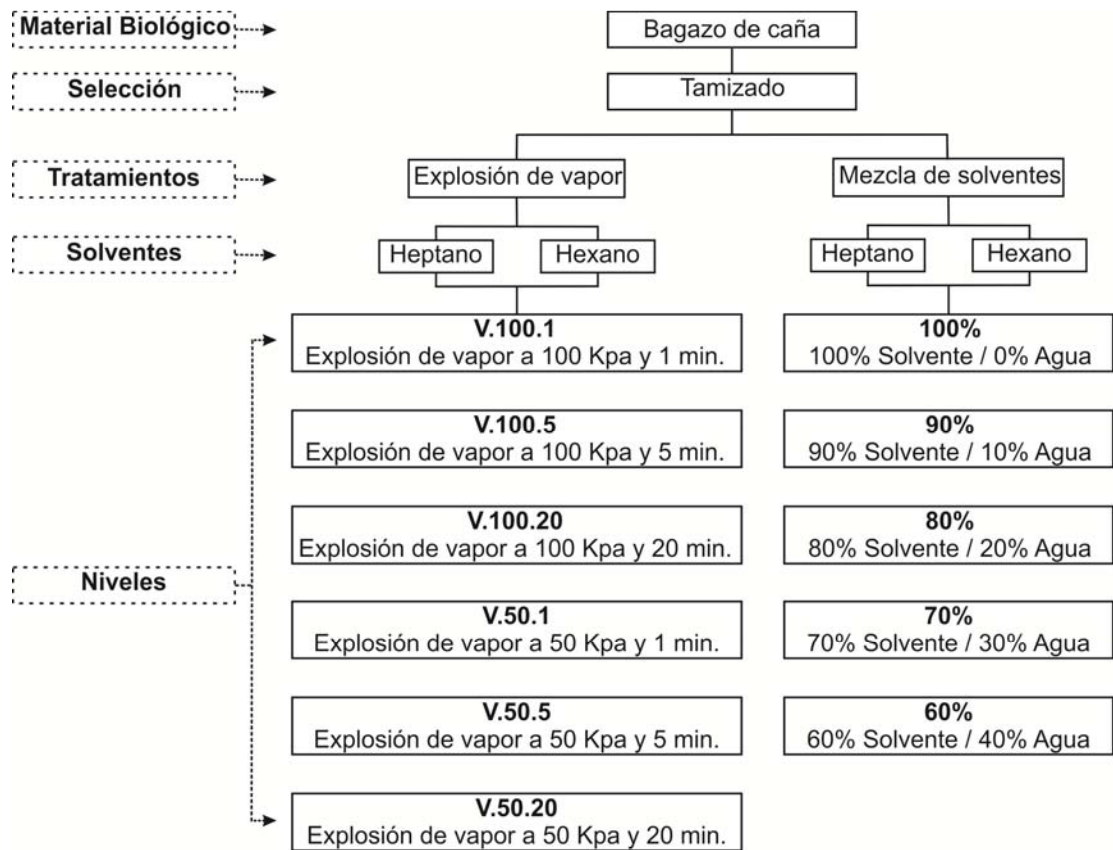


Figura 3. Esquema descriptivo general del proceso de extracción.

6.5.1. Homogenización del material biológico

El bagazo de caña de azúcar fue llevado a procesos tamizado diferencial antes de su utilización en el tratamiento de vapor o en los tratamientos de extracción. Se utilizó un juego de tamices Standar Tyler, para separar los diferentes tamaños de las muestras. El procedimiento se realizó con agitación constante durante un tiempo de 5 minutos y posterior selección de los tamices. Para la investigación se opta por seleccionar las muestras procedentes de los tamices 4, 8, 16, 30 de forma conjunta; mientras que los tamices 60, 80 y el fondo se descartan para evitar la posible contaminación de los extractos obtenidos.

6.5.2. Tratamiento de explosión de vapor

La aplicación del proceso de explosión de vapor fue realizada en un extractor de aceites de 10 litros ubicado en el Laboratorio de Operaciones Unitarias de la Universidad Nacional sede Palmira (ilustrado en el anexo A). El extractor fue modificado de forma que funcionara como un reactor de vapor a alta presión con un escape de vapor condensado para el control de la presión. El tiempo de explosión inicia una vez se llegaba a la presión deseada y se termina mediante liberación rápida de la presión interna utilizando el escape de vapor condensado. Las condiciones que se manejarán para el proceso de explosión consisten en las siguientes combinaciones:

- 50 Kpa / 1 minuto [V.50.1]
- 50 Kpa / 5 minutos [V.50.5]
- 50 Kpa / 20 minutos [V.50.20]
- 100 Kpa / 1 minuto [V.100.1]
- 100 Kpa / 5 minutos [V.100.5]
- 100 Kpa / 20 minutos [V.100.20]

Una vez las muestras son sometidas al proceso de explosión de vapor y llevadas al proceso de extracción, se realiza un análisis de materia seca mediante una balanza de humedad Mettler Toledo (HB43-S Halógena) para determinar el nivel de agua ganada debido a la inyección de vapor directo.

6.5.3. Tratamiento de mezclas de solventes heptano/agua y hexano/agua

Las mezclas de los solventes heptano, hexano y agua se realizaron utilizando los solventes heptano y hexano como los compuestos más apolares referentes de extracción en combinación de agua como solvente polar. El proceso de combinación se realiza en una relación másica de solventes a bagazo de 2:1 con la finalidad de reducir la inversión de solventes polares en el proceso. Las combinaciones se llevan a cabo en las relaciones de sustitución de hexano/agua y heptano/agua en relaciones másicas:

- 100% Solvente / 0% Agua [100%]
- 90% Solvente / 10% Agua [90%]
- 80% Solvente / 20% Agua [80%]
- 70% Solvente / 30% Agua [70%]
- 60% Solvente / 40% Agua [60%]

6.5.4. Proceso de extracción y purificación

La extracción se realiza por medio de un sistema de percolación que permite el recorrido continuo de solvente tanto en estado líquido como gaseoso. El principio inicial del proceso consiste en la utilización de las propiedades del solvente en estado gaseoso que presenta un mayor poder de solvatación y extracción desde el interior hacia la superficie del material, en forma conjunta con el solvente en

estado líquido que posee un mayor poder de separación y retención de los metabolitos. El proceso se realiza de forma continua en un ciclo cerrado que permite la retención de los metabolitos en la fase líquida y regeneración del solvente al proceso, libre de metabolitos o de los compuestos de interés. El tiempo de proceso se inicia a partir del surgimiento de burbujas que indican la formación de una fase gaseosa del solvente y una vez terminado se interrumpe el suministro de calentamiento y se espera quince minutos para alcanzar el enfriamiento de las muestras y el retorno de la mayor cantidad de solvente posible.

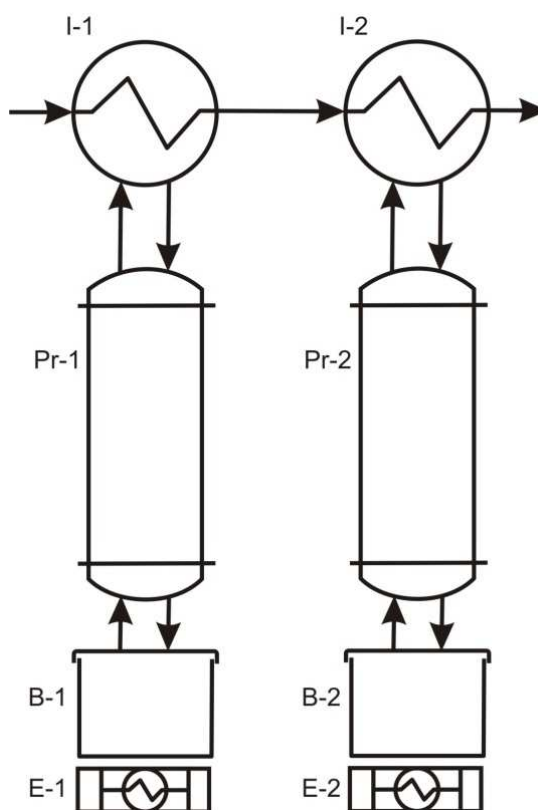


Figura 4. Diagrama del proceso de percolación continua utilizado para dos percoladores conectados en serie a través de el flujo de agua de condensación.

El equipo de extracción consta de un sistema de calefacción eléctrica (E-1;E-2) que permite la evaporación del solvente contenido en balones de vidrio (B1; B2) y el contacto con el material de interés mediante la utilización de dos percoladores de vidrio (Pr1; Pr2), conectados de forma conjunta a dos condensadores en serie

en su parte superior (I1; I2), tal como se muestra en la figura 4, lo cual permite el recorrido constante de solvente de forma ascendente en estado gaseoso y descendente en estado líquido mientras el sistema de calefacción es te activo, una vez se determina el tiempo límite del proceso y se detiene el suministro de calor, el solvente que recorre los condensadores y percoladores se regenera a los balones contenedores de solvente y metabolitos.

Los equipos utilizados son de características genéricas y regulares para su identificación, exceptuando los percoladores (Pr1, Pr2), los cuales fueron diseñados para adaptarse a las condiciones de la densidad aparente del material y contener muestras de 75 gramos y 100 gramos (ilustrado en el anexo A).

6.5.5. Recuperación de solvente

Para la recuperación del solvente hexano presente en las muestras, se separa el agua en una primera etapa por medio de decantación natural debido a la formación de dos fases por diferencia de polaridades y posteriormente se llevan a un sistema de rotavaporación en un Rotavaporador digital modelo 4011, "Heidolph" (Alemania) a una presión de vacío de 410 mbar para alcanzar una temperatura de ebullición de 43° C, a 70 rpm en un baño María a 50° C. Una vez recuperado el solvente hexano, se utiliza nuevamente en combinación con agua destilada para su regeneración a las pruebas.

Para la recuperación del heptano se lleva las muestras a una primera etapa de separación de agua por medio de decantación natural debido a la formación de dos fases por diferencia de polaridades y posteriormente y posteriormente a evaporación directa en un sistema cerrado en un balón de destilación y condensación como se muestra en la figura 5, debido a la imposibilidad de llevar el extracto a rotavaporación por su alto punto de ebullición y la dificultad de utilización de una alta presión de vacío. Una vez recuperado se utiliza nuevamente en combinación con agua destilada para su regeneración a las pruebas.

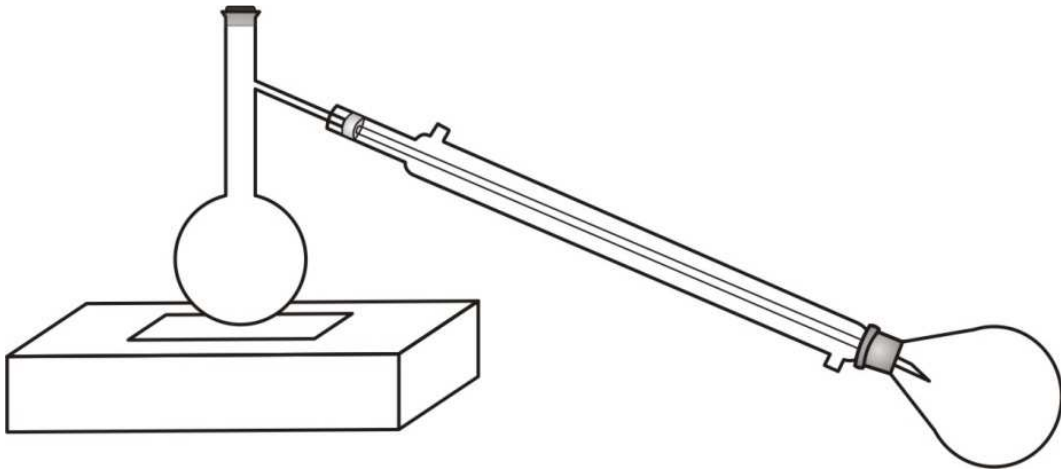


Figura 5. Sistema de evaporación directa para la recuperación del heptano.

6.6. CINÉTICA DE EXTRACCIÓN DE LA CERA BRUTA DEL BAGAZO.

Las cinéticas de extracción de la cera se realizan para determinar el tiempo mínimo de proceso al cual deben ser sometidas las muestras de bagazo de caña al proceso de percolación en continuo. Las muestras son sometidas al proceso normal de extracción y se retiran en tiempos regulares de quince minutos a partir de los treinta minutos de inicio del proceso. El tiempo óptimo de extracción se determina mediante la cuantificación de la cantidad de cera y análisis estadísticos, con el fin de determinar la mínima variación posible de los resultados encontrados.

6.7.CALCULO DE VARIABLES RESPUESTA

6.7.1. Porcentaje de recuperación de solventes (RTS/RUS)

Los extractos de la cera contenidos en los solventes son llevados a procesos de separación del contenido de agua (decantación natural) y posteriormente a evaporación de los solventes apolares. El procedimiento de cálculo se realiza de dos formas: El porcentaje de recuperación global, teniendo en cuenta la cantidad de heptano más agua y hexano más agua presentes en los balones contenedores

una vez terminado el proceso, tal como se muestra en la ecuación (1); y el porcentaje de recuperación único, teniendo en cuenta solamente la cantidad de solvente heptano y hexano recuperados en el proceso como solventes de valor, como se muestra en la ecuación (2).

$$RTS = \frac{AR+SR}{AU+SU} * 100\% \quad (1)$$

$$RUS = \frac{SR}{SU} * 100\% \quad (2)$$

Donde:

- RTS: Porcentaje de recuperación total de mezcal de solventes (agua +hexano, agua +heptano), [%]
- RUS: Porcentaje de recuperación única de solvente apolar (hexano, heptano),[%]
- AR: Cantidad de agua recuperada [g]
- SR: Cantidad de solvente recuperado (hexano ó heptano) [g]
- AU: Cantidad de agua inicial utilizada [g]
- SU: Cantidad de solvente inicial utilizado (hexano ó heptano) [g]

6.7.2. Contenido de la cera bruta del bagazo de caña (RCB)

La cera presente en los extractos obtenidos mediante percolación continua, es separada del solvente hasta una relación 1:1 (cera:solvente) de forma tal que permanece soluble. Posteriormente se deja las muestras secar (temperatura ambiente) durante un periodo de dos horas para asegurar la volatilización total del solvente presente en la cera bruta y se cuantifica utilizando la ecuación (3).

$$RCB = \frac{CR}{CI} * 100\% \quad (3)$$

Donde:

- CR: Cantidad de cera bruta recuperada [g].
- CI: Cantidad inicial de cera bruta presente en las muestras, valor obtenido mediante el análisis proximal[g].

6.7.3. Contenido de solvente retenido en las muestras de bagazo de caña (RSB)

Debido a la capacidad de retención de líquidos dentro de la estructura del bagazo de caña, existe una fracción de solvente que queda retenido como resultado del constante contacto del solvente a través de la estructura vegetal. El porcentaje de retención se evalúa como medio para determinar el nivel de influencia del tratamiento de explosión de vapor y el tratamiento de combinación de solventes sobre la capacidad de retención de líquidos. Este valor se determina mediante la ecuación (4), como medida para determinar las mejores condiciones experimentales que reducen la retención del solvente.

$$RSB = \frac{MBF - MBI}{SU+AU} * 100\% \quad (4)$$

Donde:

- MBF: Muestra de bagazo final terminado el proceso de extracción [g].
- MBI: Muestra de bagazo inicial antes el proceso de extracción [g].
- AU: Cantidad de agua inicial utilizada en la mezcla de solventes [g]
- SU: Cantidad de solvente inicial utilizado (hexano ó heptano) [g]

6.7.4. Modelamiento matemático de la cinética de extracción

El proceso de extracción de la cera bruta se modelo matemáticamente por medio del ajuste de los datos de experimentales al modelo experimental propuesto por Kumoro & Hasan (2006), realizado para procesos de extracción solido-líquido. El modelo se muestra en la ecuación (5), se basa en el concepto de que el coeficiente de transferencia de masa es constante y el solvente está en una concentración perfectamente homogénea con relación a metabolito extraído.

$$E = B. (1 - e^{-Dt}) \quad (5)$$

Donde:

- E: Cantidad de metabolitos extraídos para un tiempo t [g].
- t: Tiempo de extracción [s].
- D: Constante del proceso relacionada a la velocidad de extracción [s^{-1}].
- B: Constante del proceso relacionada a la disponibilidad del metabolito [g].

6.8. ANÁLISIS ESTADÍSTICO

Los datos experimentales se analizaron utilizando un diseño estadístico univariable donde los muestreos son evaluados por triplicado mediante el análisis de varianza (ANOVA) utilizando la comparación de medias por la prueba de Duncan con un nivel de significancia de $p > 0.05$, utilizando el paquete estadístico SAS (SAS, 1993). Se analizan las variables de control: tiempos de muestreo para las cinéticas, las combinaciones presión y tiempo para los tratamientos de explosión de vapor y las combinaciones de mezclas de heptano/agua, hexano/agua para los tratamientos de combinación de solventes. Las variables de respuesta son el porcentaje de recuperación de la cera obtenida, retención de solvente en el bagazo y porcentaje de solvente recuperado.

7. RESULTADOS Y DISCUSIONES

7.1. CARACTERIZACIÓN DEL BAGAZO DE CAÑA DE AZÚCAR

Las muestras de bagazo de caña de azúcar utilizadas para el proceso de extracción fueron inicialmente caracterizadas para determinar la concentración de los compuestos principales. Los resultados del análisis que se muestran en la tabla 5, fueron realizados por duplicado utilizando un factor de conversión de nitrógeno a proteína de 6.38.

Tabla 5. Caracterización proximal del bagazo de caña de azúcar.

DETERMINACIÓN	COMPOSICIÓN (%)
Humedad	51.05
Materia seca total	48.95
Cenizas	6.25
Proteína	3.31
Extracto etéreo	3.28
Hemicelulosa	24.81
Celulosa	3.67
Lignina	1.48
Energía Bruta (Kcal /Kg)	4121.65

Los resultados encontrados en el análisis proximal, muestran que el contenido medio de extracto etéreo está representado por los compuestos descritos en la tabla 4, se pueden considerar metabolitos secundarios y mínimos para la producción; sin embargo la mezcla de todos estos compuestos es descrita y estudiada ampliamente como cera bruta, siendo la mayor fracción compuestos relacionados a ácidos grasos de cadena larga y polialcoholes, que actúan de forma sinérgica (Dutra L. 2010).

7.2. HOMOGENIZACIÓN DEL MATERIAL BIOLÓGICO

El proceso de tamizado diferencial del bagazo de caña se realiza antes de su utilización en el tratamiento de vapor o en los tratamientos de extracción. El proceso se realiza para clasificar y separar las fracciones de menor tamaño, tal como se muestra en la tabla 6.

Tabla 6. Análisis diferencial de tamizado del bagazo de caña.

Tamiz	Abertura en micrómetros	g/100 g muestra ± D. E.	Análisis acumulado
4	4750	31.73 ± 8.5044	31,73
8	2360	18.36 ± 4.1744	50,09
16	1180	35.16 ± 6.1089	85,25
30	500	13.50 ± 2.1535	98,75
60	250	1.23 ± 0.3219	99,98
80	180	0.01 ± 0.0104	99,99
Fondo	-----	0.01 ± 0.0056	100,00

Para la investigación se opta por seleccionar las muestras clasificadas en los tamices 4, 8, 16, 30 las cuales se mezclan entre si para obtener el material homogéneo. Las muestras procedentes de los tamices 60, 80 y el fondo se descartan para evitar la posible contaminación de los extractos obtenidos durante el proceso de percolación continua. La separación se implementa como una alternativa de purificación de los metabolitos resultantes de compuestos no activos, los cuales pueden presentarse en el producto como resultado de desprendimiento o infiltración y son mucho más difíciles de separar sobre los extractos finales.

Dentro del proceso no se considera la reutilización de las muestras tamizadas no utilizadas para el proceso de regeneración, en forma conjunta con las muestras sometidas a los tratamientos y al proceso de extracción una vez este finaliza, debido a que estas representan menos del 1% del total del bagazo empleado para el proceso global de extracción.

7.3. CINÉTICA DE EXTRACCIÓN DE LA CERA BRUTA

Los resultados de la cinética de extracción se realizan para determinar el tiempo mínimo de proceso de obtención de la cera bruta de caña hasta llegar a una condición de extracción constante, como se muestra en la tabla 7, y se pueden observar para el proceso de extracción mediante el uso de heptano en la figura 6, y mediante el uso de hexano en la figura 7.

Tabla 7. Cinética de extracción de cera bruta a partir de heptano y hexano

Tiempo Minutos	Cera extraída con heptano		Cera extraída con hexano	
	± D. E.		± D. E.	
	g / 100 g bagazo		g / 100 g bagazo	
120	3.20 ± 0.0147	A	3.13 ± 0.0110	A
90	3.16 ± 0.0303	A	3.12 ± 0.0246	A
75	3.12 ± 0.0435	A	1.91 ± 0.0652	B
60	1.87 ± 0.0761	B	1.46 ± 0.0350	C
45	1.23 ± 0.0178	C	1.26 ± 0.0901	D
30	0.94 ± 0.0722	D	1.03 ± 0.0566	E

A, B, C, D, E representan agrupaciones estadísticas. Medias con la misma letra no son significativamente diferentes ($p > 0.05$).

Los resultados muestran que para el proceso de extracción mediante percolación continua en dos fases, no es necesaria la implementación de más de 90 minutos de extracción para la obtención significativa del contenido de cera bruta, tanto para la extracción realizada con hexano y con heptano que se muestran en las figuras 6, y 7, respectivamente. Por lo cual el tiempo del proceso de extracción se fija en un periodo de extracción constante para los dos tratamientos en un periodo constante de 90 minutos.

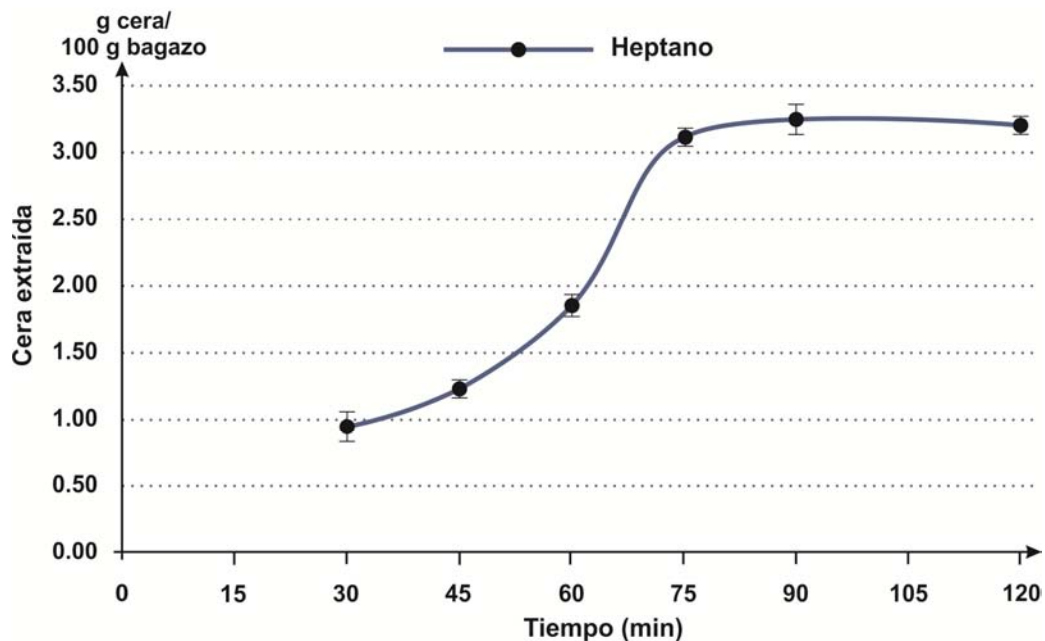


Figura 6. Cinética de extracción de cera bruta mediante uso de heptano.

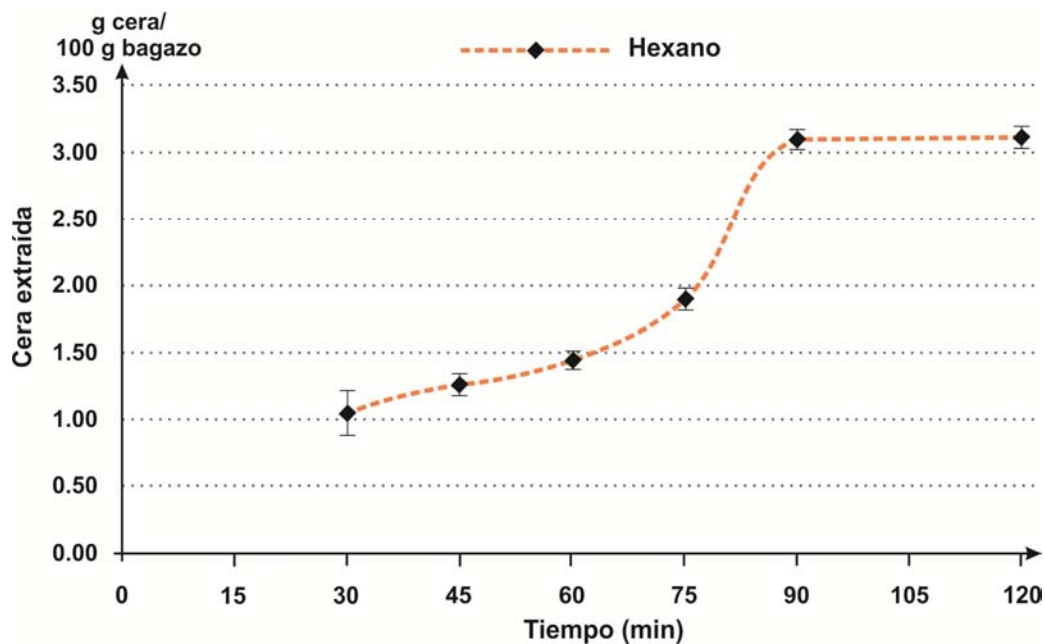


Figura 7. Cinética de extracción de cera bruta mediante el uso de hexano.

De igual forma se evaluó el contenido de solvente recuperado para cada tiempo de extracción dentro de la tabla 8. Esto se realiza como un parámetro de decisión sobre la incidencia del tiempo de contacto sobre la cantidad de solvente que

recorre y se retiene dentro de la estructura de bagazo de caña. El contenido porcentual del solvente retenido en base a la cantidad inicial de solvente empleado muestra que la incidencia del tiempo no influye de forma significativa en periodos largos de extracción, a diferencia que los tiempos cortos en los cuales existen variaciones mayores de los resultados. Una vez se establece un recorrido de flujo constante a través del bagazo de caña, se presenta una regeneración continua y rápida del solvente que ebulle y se regenera libre de metabolitos al proceso de extracción, lo cual permite que el solvente presente dentro del percolador siempre este en movimiento y no llegue a la saturación.

La cinética de extracción calculada para los dos solventes muestra que el heptano presenta una mayor tasa de extracción de cera en relación al hexano, lo cual es concluyente a los resultados encontrados por Díaz *et al.*, (2000a), en los cuales se observa que la solubilidad de la cera puede estar relacionada a parte de su carácter apolar, por la cercanía estructural del heptano con las estructuras de alifáticas y fenólicas (Duarte *et al.*, 2011; Leguizamón *et al.*, 2009; Irmak *et al.*, 2006) y por la mayor temperatura de equilibrio en la que se realiza el proceso de separación (Díaz *et al.*, 2000b).

Tabla 8. Recuperación de solventes empleados para el proceso de cinética de extracción.

Tiempo	Heptano recuperado± D. E.		Hexano recuperado± D. E.
Minutos	%		%
120	35.57 ± 5.0474	C	33.79 ± 1.8821 B
90	35.91 ± 1.1787	B C	35.76 ± 1.1782 B
75	41.48 ± 0.2841	A B C	34.55 ± 5.7741 B
60	40.92 ± 7.4468	A B C	39.10 ± 5.4569 B
45	45.67 ± 6.7438	A B	48.75 ± 5.4964 A
30	47.99 ± 5.3558	A	48.21 ± 7.1742 A

A, B, C representan agrupaciones estadísticas. Medias con la misma letra no son significativamente diferentes ($p > 0.05$).

La cantidad de solventes recuperados, tanto para el heptano como para el hexano, muestran que la variación estadística se marca en cortos tiempos de muestreo de

30 a 60 minutos, y a medida que el tiempo transcurre la diferencia estadística tiende a no presentar diferencias, es decir que a medida que el tiempo transcurre la cantidad de solvente que se retiene disminuye lentamente hasta un contenido medio estable no incrementará o presentará un mayor incremento significativo a partir del minuto 75 hasta los 120 minutos para los dos solventes, como se muestra en la figura 8.

También se observa que el contenido de solventes recuperado muestra mínimas variaciones sobre la desviación media en algunos tiempos de muestreo, lo cual provoca la separación de los grupos estadísticos, sin embargo si se analizan los resultados con base a la diferencia máxima entre la cantidad de solvente recuperado, la diferencia máxima presente para el heptano corresponde a menos de 10 gramos de solvente por cada 100 gramos empleados y de 20 gramos de solvente recuperado por cada 100 gramos de solvente empleados.

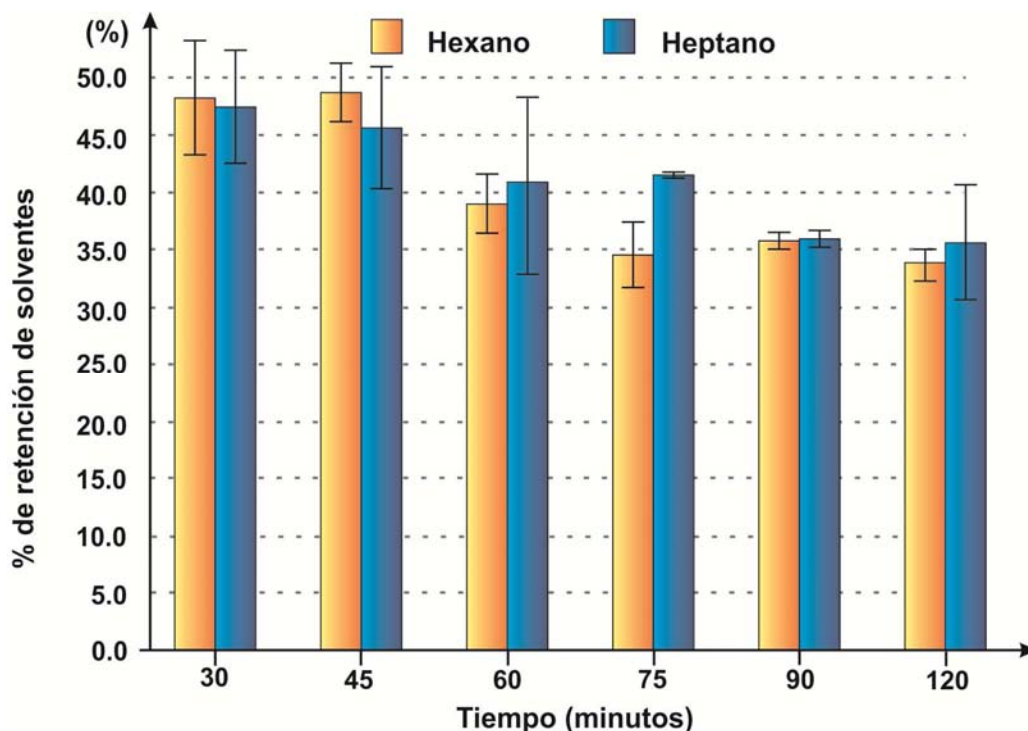


Figura 8. Porcentaje de retención de solventes heptano y hexano para la cinética de extracción en minutos.

Este fenómeno se puede explicar tanto para heptano y hexano por la generación de vapor de solvente que asciende y penetra dentro de la estructura del bagazo de forma lenta mientras se forma la fase líquida del solvente que desciende hasta mantenerse un flujo constante de retorno dentro del percolador. Una vez la cantidad de solvente ingresa y recorre de forma continua dentro de la estructura del bagazo, logra la extracción del contenido de cera bruta y aumenta la adhesión del solvente con el bagazo de caña en remplazo de la cera extraída, aumentando la retención del solvente una vez el proceso de extracción se detiene y se separa el contenido de las muestras de bagazo de caña del solvente con los extractos brutos.

7.4. TRATAMIENTO DE COMBINACIÓN DE SOLVENTES

7.4.1. Extracción de cera bruta

Los resultados obtenidos del tratamiento de combinación de solventes se presentan en la tabla 9. En la tabla se muestra el contenido de cera bruta obtenida por cada cien gramos de material biológico y de forma conjunta el porcentaje de extracción en base al contenido máximo de cera presente.

Los resultados obtenidos muestran que el contenido máximo se obtuvo en mayor cantidad para todas las combinaciones realizadas con heptano en relación a hexano. Los resultados obtenidos para la utilización de los dos solventes es muy similar para concentraciones puras (100%) con $P < 0.049$, sin embargo a medida que la fracción de agua se utiliza en remplazo de los solventes apolares, la extracción de la cera bruta disminuye, siendo más representativa para el hexano que para el heptano $P < 0.001$, tal como se representa en la figura 9.

El contenido medio de la cera bruta obtenida por medio de las mezclas de heptano conlleva a que el proceso de mezcla al 90% sea estadísticamente igual al proceso libre de utilización de agua $P > 0.05$, y además el contenido de cera recuperada por

medio de la mezcla 80% es estadísticamente similar a los procesos anteriores, $P < 0.05$, con una diferencia producida por la mínima desviación de los resultados encontrados para los procesos de mezcla de 100% y 90%.

Tabla 9. Contenido de cera extraída por medio del tratamiento de mezcla de solventes a partir de heptano y hexano.

Tratamiento	Cera extraída \pm D. E.		Extracción de cera \pm D.E.	
	g / 100 g de bagazo		%	
Proceso de extracción realizado con Heptano				
100%	3.23 \pm 0.1602	A	98.62 \pm 4.8853	A
90%	3.12 \pm 0.0529	A B	95.01 \pm 1.6133	A B
80%	2.97 \pm 0.1168	B	90.47 \pm 3.5617	B
70%	2.57 \pm 0.0562	C	78.30 \pm 1.7145	C
60%	1.44 \pm 0.0563	D	43.82 \pm 1.7175	D
Proceso de extracción realizado con Hexano				
100%	2.96 \pm 0.1962	A	90.21 \pm 5.9816	A
90%	3.05 \pm 0.0746	A	92.84 \pm 2.2759	A
80%	1.08 \pm 0.0358	B	32.92 \pm 1.0920	B
70%	0.89 \pm 0.0999	C B	27.27 \pm 3.0459	C B
60%	0.85 \pm 0.0662	C	25.99 \pm 2.0179	C

A, B, C representan agrupaciones estadísticas. Medias con la misma letra no son significativamente diferentes ($p > 0.05$).

El contenido medio de la cera bruta obtenida por medio de las mezclas de hexano conlleva a que el proceso de mezcla de 90% sea estadísticamente igual al proceso libre de utilización de agua (100%) y se permita su sustitución sin tener resultados estadísticamente diferentes, $P > 0.05$, mientras que el contenido de cera recuperada por medio de la mezcla 80% es estadísticamente muy diferente a los procesos anteriores debido a que en esta mezcla existe un porcentaje de extracción inferior, $P < 0.001$.

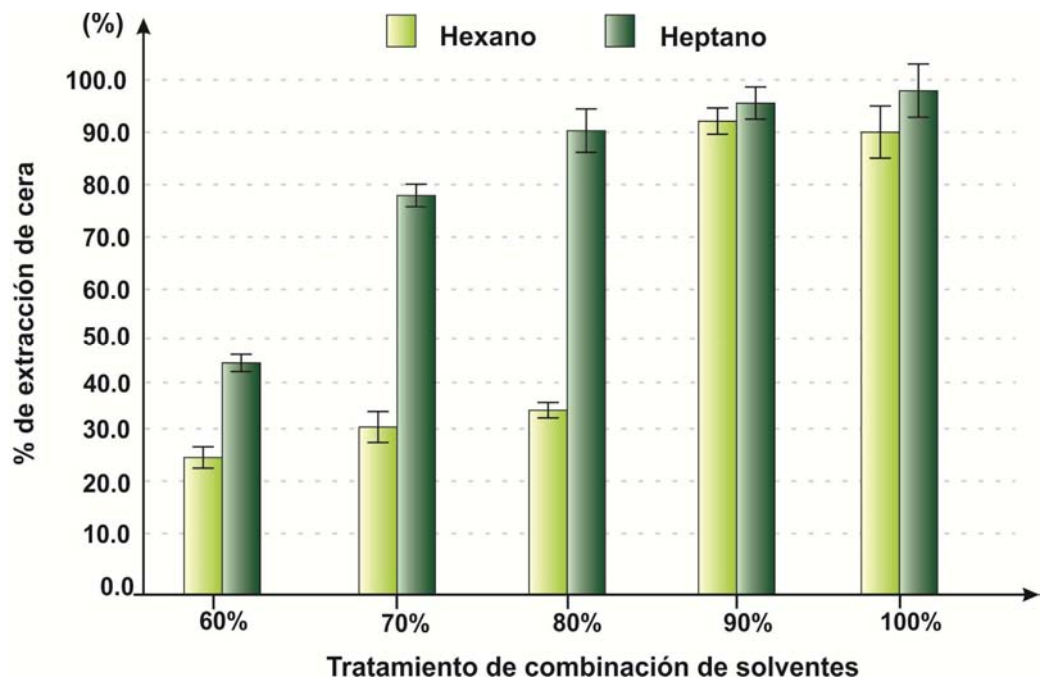


Figura 9. Porcentaje de extracción de cera por tratamiento de mezcla de solventes. **100%** (100% Solvente/0% Agua); **90%** (90% Solvente/10% Agua); **80%** (80% Solvente/20% Agua); **70%** (70% Solvente/30% Agua); **60%** (60% Solvente/40% Agua)

7.4.2. Retención y recuperación de solventes

El contenido de solventes empleados en el proceso se evalúa en relación al contenido del solvente retenido dentro de la estructura del bagazo, así como el contenido de solventes recuperados (tabla 10).

Para el caso de la utilización de heptano como solvente, la retención dentro del bagazo varía estadísticamente en relación al contenido de agua presente en las mezclas de heptano/agua. A medida que cada tratamiento presenta un mayor contenido de agua dentro de las mezclas existe un mayor porcentaje de retención de los solventes, como se muestra en la figura 10. Es decir que la presencia del agua dentro de las mezclas de solventes indica que el proceso de extracción es llevado a cabo por el solvente apolar heptano y el solvente polar agua.

Para el caso de la utilización de heptano como solvente, la retención dentro del bagazo varía de forma independiente en relación al contenido de agua presente en las mezclas de heptano/agua, dando una mayor retención en las mezclas 60% y 100%, seguidas de las mezclas 70% y 90%, como se muestra en la figura 10. Esto representa que la agrupación estadística no es marcada por el contenido de agua en las mezclas de solventes, sino debida a la variación estadística ocasionada por la retención y volatilización del hexano presente en las muestras de bagazo, dado que el agua solo incide en el proceso de intercambio de calor, más no efectúa el proceso de extracción.

Tabla 10. Contenido de solventes retenidos y recuperados mediante tratamiento de combinación de solventes.

Tratamiento	Solvente retenido \pm D.E.		Solvente recuperado \pm D.E.		Agua recuperada \pm D.E.		Porcentaje de recuperación de solvente \pm D.E.	
	%	(g/ 100 g bagazo)	(g/ 100 g bagazo)	(g/ 100 g bagazo)	% Total	% Parcial		
Proceso de extracción realizado con Heptano								
100%	36,71 \pm 5,8301	C	114,15 \pm 13,2677	0,00 \pm 0,0000	57,14 \pm 6,6336	A	57,14 \pm 6,6336	A B
90%	49,99 \pm 4,0878	B	93,22 \pm 9,4955	0,00 \pm 0,0000	46,63 \pm 4,7404	B C	51,81 \pm 5,2672	C B
80%	55,29 \pm 1,4655	A	68,75 \pm 10,5183	2,49 \pm 2,4930	38,85 \pm 4,5570	C	43,06 \pm 6,6172	C B
70%	43,21 \pm 4,9728	B	77,37 \pm 6,5109	3,67 \pm 3,6675	53,84 \pm 5,0759	A B	55,28 \pm 4,6822	B
60%	42,12 \pm 4,2909	B	79,91 \pm 4,8202	2,94 \pm 2,9393	54,55 \pm 2,5261	A B	66,67 \pm 4,0448	A
Proceso de extracción realizado con Hexano								
100%	13,18 \pm 2,1306	B	110,60 \pm 8,2054	0,00 \pm 0,0000	55,30 \pm 4,1027	A	55,30 \pm 4,1027	A
90%	35,05 \pm 2,7451	A	73,49 \pm 13,9454	0,34 \pm 0,3412	46,65 \pm 6,7845	A	40,86 \pm 7,7307	A B C
80%	8,33 \pm 1,7171	C	72,05 \pm 18,0590	1,45 \pm 1,4519	54,88 \pm 9,0159	A	45,44 \pm 11,8345	A B
70%	36,73 \pm 4,0407	A	39,79 \pm 12,3209	4,03 \pm 4,0263	44,87 \pm 4,3848	A	28,46 \pm 8,8146	C
60%	14,43 \pm 1,6381	B	40,23 \pm 5,4383	1,63 \pm 1,6259	51,86 \pm 3,4037	A	33,60 \pm 4,4705	B C

A, B, C representan agrupaciones estadísticas. Medias con la misma letra no son significativamente diferentes ($p > 0.05$).

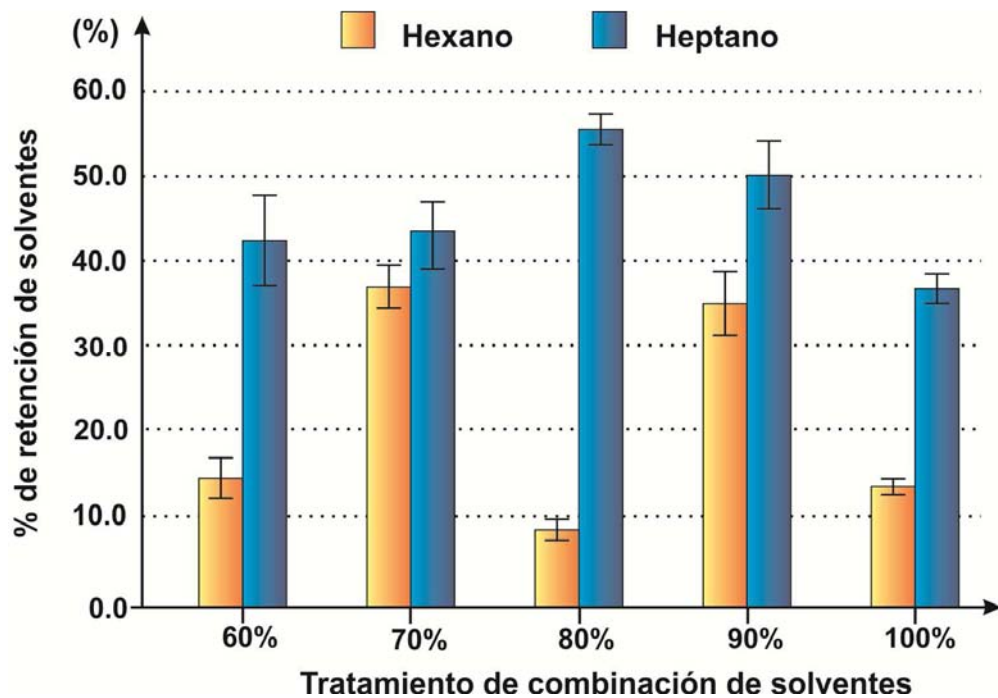


Figura 10. Retención de heptano y hexano para el tratamiento de mezcla de solventes en el bagazo. **100%** (100% Solvente/0% Agua); **90%** (90% Solvente/10% Agua); **80%** (80% Solvente/20% Agua); **70%** (70% Solvente/30% Agua); **60%** (60% Solvente/40% Agua)

El contenido de solvente recuperado para el tratamiento de combinación de solventes se evalúa de forma total, teniendo en cuenta la cantidad de agua y solvente apolar empleado y de forma parcial teniendo en cuenta solo el solvente apolar empleado. Para el caso del tratamiento llevado a cabo con heptano, la recuperación parcial de heptano es superior en todos los tratamientos efectuados sobre la recuperación total de heptano más agua, como se observa en la figura 11, presentando una ligera relación estadística para la recuperación parcial y la recuperación total, $P < 0.049$, mostrando que existe una relación entre la cantidad de agua empleada recuperada en el proceso. Este resultado concuerda con el contenido de retención de solventes para heptano presentados en la figura 10, que incrementa con la proporción de agua presente en las mezclas. Esto representa que el contenido de agua cumple con la función de intercambiar calor y a la vez efectúa el recorrido de extracción junto al heptano, quedando retenido dentro de la estructura del bagazo.

Para el caso del proceso de recuperación de la mezcla de hexano más agua, el comportamiento indica que la recuperación total es mayor en todos los tratamientos empleados en relación a la recuperación parcial del hexano. A medida que existe una mayor sustitución de una fracción del hexano por agua, las tendencias entre las dos líneas de recuperación se separan en la misma proporción, siendo la tendencia de recuperación total del hexano estadísticamente estable, $P > 0.180$ en relación a la recuperación parcial de hexano, la cual disminuye de forma estadísticamente considerable a medida que se realiza la sustitución, $P < 0.0158$. Ambos comportamientos se observan en la figura 12, mostrando que el contenido de agua presente en la mezcla cumple únicamente con la función de intercambiar calor hacia el hexano y no asciende hacia el bagazo de caña para incluirse en el proceso de extracción, lo cual reduce la dispersión de los datos de recuperación total de solventes. Sin embargo si no se toma en cuenta la presencia de agua en las mezclas, es decir en la recuperación parcial de hexano, la variación es altamente significativa debido a que este solvente efectúa el recorrido y queda atrapado dentro de la estructura del bagazo.

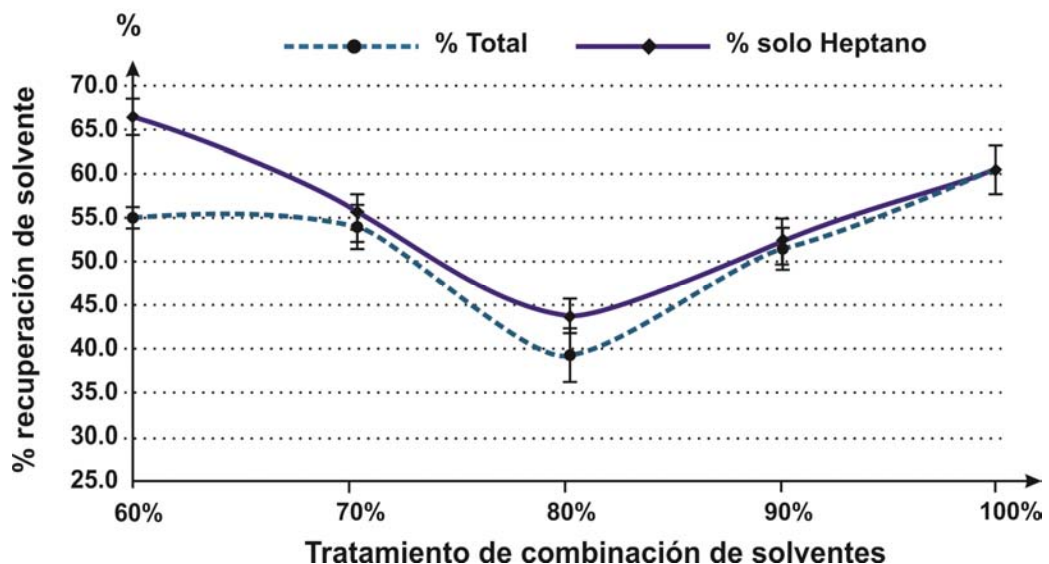


Figura 11. Recuperación de heptano para el proceso de mezcla de solventes de forma parcial (solo heptano) y total (heptano más agua). **100%** (100% Solvente/0% Agua); **90%** (90% Solvente/10% Agua); **80%** (80% Solvente/20% Agua); **70%** (70% Solvente/30% Agua); **60%** (60% Solvente/40% Agua)

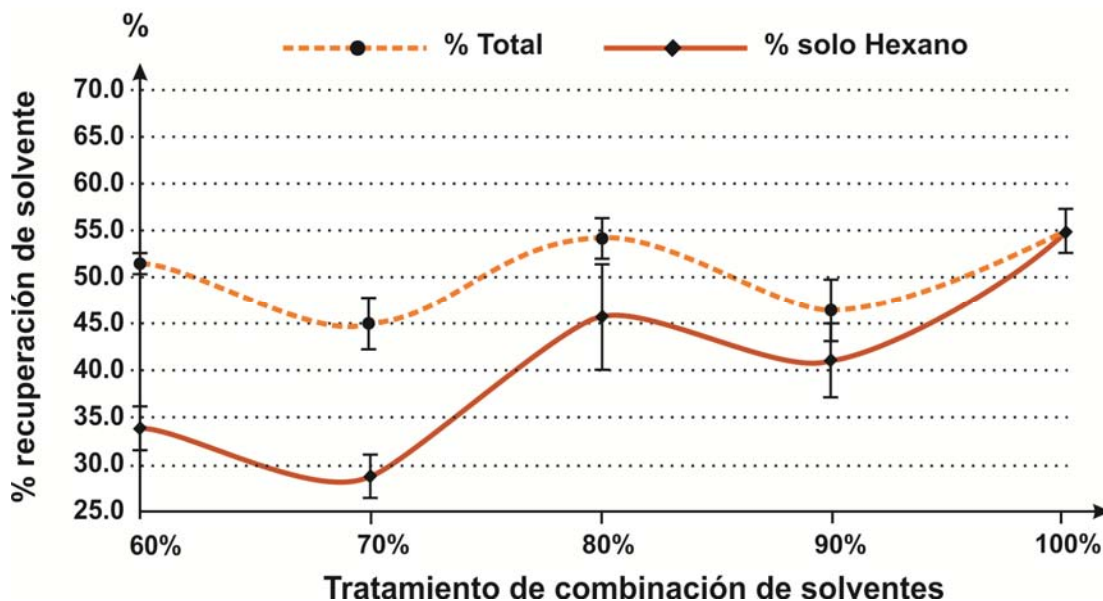


Figura 12. Recuperación de hexano para el proceso de mezcla de solventes de forma parcial (solo hexano) y total (hexano más agua). **100%** (100% Solvente/0% Agua); **90%** (90% Solvente/10% Agua); **80%** (80% Solvente/20% Agua); **70%** (70% Solvente/30% Agua); **60%** (60% Solvente/40% Agua)

7.5. TRATAMIENTO DE EXPLOSIÓN DE VAPOR

7.5.1. Extracción de cera bruta

Los resultados obtenidos del tratamiento de combinación de explosión de vapor realizados con los solventes heptano y hexano se presentan dentro de la tabla 11. En la tabla se muestra el contenido de cera bruta obtenida por cada cien gramos de material biológico y de forma conjunta el porcentaje de extracción en base al contenido máximo de cera presente una vez se realiza la corrección por la humedad ganada para obtener la homogenización de los resultados obtenidos.

Los resultados muestran que la cantidad de cera bruta obtenido a partir del tratamiento disminuye de forma significativa cuando se aplican tiempos de contacto iguales o superiores a cinco minutos. Esto puede ser ocasionado por el daño ocurrido en las fibras del bagazo al ser expuestas a un contacto prolongado, lo cual favorece su expansión y ruptura (Jeoh T., 1998; Ballesteros *et al.*, 2011), lo

cual afecta de forma directa el contenido de cera bruta presente, la cual puede ser deteriorada o retirada cuando se somete al tratamiento de explosión de vapor.

Tabla 11. Contenido de cera extraída y porcentaje de extracción mediante tratamiento de explosión de vapor, con estandarización del contenido de humedad.

Tratamiento	Cera extraída ± D. E.		Extracción de cera ± D.E.	
	g / 100 g de bagazo		%	
Proceso de extracción realizado con Heptano				
Patrón	2.96 ± 0.1962	A	90.21 ± 5.9816	A
V.100.1	3.29 ± 0.1147	A	100.31 ± 3.4973	A
V.100.5	3.05 ± 0.0390	A	93.00 ± 1.1879	A
V.100.20	2.62 ± 0.2535	B	79.94 ± 7.7298	B
V.50.1	3.29 ± 0.1495	A	100.19 ± 4.5564	A
V.50.5	1.97 ± 0.0703	C	64.56 ± 2.1422	C
V.50.20	2.47 ± 0.3200	B	75.40 ± 9.7556	B
Proceso de extracción realizado con Hexano				
Patrón	2.96 ± 0.1962	A	90.21 ± 5.9816	A
V.100.1	3.23 ± 0.1134	A	98.60 ± 3.4581	A
V.100.5	3.07 ± 0.1487	A	93.59 ± 4.5329	A
V.100.20	1.51 ± 0.3101	C	46.08 ± 9.4547	C
V.50.1	2.44 ± 0.5093	B	74.42 ± 15.5268	B
V.50.5	0.83 ± 0.1339	C	25.43 ± 4.0823	C
V.50.20	0.29 ± 0.0176	D	8.70 ± 0.5378	D

A, B, C, D representan agrupaciones estadísticas. Medias con la misma letra no son significativamente diferentes ($P < 0.05$).

Para el caso de tiempos de contacto cortos iguales a un minuto, existe un incremento leve sobre la cantidad de cera extraída sin la aplicación de tratamiento, conservando una misma agrupación estadística, es decir que el proceso en tiempos de contacto cortos favorece el proceso de forma no significativa y ayuda a la expansión de las fibras del bagazo de caña sin incurrir en la degradación o pérdida de la cera bruta, tal como se muestra en la figura 13.

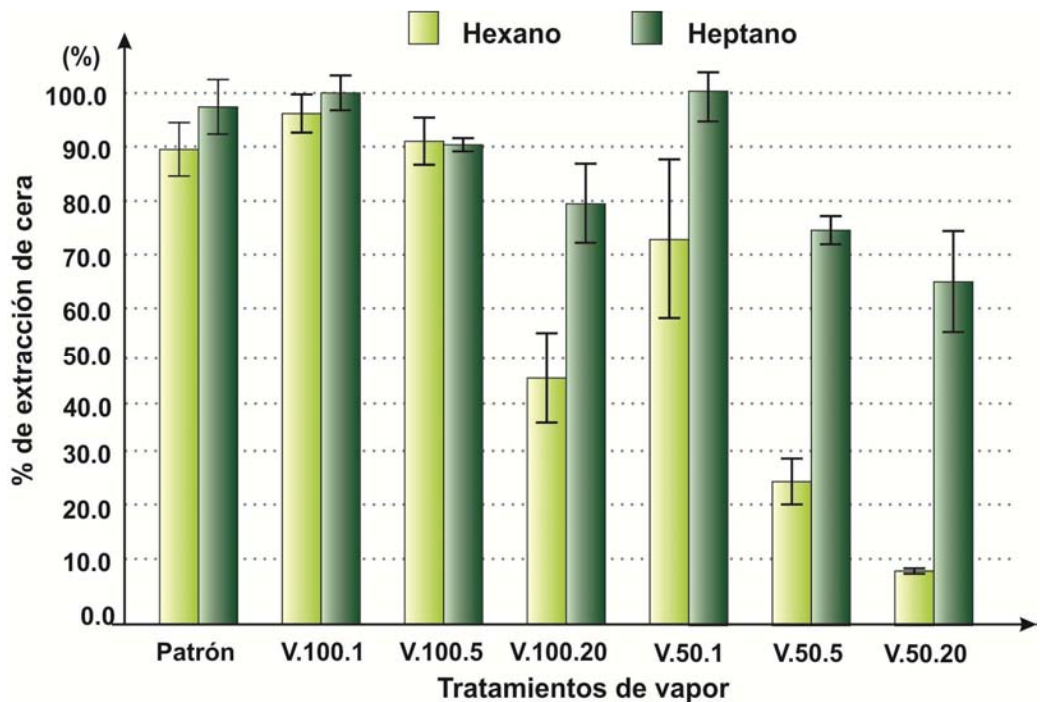


Figura 13. Porcentaje de extracción de cera por tratamiento de explosión de vapor con estandarización del contenido de humedad. **Patrón** (sin explosión de vapor); **V.50.1** (50 Kpa / 1 minuto); **V.50.5** (50 Kpa / 5 minutos); **V.50.20** (50 Kpa / 20 minutos); **V.100.1** (100 Kpa / 1 minuto); **V.100.5** (100 Kpa / 5 minutos); **V.100.20** (100 Kpa / 20 minutos)

En la figura se puede observar la tendencia negativa cuando se conlleva a una relación de presión alta y tiempos de contacto prolongados en relación a proceso patrón sin tratamiento, siendo más notoria la separación en la agrupación estadística en la extracción realizada con hexano como solvente.

Este resultado puede ser ocasionado por la expansión e hidratación simultánea que ocurre en los materiales biológicos cuando se someten a procesos de explosión de vapor con la finalidad de extraer compuestos de valor, los cuales según el tiempo de contacto con el vapor de agua favorecen la separación de monosacáridos y metabolitos atrapados en la estructura fibrilar por la selección preferente de las moléculas de agua (Jeoh T, 1998).

7.5.2. Retención y recuperación de solventes

EL contenido de solvente empleado para el tratamiento de explosión de vapor se evaluó por medio del porcentaje de retención dentro del bagazo de caña y la cantidad de solvente recuperado por cada cien gramos de bagazo de caña y además de forma porcentual en la tabla 12, como medio para determinar el nivel de afinidad del solvente en la estructura una vez tratada y como un parámetro de decisión sobre la favorabilidad de la aplicación del tratamiento.

Tabla 12. Contenido de solventes retenidos y recuperados mediante tratamiento de explosión de vapor.

Tratamiento	Solvente retenido \pm D.E.		Solvente recuperado \pm D.E.		Porcentaje de recuperación de solvente \pm D.E.
	%		(g/ 100 g bagazo)		%
Proceso de extracción realizado con Heptano					
Patrón	42.34 \pm 5.8300	A	114.15 \pm 13.2677	A	57.14 \pm 6.6336 A
V.100.1	35.45 \pm 2.2335	A	131.19 \pm 1.8099	A	65.63 \pm 0.9238 A
V.100.5	26.99 \pm 0.9877	C	130.72 \pm 0.9547	A	65.40 \pm 0.5149 A
V.100.20	19.14 \pm 1.7667	D	129.67 \pm 8.1566	A	64.85 \pm 4.0938 A
V.50.1	34.71 \pm 1.9786	B	121.85 \pm 11.7797	A	60.97 \pm 5.8756 A
V.50.5	27.79 \pm 2.3093	C	121.78 \pm 10.2188	A	61.02 \pm 4.9427 A
V.50.20	30.02 \pm 0.9640	C	125.14 \pm 4.1946	A	62.58 \pm 2.1172 A
Proceso de extracción realizado con Hexano					
Patrón	13.18 \pm 2.1306	C	110.60 \pm 8.2054	C B	55.30 \pm 4.1027 C B
V.100.1	29.35 \pm 2.2408	A B	108.09 \pm 9.6073	C	54,09 \pm 4.8132 C
V.100.5	33.11 \pm 3.8105	A	107.39 \pm 0.8134	C	53.79 \pm 0.3298 C
V.100.20	25.43 \pm 5.1630	A B	133.61 \pm 5.2058	A B	67.09 \pm 2.7325 A B
V.50.1	21.96 \pm 4.7962	B	106.73 \pm 14.3427	C	53.41 \pm 7.1944 C
V.50.5	24.69 \pm 1.4334	B	102.96 \pm 27.9249	C	51.52 \pm 13.9909 C
V.50.20	8.65 \pm 0.9315	C	153.08 \pm 12.7230	A	76.85 \pm 5.9871 A

A, B, C representan agrupaciones estadísticas. Medias con la misma letra no son significativamente diferentes ($P < 0.05$).

Los resultados muestran que el nivel de retención de solvente, tanto para heptano como para hexano, disminuyen a medida que existe un incremento del tiempo de contacto en el tratamiento como se muestra en la figura 14, lo cual indica que la estructura del bagazo de caña se ve afectada de forma negativa para el proceso de extracción. Esto es debido a que el tratamiento térmico conlleva a la expansión térmica de las fibras de celulosa que permiten la liberación de moléculas adheridas en su interior y la exposición de las colas de las cadenas, facilitando su exposición para procesos de ablandamiento o reacciones químicas de hidrólisis (Cheng *et al.*, 2008; Chen *et al.*, 2010).

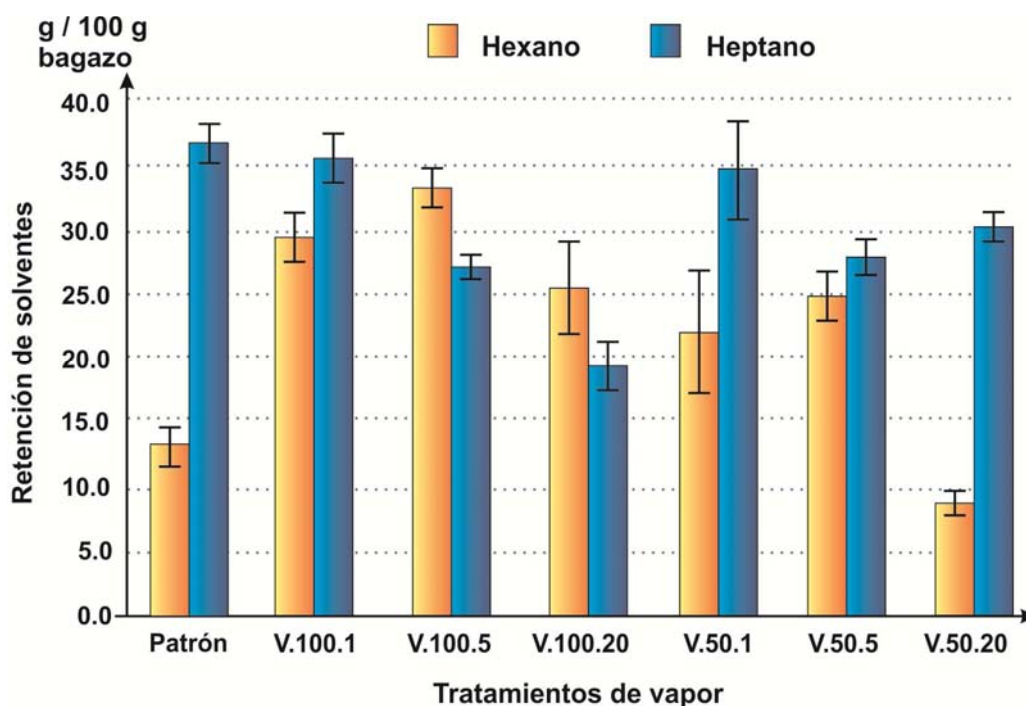


Figura 14. Retención de heptano y hexano por tratamiento de explosión de vapor dentro de la estructura del bagazo de caña. **Patrón** (sin explosión de vapor); **V.50.1** (50 Kpa / 1 minuto); **V.50.5** (50 Kpa / 5 minutos); **V.50.20** (50 Kpa / 20 minutos); **V.100.1** (100 Kpa / 1 minuto); **V.100.5** (100 Kpa / 5 minutos); **V.100.20** (100 Kpa / 20 minutos)

La cantidad de solvente recuperado, tanto de forma porcentual o en base a la cantidad empleada varía de forma distinta según el solvente empleado. Para el caso del heptano, no existen variaciones estadísticamente significativas, $P < 0.05$, y variaciones inferiores a 10% de diferencia como se muestra en la figura 15., lo

cual indica que la aplicación de un tratamiento de inyección de agua a la estructura biológica en cualquier relación de tiempo y presión conlleva a la saturación de la estructura del bagazo de caña disminuyendo su retención y aumentando la cantidad de solvente que se puede recuperar.

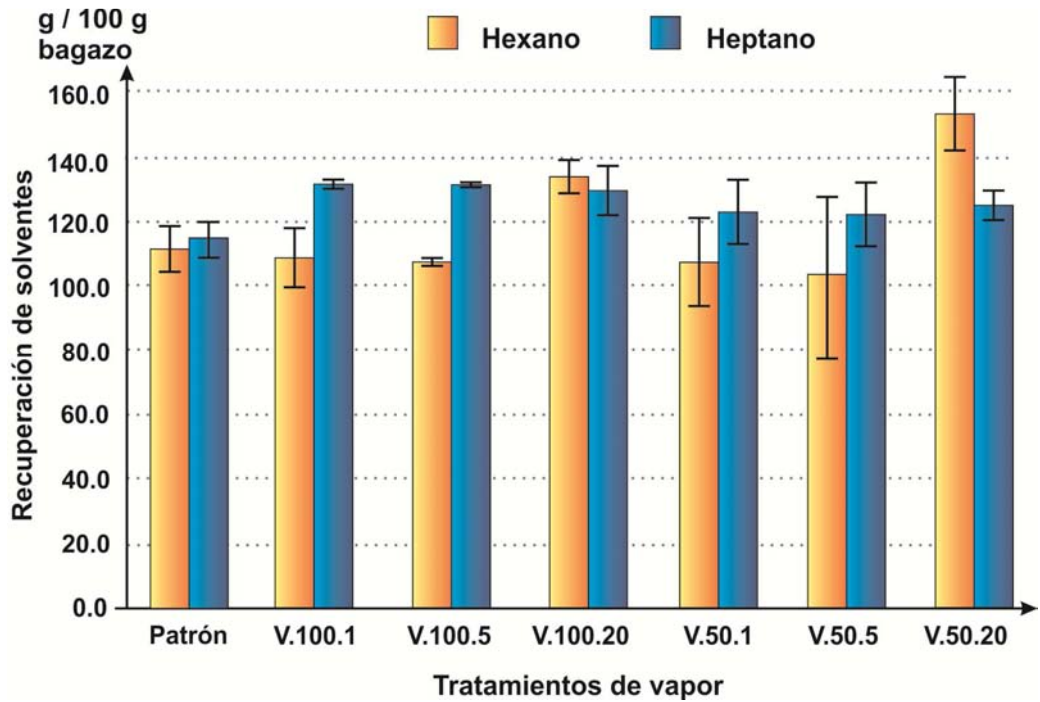


Figura 15. Recuperación de solventes heptano y hexano por tratamiento de explosión de vapor. **Patrón** (sin explosión de vapor); **V.50.1** (50 Kpa / 1 minuto); **V.50.5** (50 Kpa / 5 minutos); **V.50.20** (50 Kpa / 20 minutos); **V.100.1** (100 Kpa / 1 minuto); **V.100.5** (100 Kpa / 5 minutos); **V.100.20** (100 Kpa / 20 minutos)

Para el caso de la recuperación del solvente hexano existe un marcado distanciamiento de agrupamientos estadísticos, $P < 0.001$, debido a la separación de hasta un 25% de solvente recuperado, como se muestra en la figura 15. A pesar de eso se presentan dos características esenciales que explican el distanciamiento entre los grupos. En primer lugar, existe una mayor diferenciación para ciertos muestreos entre los resultados de retención y recuperación del solvente, lo que indica que la fracción volatilizada del hexano no es igual en cada uno de los experimentos y provoca un mayor margen de separación. En segundo lugar, el nivel de recuperación de solvente muestra una alta dependencia del

tiempo de exposición al tratamiento de explosión de vapor, dado que los experimentos llevados a cabo en 20 minutos de tratamiento muestran la mayor recuperación y se alejan estadísticamente de los experimentos realizados con un menor tiempo de exposición. Esto puede ser explicado por los estudios de Athukorala & Mazza, (2010), quienes muestran que los cambios ocasionados a un compuesto biológico puede afectar de forma directa sobre la capacidad de permanencia y/o separación de un compuesto volátil utilizado como solvente, siendo el hexano y el dióxido de carbono en su estudio los solventes principales empleados.

7.6. CINÉTICA DE EXTRACCIÓN DE LA CERA BRUTA EN LOS TRATAMIENTOS DE EXPLOSIÓN DE VAPOR

El proceso de extracción se realiza dentro de muestras tratadas por explosión de vapor en condiciones de presión y tiempo bajas (50 Kpa/1 minuto y 100 Kpa/1 minuto). En estas condiciones se muestra un menor cambio del contenido de humedad debido al tratamiento y a al contenido de cera estadísticamente estable. Los resultados de ambos tratamientos se muestran dentro de la tabla 14, y se pueden observar en las figura 17 y 18, para el tratamiento de 50 Kpa/1 minuto y en las figuras 19 y 29, para el tratamiento de 100 Kpa/1 minuto.

Tabla 13. Cinética de extracción para el tratamiento de explosión de vapor a 50 Kpa/ 1minuto.

Tiempo		Cinética de extracción con Heptano			Cinética de extracción con Hexano		
Tiempo	Cera extraída ± D. E.	Retención de solventes ± D. E.		Cera extraída ± D. E.	Retención de solventes ± D. E.		
Minutos	g / 100 g bagazo	%		g / 100 g bagazo	%		
120	3,25±0,0269 A	34,53 ± 2,8561	B	3,25±0,0111 A	37,07 ± 2,3874	A B	
90	3,24±0,0096 A	33,72 ± 1,7992	B	3,24±0,0119 A	41,58 ± 7,6222	A B	
75	3,23±0,0162 A	35,51 ± 4,8421	A B	3,20±0,1222 A	40,29 ± 4,6891	A B	
60	2,91±0,0725 B	39,97 ± 5,4247	A B	2,43±0,0281 B	32,96 ± 2,6582	B	
45	2,02±0,0201 C	36,15 ± 5,6557	A B	1,48±0,0161 C	40,24 ± 5,7731	A B	
30	1,51±0,0908 D	43,04 ± 1,2552	A	1,20±0,0079 D	42,89 ± 5,0617	A	

A, B, C, D representan agrupaciones estadísticas. Medias con misma letra no son significativamente diferentes ($P < 0.05$).

Tabla 14. Cinética de extracción para el tratamiento de explosión de vapor a 100 Kpa/ 1 minuto.

Tiempo		Cinética de extracción con Heptano			Cinética de extracción con Hexano		
Tiempo	Cera extraída ± D. E.	Retención de solventes ± D. E.		Cera extraída ± D. E.	Retención de solventes ± D. E.		
Minutos	g / 100 g bagazo	%		g / 100 g bagazo	%		
120	3,25±0,0347 A	36,56 ± 3,0571	A	3,25±0,0316 A	33,73 ± 3,2366	A	
90	3,24±0,0196 A	39,01 ± 5,0938	A	3,24±0,0129 A	38,44 ± 13,7006	A	
75	3,24±0,0256 A	40,17 ± 6,0938	A	3,24±0,0231 A	36,68 ± 4,3867	A	
60	2,90±0,0498 B	36,98 ± 2,0664	A	2,43±0,0262 B	37,52 ± 5,5099	A	
45	2,01±0,0375 C	40,62 ± 7,7546	A	1,61±0,0269 C	36,05 ± 1,7050	A	
30	1,51±0,0857 D	44,71 ± 11,8879	A	1,26±0,0680 D	44,26 ± 5,0837	A	

A, B, C, D representan agrupaciones estadísticas. Medias con misma letra no son significativamente diferentes ($P < 0.05$).

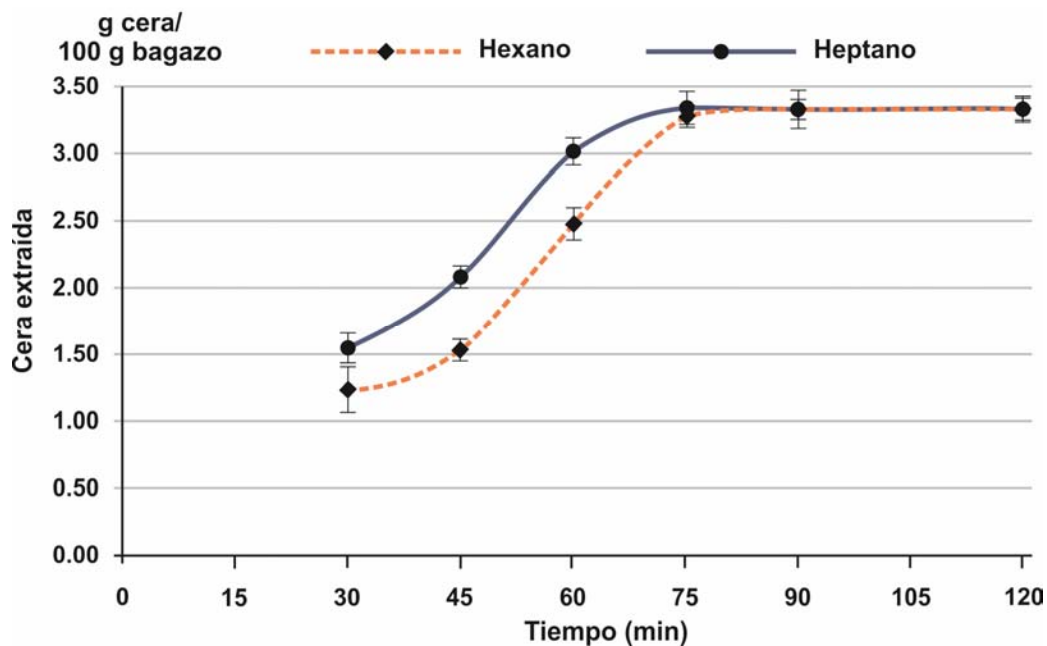


Figura 16. Cinética de extracción de cera bruta mediante tratamiento de explosión de vapor de 50 Kpa/1 minuto.

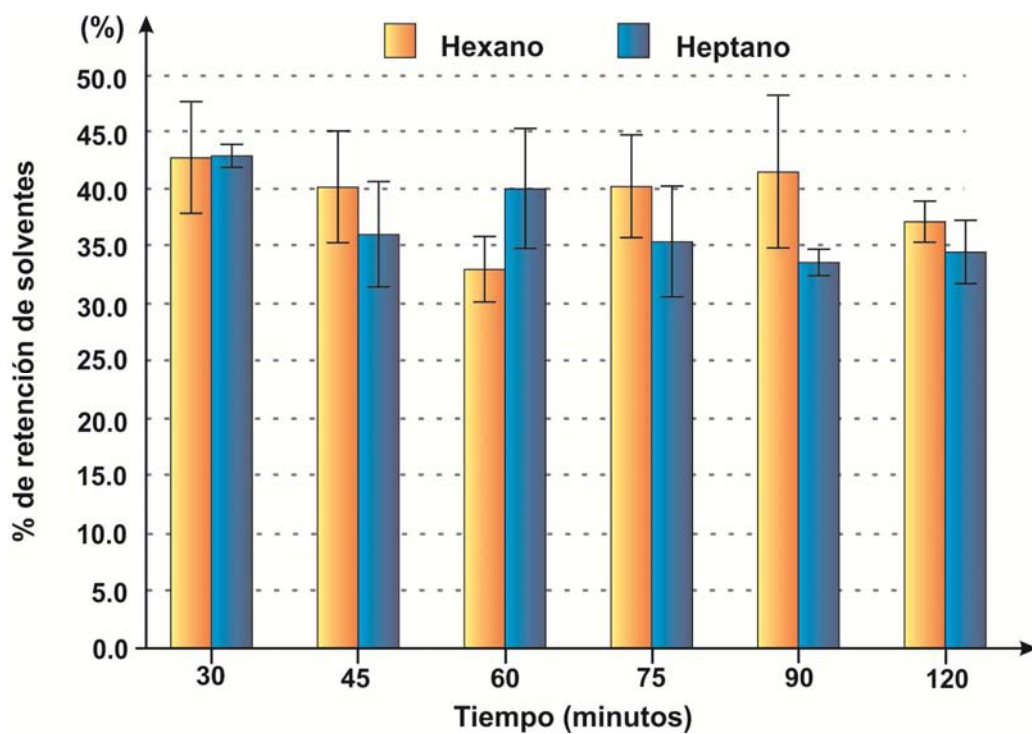


Figura 17. Porcentaje de retención de solventes heptano y hexano para la cinética de extracción mediante tratamiento de explosión de vapor de 50 Kpa/1 minuto.

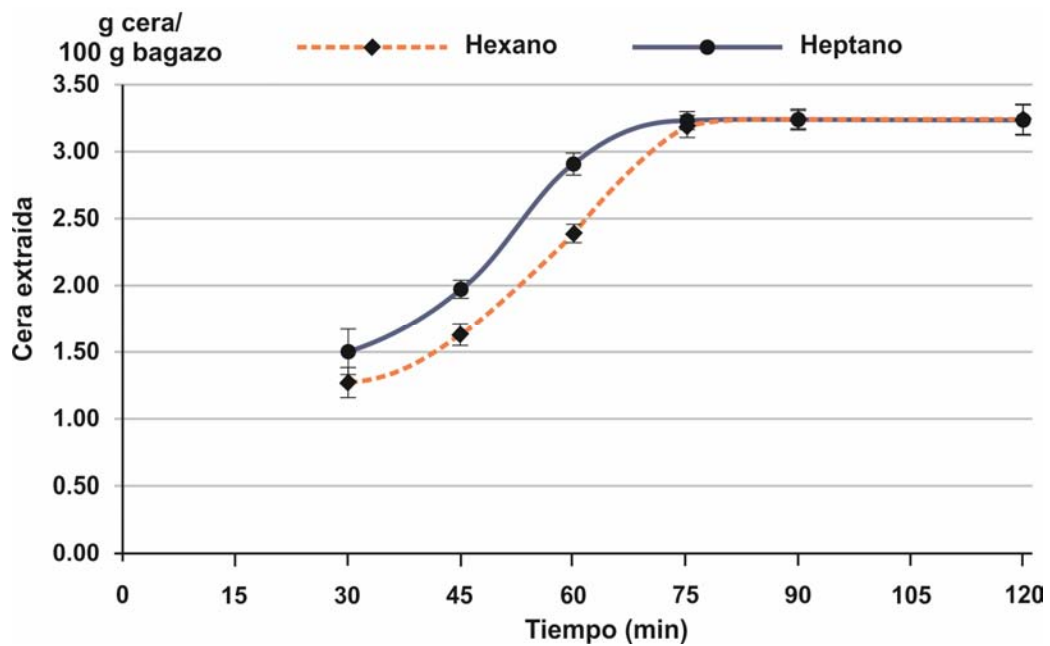


Figura 18. Cinética de extracción de cera bruta mediante tratamiento de explosión de vapor en 100 Kpa/1 minuto.

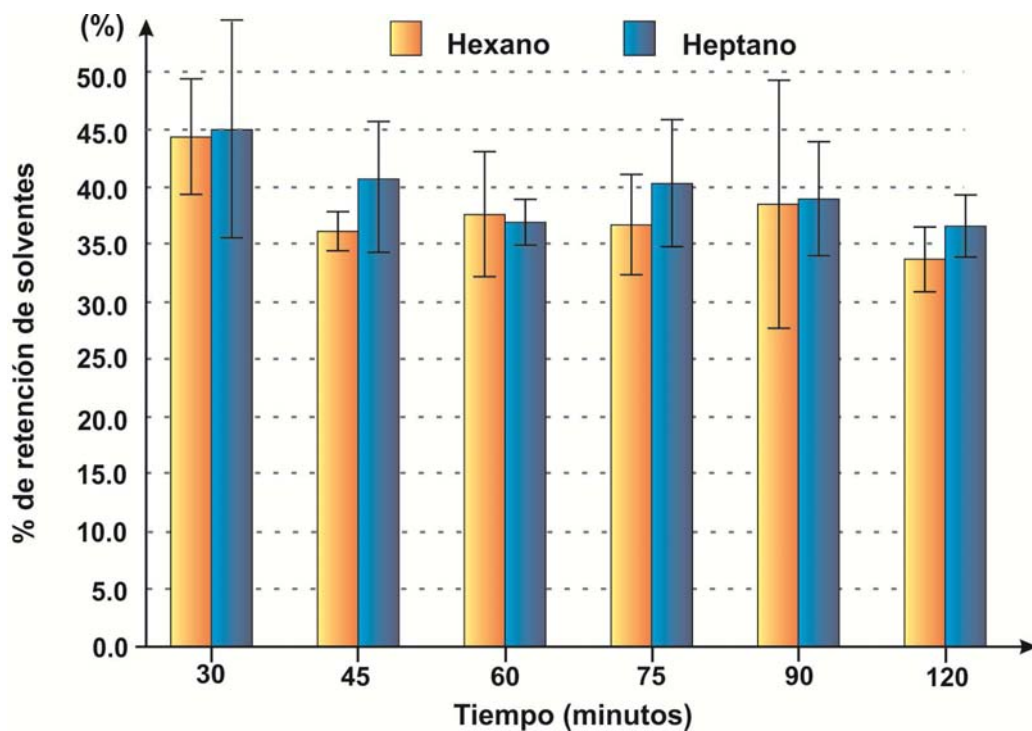


Figura 19. Porcentaje de retención de solventes heptano y hexano para la cinética de extracción mediante tratamiento de explosión de vapor en 50 Kpa/1 minuto.

7.7. EVALUACIÓN DEL CAMBIO DEL PODER CALORÍFICO DEL BAGAZO DE CAÑA DE AZÚCAR

Se evaluó el cambio del poder calorífico presente en las muestras tratadas con ambos solventes como una alternativa para identificar la viabilidad de regenerar el bagazo de caña a la línea principal de combustión una vez se realice el proceso de extracción de la cera bruta. El resultado se muestra en la tabla 15 y permite visualizar que existe un incremento del poder calorífico en las muestras tratadas debido a la cantidad de solvente retenido que se presenta con un residuo.

Tabla 15. Cambio del poder calorífico del bagazo de caña según solvente empleado.

Tratamiento	Energía Bruta (Kcal /Kg)
Bagazo sin tratamiento de extracción	4121.65
Bagazo tratado con hexano	6060.67
Bagazo tratado con heptano	9751.47

El resultado muestra que la cantidad de energía ganada es alrededor de un 50% para el uso con hexano y de más de un 100% para el uso del heptano, lo cual es debido a la alta volatilidad del hexano sobre el heptano y a su facilidad para ser empleados como combustibles.

Para el caso de las muestras de hexano, existe una alta volatilidad del solvente una vez se separa del proceso y el tiempo que trascorra hasta ser llevado a combustión afecta de forma negativa sobre el calor que pueda generar su combustión, lo que explica la alta diferencia sobre la utilización de heptano como solvente, el cual es menos volátil y se conserva por mayor tiempo sobre todo en las muestras que han sido sometidas a tratamiento de explosión de vapor. Este resultado muestra que el proceso de reutilizar el bagazo de caña posteriormente se ha extraído la cera de forma conjunta con el bagazo no tratado a la línea principal de combustión en caldera es altamente viable, debido al incremento de su poder calorífico y reducción hasta cero de residuos de material biológico o solventes no regenerables.

7.8. MODELAMIENTO DE LA CINÉTICA DE EXTRACCIÓN

Los modelos de extracción matemáticos obtenidos tanto para el tratamiento de combinación de solventes (100%) mostrados en la figura 20, y los tratamientos de explosión de vapor favorables de V.50.1 mostrado en la figura 21 y de V.100.1 mostrado en la figura 22, son evaluados para el uso de ambos solventes. Los resultados ilustrados en la tabla 16, indican que el modelamiento resultante presenta un alto grado de ajuste a los datos experimentales según el coeficiente de correlación superior a 0.90 en todos los casos. Sin embargo la mayoría de puntos que presentan mayor dispersión y evita un mayor valor de coeficiente de correlación se encuentran relacionados con los muestreos efectuados en los primeros tiempos, lo cual puede ser ocasionado por la aparición de variaciones o parámetros no previstos que alteran el proceso hasta que se supere esta fase de transición y se alcance una condición estable en la cual desaparezca o se reduzca la interferencia de dichas variaciones (Janssen & Täuber, 2005).

Tabla 16. Modelamiento matemático realizado para las cinéticas de extracción.

Tratamiento	Solvente	B	D	Error estándar S	Coefficiente de correlación R
100 %	Heptano	18.8353	1.6073×10^{-3}	0.360610	0.937838
100 %	Hexano	6.8971	5.9626×10^{-3}	0.454419	0.920167
V.50.1	Heptano	3.8440	1.9585×10^{-2}	0.238763	0.985719
V.50.1	Hexano	4.8051	1.1168×10^{-2}	0.374400	0.932989
V.100.1	Heptano	3.8585	1.9376×10^{-2}	0.271216	0.946805
V.100.1	Hexano	4.5546	1.2463×10^{-2}	0.346311	0.937994

Para los procesos de extracción evaluados en compuestos biológicos se plantea la existencia de variables que explican el desarrollo y la trayectoria del proceso, tales como variedades, condiciones del material, relación y pureza del solvente e incluso condiciones ambientales (Cassel & Vargas, 2006). Sin embargo el modelamiento planteado se resume a la aparición de dos constantes de

extracción, las cuales muestran las propiedades o relación de propiedades propias de cada tratamiento.

La velocidad de extracción para las cinéticas de extracción está relacionada proporcionalmente con la magnitud de la constante “D”, la cual representa la tasa de cambio e incremento de la recuperación del metabolito deseado (Kumoro & Hasan, 2006). Los tratamientos realizados mediante el proceso de explosión de vapor en un minuto muestran ser altamente más significativos en la reducción del tiempo del proceso de extracción al relacionarse con los tratamientos sin explosión de vapor, los cuales presentan valores inferiores.

La disponibilidad de extracción del metabolito está representada por medio de la constante “B”, la cual representa la cantidad máxima de metabolito que puede ser atraído por el solvente (Kumoro & Hasan, 2006). Esto representa que para los tratamientos amaizados, la mayor afinidad entre el solvente y los metabolitos está representada por la utilización de heptano como solvente.

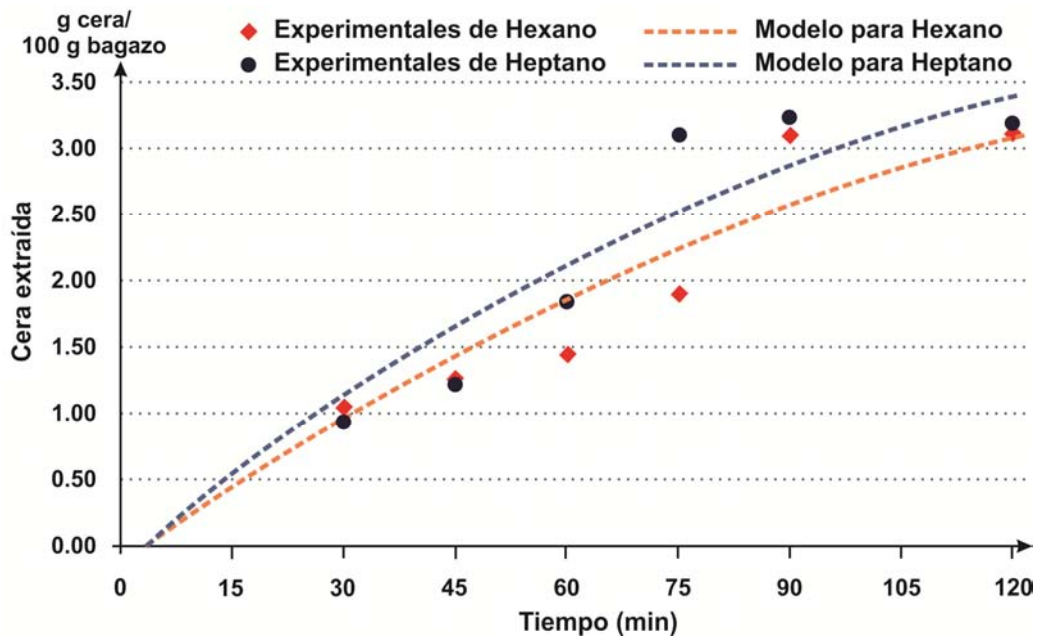


Figura 20. Modelamiento matemático para cinética de extracción bajo tratamiento de combinación de solventes. Datos para hexano (◆); Datos para heptano (●); Modelamiento para hexano (---); Modelamiento para heptano (---).

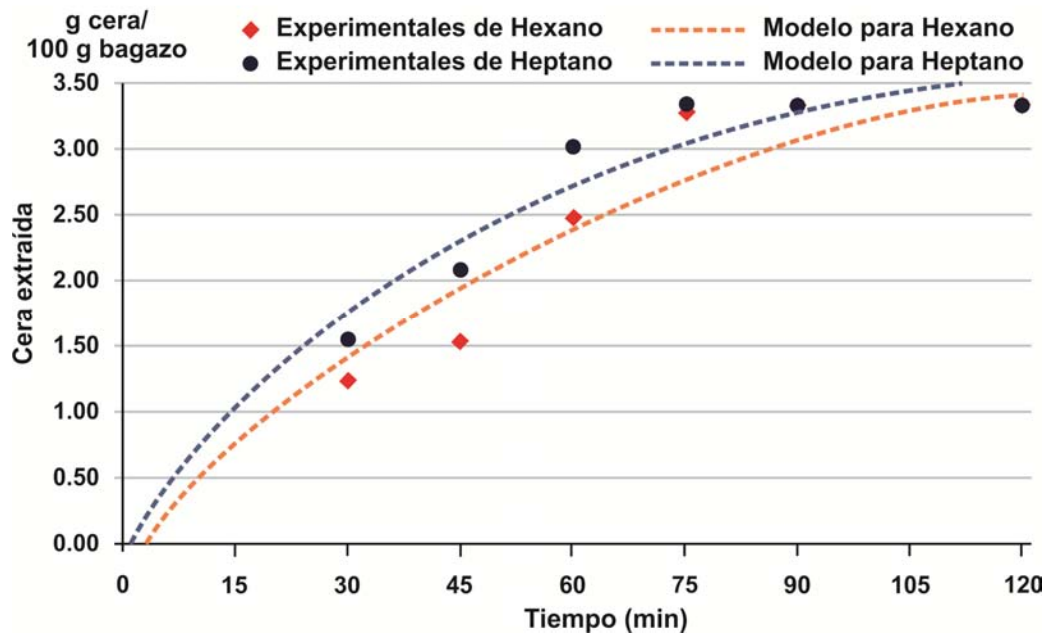


Figura 21. Modelamiento matemático para cinética de extracción bajo tratamiento de explosión de vapor a 50 Kpa y 1 minuto. Datos para hexano (◆); Datos para heptano (●); Modelamiento para hexano (---); Modelamiento para heptano (---).

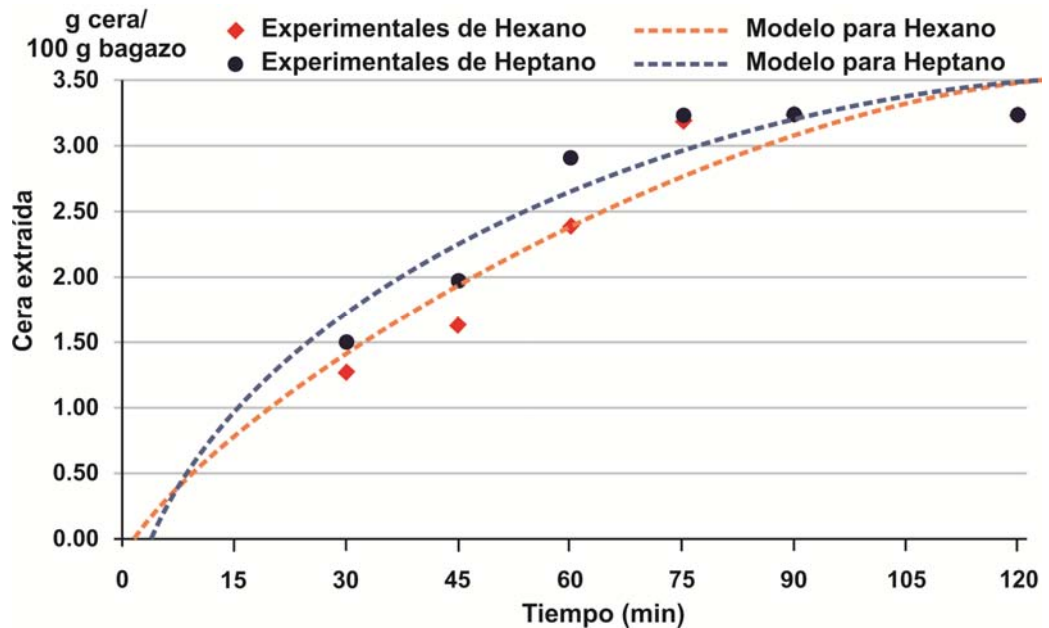


Figura 22. Modelamiento matemático para cinética de extracción bajo tratamiento de explosión de vapor a 100 Kpa y 1 minuto. Datos para hexano (◆); Datos para heptano (●); Modelamiento para hexano (---); Modelamiento para heptano (---).

Esto indica que los resultados del proceso de extracción al combinar la capacidad de retención y extracción del metabolito y la tasa de extracción representadas respectivamente por las constantes "B y D" indica que la mejor condición de extracción industrial puede ser llevada a cabo por medio de utilización de heptano como solvente de extracción en conjunción con la utilización de un tratamiento de explosión de vapor a presiones bajas y tiempos cortos de contacto para reducir el tiempo total del proceso.

Además las figuras 20, 21 y 22, ilustran un comportamiento creciente que proyecta el periodo de estabilidad o linealidad por encima de los puntos máximos de extracción (a 120 minutos), a pesar de los datos correspondientes a este tiempo representan la extracción casi total de la cera bruta. Esta diferencia en forma conjunta con la diferencia perteneciente a los puntos iniciales de extracción (a 30 minutos) puede ocasionarse a la intervención del solvente en estado gaseoso. Él cual, permite acelerar la tasa de extracción pero se no involucra directamente con la extracción de a cera, dado que su función se representa en la extracción de los metabolitos hasta la superficie del material biológico, más no su arrastre hasta el contenedor, lo cual está en función del solvente en estado líquido.

8. CONCLUSIONES

La utilización de bagazo de caña para la obtención de compuestos activos representa una fuente potencial de extracción de metabolitos secundarios presentes en la cera cruda, la cual puede ser obtenida de forma no destructiva mediante el uso adecuado de heptano y hexano. El proceso demuestra que se puede extraer alrededor de 3.2 gramos de cera por cada 100 gramos de bagazo de caña, lo cual representa alrededor de un 90% a 95% del total de la cera presente, en un tiempo entre 75 a 90 minutos. Esto permitiría su posible utilización en línea como un paso previo antes de su proceso de combustión en caldera.

El proceso de percolación continua implementado presenta resultados altamente favorables debido a la capacidad de utilizar las propiedades del solvente en estado líquido y en estado gaseoso en forma conjunta. El proceso reduce de forma considerable el tiempo global de extracción a un tiempo de 90 minutos para el material en fresco y de un tiempo de 75 a 80 minutos si se trata el material biológico por explosión de vapor. Además reduce la relación de uso de solvente/material biológico en comparación con otros tipos de extracción utilizados industrialmente.

La utilización preferente de heptano sobre el hexano conlleva a la obtención de mejores rendimientos sin importar el tipo de tratamiento efectuado al solvente o al material biológico, esto demuestra la mayor afinidad de los compuestos presentes en el bagazo de caña representada por el octacosanol. Además debido a su mayor poder de solvatación y menor volatilidad, se facilita e incrementa su recuperación una vez se termina el proceso de extracción.

El tratamiento de combinación de solventes muestra resultados favorables en procesos de sustitución de solventes tanto para el uso de heptano como para el uso de hexano como solventes. Para el caso del heptano, la sustitución de

heptano/agua puede realizarse en un 90%/10% sin generar ningún cambio significativo y hasta en un 70%/30% presentándose pequeños cambios en la cantidad de cera bruta obtenida, pero conservando estable la cantidad de solvente global y parcial recuperado, debido a que el agua también efectúa el ciclo de extracción sustituyendo al solvente apolar atrapado dentro del bagazo. Para el caso del uso de hexano, la sustitución de hexano/agua se puede realizar hasta en un 90%/10% sin alterar de forma negativa la cantidad de cera bruta y la cantidad de solvente parcial recuperado, debido a que el agua solamente interfiere en la transferencia de calor hacia el solvente apolar sin interferir en el ciclo de extracción.

El tratamiento de explosión de vapor conlleva a resultados negativos si se efectúa de forma prolongada o a presiones altas, debido a la degradación de la estructura fibrilar y la liberación de los metabolitos. Sin embargo en periodos de exposición cortos (1 minuto), el tratamiento muestra resultados favorables, debido a la baja cantidad de agua retenida que favorece la corrección por humedad, la expansión de las estructuras fibrilares sin ocasionar su degradación que disminuye el tiempo de extracción necesario y el incremento de la cantidad de solvente que se puede recuperar debido a expansión fibrilar.

9. RECOMENDACIONES

La aplicación del proceso de extracción por medio de percolación continua se investigó en el bagazo de caña, el cual es un material biológico previamente tratado en los ingenios en procesos de molienda, extracción y lavado para la extracción del contenido de azúcares, lo cual a la vez favorece la exposición de otros compuestos dentro de la estructura fibrilar. Por lo cual se sugiere la implementación y la investigación en un mayor número de materiales biológicos con características físicas y químicas diferentes para identificar la idoneidad de su utilización como un método de extracción general sólido-líquido o solamente es aplicable a una gama de materiales biológicos.

Dentro del tratamiento de explosión de vapor los mejores tiempos de contacto que generan la expansión fibrilar sin afectar su estructura o los componentes en ella se obtuvieron en el menor tiempo de estudio de 1 minuto. Por lo cual es necesario el estudio de sistemas de contacto continuo con menores tiempos de contacto que favorezcan un proceso de implementación en línea como una alternativa de uso industrial para este material o materiales celulósicos semejantes.

La cantidad de solvente recuperado se encuentra relacionada de forma inversa con la cantidad de solvente retenido en la estructura del bagazo de caña y la volatilidad de los mismos solventes. Los tratamientos empleados redujeron de forma considerable la cantidad de solvente retenido al afectar la estructura del material biológico o sustituir los solventes apolares por solventes polares preferentes a la estructura de bagazo. Por lo cual es recomendable el estudio de otros posibles tratamientos que influyan tanto al solvente como al material a tratar y de sistemas con mayor control que permitan reducir la pérdida de solvente con el fin de aumentar de forma considerable la cantidad de solvente que se puede recuperar después del proceso de extracción.

10. REFERENCIAS

- Athukorala Y. & Mazza G. (2010). Supercritical carbon dioxide and hexane extraction of wax from triticale straw: Content, composition and thermal properties. *Industrial Crops and Products*. 31: 550 - 556.
- Avila T. B., Hernández P. A. (2007). Universidad Autónoma Metropolitana. Revalorización de los subproductos de la caña de azúcar. *División de ciencias básicas e ingeniería*. México.
- Balcinde Y., Tirado S., Pérez C., Falero A., Martí E., Pineda M., Hung B. R. (2005). Cromatografía en capa delgada para la separación de los componentes del producto obtenido a partir de cera cruda de caña de azúcar. *Revista CENIC Ciencias Químicas*. 36: 1- 7
- Ballesteros I., Ballesteros M., Cara C., Sáez F., Castro E., Manzanares P., Negro M. J., Oliva J.M. (2011). Effect of water extraction on sugars recovery from steam exploded olive tree pruning. *Bioresource Technology*. 102: 6611 – 6616
- Boussarsar H., Rogé B., Mathlouthi M. (2009). Optimization of sugarcane bagasse conversion by hydrothermal treatment for the recovery of xylose. *Bioresource Technology*. 100: 6537 - 6542
- Cardona C. A., Quintero J. A., Paz I. C. (2010). Production of bioethanol from sugarcane bagasse: Status and perspectives. *Bioresource Technology*. 101: 4754 – 4766
- Carrasco C., Baudel H. M., Sendelius J., Modig T., Roslander C., Galbe M., Hahn-Hägerdal B., Zacchi G., Lidén G. (2010). SO₂-catalyzed steam pretreatment and fermentation of enzymatically hydrolyzed sugarcane bagasse. *Enzyme and Microbial Technology*. 46: 64 - 73
- Cassel E. & Vargas R. (2006). Experiments and Modeling of the *Cymbopogon winterianus* Essential Oil Extraction by Steam Distillation. *Journal of Mexican Chemistry Society*. 50: 126 - 129
- Chen D., Guo Y., Huang R., Lub Q., Huang J. (2010). Pretreatment by ultra-high pressure explosion with homogenizer facilitates cellulase digestion of sugarcane bagasses. *Bioresource Technology*. 101: 5592 - 5600

- Cheng K., Cai B., Zhang J., Ling H., Zhou Y., Ge J., Xu J. (2008). Sugarcane bagasse hemicellulose hydrolysate for ethanol production by acid recovery process. *Biochemical Engineering Journal*. 38: 105 - 109
- Contreras A. M., Rosa E., Pérez M., Van Langenhove H., Dewulf J. (2009). Comparative Life Cycle Assessment of four alternatives for using by-products of cane sugar production. *Journal of Cleaner Production*. 17: 772 - 779
- Dasa P., Ganesha A., Wangikar P. (2004). Influence of pretreatment for deashing of sugarcane bagasse on pyrolysis products. *Biomass and Bioenergy*. 27: 445 - 457
- De Lucas A., García A., Alvarez A., Gracia I. (2007). Supercritical extraction of long chain *n*-alcohols from sugar cane crude wax. *Journal of Supercritical Fluids*. 41: 267 - 271
- Diasa M. O., Ensinasa A. V., Nebrac S. A., Filhoa R. M., Rossella C. E., Wolf Maciel M. E. (2009). Production of bioethanol and other bio-based materials from sugarcane bagasse: Integration to conventional bioethanol production process. *Chemical engineering research and design* 87: 1206 - 1216
- Díaz L., Guerrero L., Hidalgo A., Villanueva G., Rodríguez E. (2000a). Influencia de diferentes variables en la extracción de cera cruda. *Centro Azúcar*. 3: 59 - 62
- Díaz L., Guerrero L., Villanueva G. (2000b). Influencia de la temperatura del heptano en la extracción de las fracciones de la cera cruda. *Centro Azúcar*. 4 29 - 31
- Duarte J. M., Novoa A. V., Linares A. F., Lajolo F. M., Genovese M. I. (2006). Antioxidant Activity of Phenolics Compounds From Sugar Cane (*Saccharum officinarum* L.) Juice. *Plant Foods for Human Nutrition* 61: 187 - 192.
- Duarte J. M., Salatino A., Genovese M. I., Lajolo F. M. (2011). Phenolic composition and antioxidant activity of culms and sugarcane (*Saccharum officinarum* L.) products. *Food Chemistry*. 125: 660 - 664
- Dutra L. J. (2010). Processo simplificado para a produção de concentrado de ácidos graxos de cadeia longa (D-003) a partir da cera de cana-de-açúcar (*Saccharum officinarum* L.). *Universidade estadual de campinas faculdade de engenharia de alimentos. Departamento de tecnologia de alimentos*. Campinas. Brasil.

Ensikat H. J., Boese M., Mader M., Barthlott W., Koch K. (2006). Crystallinity of plant epicuticular waxes: electron and X-ray diffraction studies. *Chemistry and Physics of Lipids*. 144: 45 – 59.

Ensinas A. V., Nebra S. A., Lozano M. A., Serra L. M. (2007). Analysis of process steam demand reduction and electricity generation in sugar and ethanol production from sugarcane. *Energy Conversion and Management*. 48: 2978 - 2987

Ewanick S. & Bura R. (2011). The effect of biomass moisture content on bioethanol yields from steam pretreated switchgrass and sugarcane bagasse. *Bioresource Technology*. 102: 2651 - 2658

FAOSTAT (2010). FAOSTAT Agricultural Production. Database. Disponible en: <<http://faostat.fao.org/site/567/DesktopDefault.aspx?PageID=567#ancor>> (Consultado en Octubre, 2010).

Fernández L., Más R., Illnait J., Fernández J. C. (1998). Policosanol: results of a postmarketing surveillance study of 27,879 patients. *Current Therapeutic Research*. 59: 717 - 727

Ferrer J. R., Páez G., Arenas L., Chandler C., Mármol Z., Sandoval L. (2002). Cinética de la hidrólisis ácida de bagacillo de caña de azúcar. *Revista de Facultad de Agronomía*. Universidad de Zulia (LUZ). 19: 23 - 33

García A., García M. A., Ribas M., Brown A. (2003). Recuperación de cera de cutícula de caña de azúcar mediante separación mecánica y extracción con solventes. *Grasas y Aceites*. 54: 169 - 174

Georges P., Sylvestre M., Ruegger H., Bourgeois P. (2006). Ketosteroids and hydroxyketosteroids, minor metabolites of sugarcane wax. *Steroids*. 71: 647 - 652

Gouni I. & Berthold H. K. (2001). Policosanol: Clinical pharmacology and therapeutic significance of a new lipid-lowering agent. *American Heart Journal*. 143: 354 - 365

Grethlein, H. E., Converse, A. O. (2011). Common aspects of acid prehydrolysis and steam explosion for pretreating wood. *Bioresource Technology* 1991 (36) (1), 77 -82.

Gupta N., Tripathi S., Balomajumder C. (2011). Characterization of pressmud: A sugar industry waste. *Fuel*. 90: 389 - 394

Irmak S., Dunford N. T., Milligan J. (2006). Policosanol contents of beeswax, sugar cane and wheat extracts. *Food Chemistry*. 95: 312–318

Ishaq M. N., Olaoye G.(2009). Cane yield attributes and heritability of juice quality characters in sugarcane under moisture deficit conditions. *Sugar Technology* 11(4): 360 - 367

Islam M. R., Parveen M., Haniu H. (2010). Properties of sugarcane waste-derived bio-oils obtained by fixed-bed fire-tube heating pyrolysis. *Bioresource Technology*. 101: 4162 - 4168

Janssen H. K. & Täuber U. C. (2005). The field theory approach to percolation processes. *Annals of Physics*. 315: 147 - 192

Jeoh T. (1998). Steam Explosion Pretreatment of Cotton Gin Waste for Fuel Ethanol Production. Biological Systems Engineering. Virginia Polytechnic Institute and State University. Blacksburg, Virginia, USA.

Kaar W. E., Gutierrez C. V., Kinoshita C. M. (1998). Steam explosion of sugarcane bagasse as a pretreatment for conversion to ethanol. *Biomass and Bioenergy*. 14: 277 - 287

Kadam U.S., Ghosh S.B., Strayo D., Suprasanna P., Devasagayam T.P., Bapat V. A. (2008). Antioxidant activity in sugarcane juice and its protective role against radiation induced DNA damage. *Food Chemistry*. 106: 1154 - 1160

Kent J. A. & Riegel R. (1963). Animal and Vegetable Fats, Oils, and Waxes. *Kent and Riegel's handbook of industrial chemistry and biotechnology*. 1549 - 1656.

Darani K. K. & Zoghi A. (2008). Comparison of pretreatment strategies of sugarcane bagasse: Experimental design for citric acid production. *Bioresource Technology*. 99: 6986 - 6993

Kling, S. H., Carvalho, N. C., Ferrara, M. A., Torres, J. R., Magalhaes, D. B., Ryu, D. Y. (1987). Enhancement of enzymatic hydrolysis of sugarcane bagasse by steam explosion pre-treatment. *Biotechnology and Bioengineering*. 29: 1035 - 1039

Kokta B. V. & Ahemd A. (1998). Steam Explosion Pulping. *Environmentally Friendly Technologies for the Pulp and Paper Industry*. John Wiley & Sons Inc. 191 - 214

Kumoro A. C. & Hasan M. (2006). Modelling of Andrographolide Extraction from *Andrographis Paniculata* Leaves in a Soxhlet Extractor. *1st International*

Conference on Natural Resources Engineering & Technology. Putrajaya, Malaysia, 664 - 670

Lake A. W. (1976). Recovery of sugar cane wax. *United States Patent*. Chemical Services Limited. Johannesburg, Sur Africa.

Laopaiboon P., Thani A., Leelavatcharamas V., Laopaiboon L. (2010). Acid hydrolysis of sugarcane bagasse for lactic acid production. *Bioresource Technology*. 101: 1036 - 1043

Laser M., Schulman D., Allen S. G., Lichawa J., Antal M., Lind L. R. (2002). A comparison of liquid hot water and steam pretreatments of sugar cane bagasse for bioconversion to ethanol. *Bioresource technology*. 81: 33 - 44

Ledón N., Casacó A., Ramirez D., González A., Cruz J., González R., Capote A., Tolón Z., Rojas E., Rodríguez V. J., Merino N., Rodríguez S., Ancheta O., Cano M. C. (2007). Effects of a mixture of fatty acids from sugar cane (*Saccharum officinarum* L.) wax oil in two models of inflammation: Zymosan-induced arthritis and mice tail test of psoriasis. *Phytomedicine*. 14: 690 - 695

Leguizamón C., Weller C. L., Schlegel V. L., Carr T. P. (2009). Plant Sterol and Policosanol Characterization of Hexane Extracts from Grain Sorghum, Corn and their DDGS. *Journal of American Oil Chemistry Society*. 86: 707 - 716

Lu X., Kalman B., Redelius P. (2008). A new test method for determination of wax content in crude oils. *Residues and bitumens*. Fuel 87: 1543 - 1551

Lutz H., Esuoso K., Kutubuddin M., Bayer E. (1998). Low temperature conversion of sugar cane by products. *Biomass and Bioenergy*. 15: 155 - 162,

Martínez R., Castro I., Oliveros M. (2002). Characterization of products from sugar cane mud. *Journal of the Mexican Chemical Society*. 46: 64 - 66

Más R., Rivas P., Izquierdo J. E., Hemíndez R., Fernández L., Fernández J., Orta S. D., Illnait J., Ricardo Y. (1999). Pharmaco epidemiologic Study of Policosanol. *Current therapeutic research*. 60: 458 - 467

Molina V., Arruzazabala M. L., Carbajal D., Más R. (2002). D-003, a potential antithrombotic compound isolated from sugar cane wax with effects on arachidonic acid metabolites. *Prostaglandins, Leukotrienes and Essential Fatty Acids*. 67: 19 - 24

Moure A., Cruz J. M., Franco D., Domínguez J. M., Sineiro J., Domínguez H., Núñez M. J., Parajo J. C. (2001). Natural antioxidants from residual sources. *Review of Food Chemistry*. 72: 145 - 171

Mulinari D. R., Voorwald H. J., Cioffi M. O., da Silva M. L., Luz S. M. (2009). Preparation and properties of HDPE/sugarcane bagasse cellulose composites obtained for thermokinetic mixer. *Carbohydrate Polymers*. 75: 317 - 321

Oliaro S., Gaudino E. C., Mantegna S., Giraud E., Meda C., Viola F., Cravotto G. (2009). Regulation of HMGCoA Reductase Activity by Policosanol and Octacosadienol, a New Synthetic Analogue of Octacosanol. *Lipids*. 44: 907 - 916

Paiva R. & Morabito R. (2009). An optimization model for the aggregate production planning of a Brazilian sugar and ethanol milling company. *Ann Oper Res* 169: 117 - 130

Pandey A., Soccol C., Nigam P., Soccol V. (2000a). Biotechnological potential of agro-industrial residues. I: sugarcane bagasse. *Bioresource Technology*. 74: 69 - 80

Pandey A., Soccol C., Nigam P., Soccol V. (2000a). Biotechnological potential of agro-industrial residues. II: sugarcane bagasse. *Bioresource Technology*. 74: 81 - 87

Pellegrini L. F. & de Oliveira Jr. S. (2007). Exergy analysis of sugarcane bagasse gasification. *Energy*. 32: 314 - 327

Pérez C., Falero A., Hung B. R., Tirado S., Balcinde Y. (2005). Bioconversion of phytosterols to androstanes by mycobacteria growing on sugar cane mud. *Journal of Indian Microbiol Biotechnol*. 32: 83 - 86

Phukan A. C., Boruah R. K. (1999). Extraction and evaluation of microcrystalline wax from press mud waste of the sugar industry. *Separation and Purification Technology*. 17: 189 - 194

Pons P., Illnait J., Más R., Rodríguez M. Alemán C. Fernández J. C., Fernández L., Martín M. (1997). A comparative study of policosanol versus probucol in patients with hypercholesterolemia. *Current therapeutic research*. 58: 26 - 35

- Purcell D. E., Leonard G. J., O'Shea M. G., Kokot S. (2005). A chemometrics investigation of sugarcane plant properties based on the molecular composition of epicuticular wax. *Chemometrics and Intelligent Laboratory Systems*. 76: 135 - 147
- Remedios P. D. & Puyáns L. G. (2001a). Incidencia de la temperatura y la composición sobre las características reológicas de la cera-resina y cera refinada de caña de azúcar. *Centro Azúcar*. 3: 16 - 23
- Remedios P. D., Puyáns L. G. (2001b). Características reológicas de la cera-resina y cera refinada de caña de azúcar. *Tecnología química*. 3: 5 - 14
- Rezanka T. & Sigler K. (2006) Identification of very long chain fatty acids from sugar cane wax by atmospheric pressure chemical ionization liquid chromatography–mass spectroscopy. *Phytochemistry*. 67: 916 - 923
- Sampietro D. A., Vattuone M. A., Isla M. I. (2006). Plant growth inhibitors isolated from sugarcane (*Saccharum officinarum* L.) straw. *Journal of Plant Physiology*. 163: 837 - 846
- Sampietro D. A., Vattuone M. A., Isla M. I. (2006). Plant growth inhibitors isolated from sugarcane (*Saccharum officinarum* L.) straw. *Journal of Plant Physiology*. 163: 837 - 846
- SAS INSTITUTE INC. (1993). SAS user's guide. Statistics, versión 6.03 Edition. SAS Institute Inc., Cary, NC.
- Stransky K., Zarevucka M., Valterov M., Wimmer Z. (2006). Gas chromatographic retention data of wax esters. *Journal of Chromatography A*. 1128: 208 - 219
- Taylor, A. K. (2000). From raw sugar to raw materials. *Chemical Innovation*. 45–48.
- Teixeira F. A., Vieira A., Valter P. N. (2007). Bagaço de cana-de-açúcar na alimentação de bovinos. *Revista electrónica de Veterinaria*. 6: 1695 - 7504
- Tillán J., Ribas M. C., Castro I., Carrillo C. (2002). Actividad antiinflamatoria de extractos de derivados de La caña de azúcar. *Revista Cubana de Plantas Medicinales*. 7: 77 - 9
- Tsai W. T., Lee M. K., Chang Y. M. (2006). Fast pyrolysis of rice straw, sugarcane bagasse and coconut shell in an induction-heating reactor. *Journal of Analytical and Applied pyrolysis*. 76: 230 - 237

Verdecia F, Padilla A, Calcines D (1987). Procedimiento industrial para el aislamiento de la mezcla de fitosteroles de la fracción de aceite de la cera de caña de azúcar. Patente Cubana CU 21593 A1. Cuba

Viola F., Oliaro S., Binello A., Cravotto G. (2008). Policosanol: updating and perspectives. *Mediterran Journal of Nutrition Metabolism*. 1: 77 - 83

Walford S. N. (2002). Applications of ion chromatography in cane sugar research and process problems. *Journal of Chromatography A*. 956: 187 - 199

Wei Y., Lu J. J., Sun W. D. (2004). New developments in sugar-based products and cane by-products utilization in China. *Sugarcane Technology*. 6(4): 281 - 284

Wright C. M., Zielke J. C., Whayne T. F. (2005). Policosanol, an Aliphatic Alcohol Sugarcane Derivative: Use in Patients Intolerant of or Inadequately Responsive to Statin Therapy. *International Journal of Angiology*. 13: 173 - 175

Xua X., Yaob F., Wub Q., Zhou D. (2009). The influence of wax-sizing on dimension stability and mechanical properties of bagasse particleboard. *Industrial crops and products*. 29: 80 - 85

11. ANEXOS

ANEXO A.

CARACTERÍSTICAS DE EQUIPOS PERSONALIZADOS UTILIZADOS

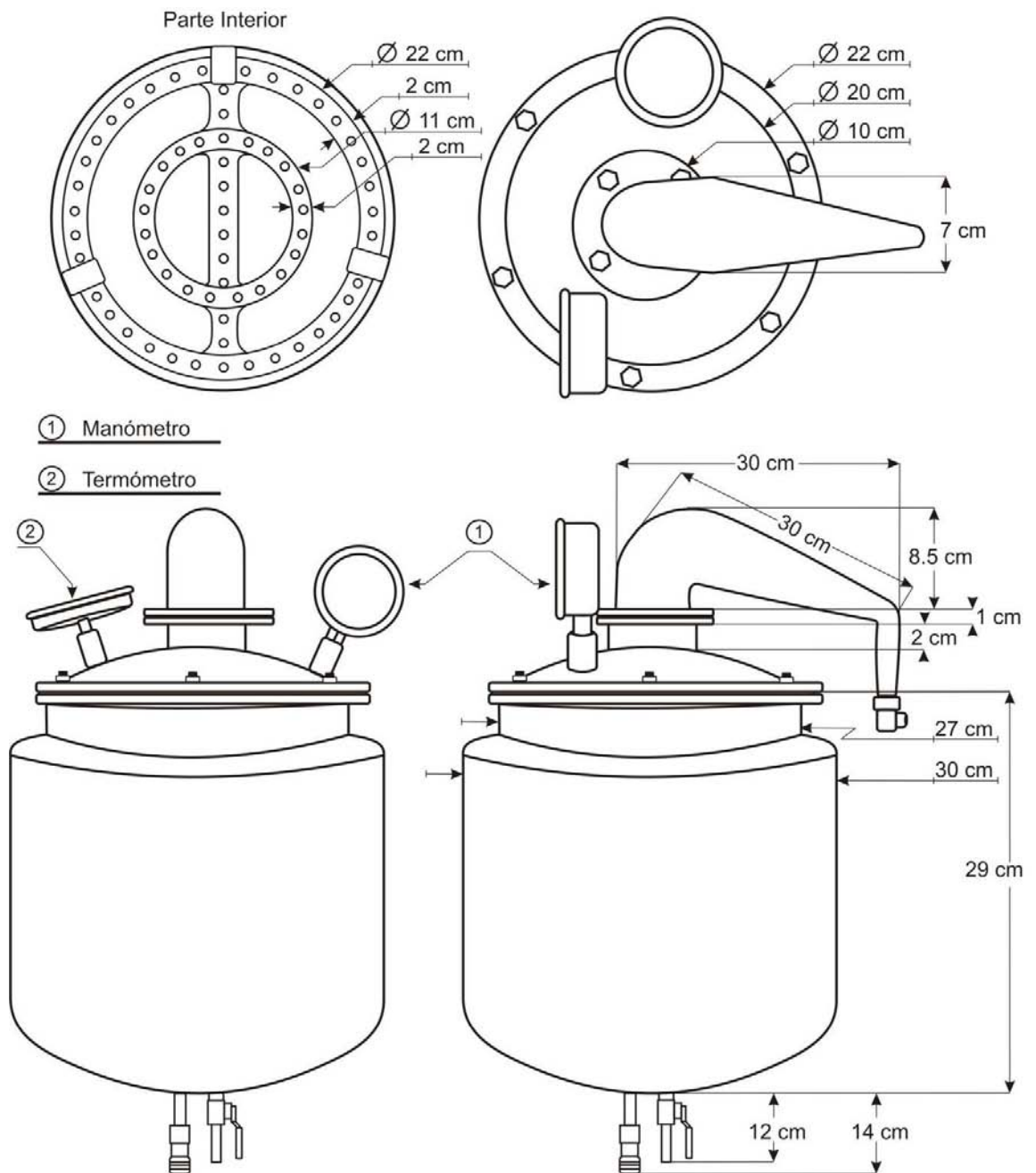


Figura 23. Reactor de 10 litros utilizado para el tratamiento de explosión de vapor.

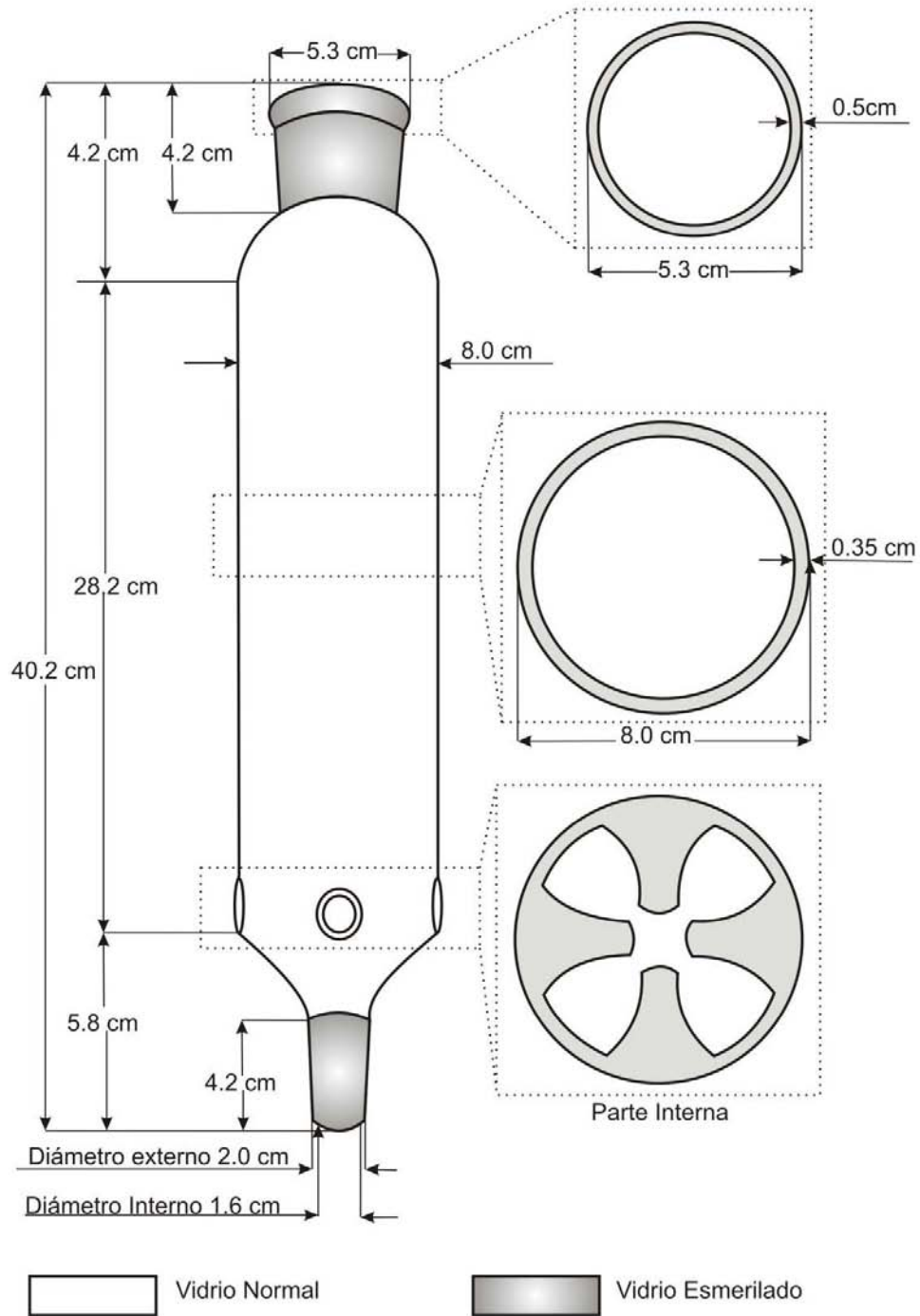


Figura 24. Modelo y dimensiones del percolador utilizado en la extracción.

ANEXO B.
CARACTERÍSTICAS DE LOS SOLVENTES EMPLEADOS

HEXANO. Marca "Laboratorio *Chemi*"

Reactivo nivel analítico. Purificado y secado por tratamiento fisicoquímico.

Contenido analizado por cromatografía de gases (CG)

n – hexano	99,9 %
Acido libre	0,002 %
Hierro	0,0001 %
No volátiles	0,001 %
Agua	0,01 %

Composición química	C_6H_{14} ; $CH_3(C_2H_2)_4CH_3$
Punto de ebullición	68° C
Peso molecular	86,18 g/mol
Densidad (20° C)	0,66 Kg/L

HEPTANO. Marca "*Honeywell Burdick & Jackson*"

Reactivo nivel analítico.

Contenido analizado por cromatografía de gases (CG)

n – heptano	99,47 %
Agua	0,0016 %
Residuos	<0,001 %

Composición química	C_7H_{16} ; $CH_3(C_2H_2)_5CH_3$
Punto de ebullición	98° C
Peso molecular	100,21 g/mol
Densidad (20° C)	0,6837 Kg/L

ANEXO C.

MEZCLAS DE SOLVENTES UTILIZADAS COMO TRATAMIENTO



Solventes 100% Heptano; 0% Agua



Solventes 100% Hexano; 0% Agua



Solventes 90% Heptano; 10% Agua



Solventes 90% Hexano; 10% Agua



Solventes 80% Heptano; 20% Agua



Solventes 80% Hexano; 20% Agua



Solventes 70% Heptano; 30% Agua



Solventes 70% Hexano; 30% Agua



Solventes 60% Heptano; 40% Agua



Solventes 60% Hexano; 40% Agua



Extracto bruto en heptano



Extracto bruto en hexano



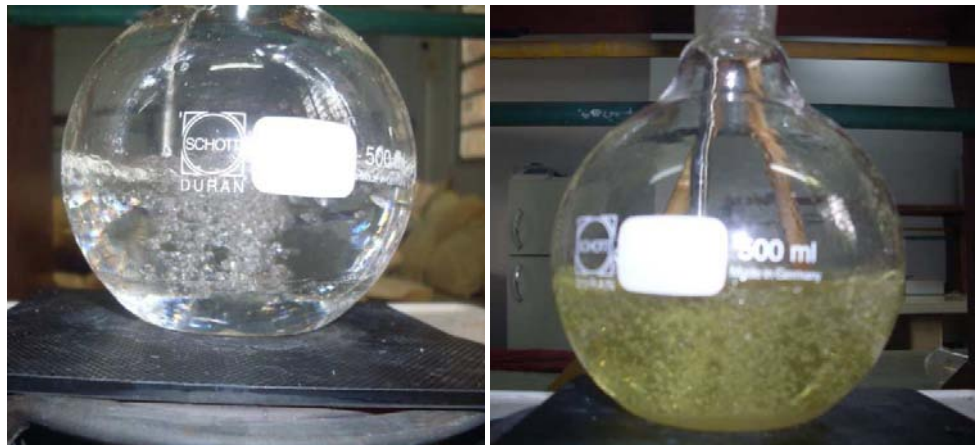
Cera conservada en heptano.
Relación 1:1



Cera conservada en hexano.
Relación 1:1

ANEXO D.

FOTOS ILUSTRATIVAS DEL PROCESO DE EXTRACCIÓN



ANEXO E.

RESULTADOS DE LOS ANÁLISIS ESTADÍSTICOS

CINETICAS 11:58 Saturday, April 2, 2011 1
Cinetica de extraccion

Procedimiento ANOVA
Información de nivel de clase

Clase	Niveles	Valores
TIEMPO	6	30 45 60 75 90 120

Número de observaciones leídas	18
Número de observaciones usadas	18

CINETICAS 11:58 Saturday, April 2, 2011 2
Cinetica de extraccion

Procedimiento ANOVA
Variable dependiente: CrHpNormal

Fuente	DF	Suma de cuadrados	Cuadrado de la media	F-Valor	Pr > F
Modelo	5	16.20880000	3.24176000	1451.53	<.0001
Error	12	0.02680000	0.00223333		
Total corregido	17	16.23560000			

R-cuadrado	Coef Var	Raíz MSE	CrHpNormal Media
0.998349	2.097255	0.047258	2.253333

Fuente	DF	Anova SS	Cuadrado de la media	F-Valor	Pr > F
TIEMPO	5	16.20880000	3.24176000	1451.53	<.0001

CINETICAS 11:58 Saturday, April 2, 2011 3
Cinetica de extraccion

Procedimiento ANOVA
Variable dependiente: RecHpNormal

Fuente	DF	Suma de cuadrados	Cuadrado de la media	F-Valor	Pr > F
Modelo	5	377.3480500	75.4696100	2.89	0.0612
Error	12	313.1706000	26.0975500		
Total corregido	17	690.5186500			

	R-cuadrado	Coef Var	Raíz MSE	RecHpNormal Media
	0.546470	12.38193	5.108576	41.25833

Fuente	DF	Anova SS	Cuadrado de la media	F-Valor	Pr > F
TIEMPO	5	377.3480500	75.4696100	2.89	0.0612

CINETICAS 11:58 Saturday, April 2, 2011 4

Cinetica de extraccion

Procedimiento ANOVA
Variable dependiente: CrHxNormal

Fuente	DF	Suma de cuadrados	Cuadrado de la media	F-Valor	Pr > F
Modelo	5	13.00376111	2.60075222	905.48	<.0001
Error	12	0.03446667	0.00287222		
Total corregido	17	13.03822778			

	R-cuadrado	Coef Var	Raíz MSE	CrHxNormal Media
	0.997356	2.701417	0.053593	1.983889

Fuente	DF	Anova SS	Cuadrado de la media	F-Valor	Pr > F
TIEMPO	5	13.00376111	2.60075222	905.48	<.0001

CINETICAS 11:58 Saturday, April 2, 2011 5

Cinetica de extraccion

Procedimiento ANOVA
Variable dependiente: RechNormal

Fuente	DF	Suma de cuadrados	Cuadrado de la media	F-Valor	Pr > F
Modelo	5	693.1573611	138.6314722	5.56	0.0071
Error	12	299.3242000	24.9436833		
Total corregido	17	992.4815611			

	R-cuadrado	Coef Var	Raíz MSE	RechNormal Media
	0.698408	12.47742	4.994365	40.02722

Fuente	DF	Anova SS	Cuadrado de la media	F-Valor	Pr > F
TIEMPO	5	693.1573611	138.6314722	5.56	0.0071

CINETICAS 11:58 Saturday, April 2, 2011 6

Cinetica de extraccion

Procedimiento ANOVA
Variable dependiente: CrHp50

Suma de Cuadrado de

Fuente	DF	cuadrados	la media	F-Valor	Pr > F
Modelo	5	8.39824444	1.67964889	685.57	<.0001
Error	12	0.02940000	0.00245000		
Total corregido	17	8.42764444			

R-cuadrado Coef Var Raíz MSE CrHp50 Media
0.996511 1.836262 0.049497 2.695556

Fuente	DF	Anova SS	Cuadrado de la media	F-Valor	Pr > F
TIEMPO	5	8.39824444	1.67964889	685.57	<.0001

CINETICAS 11:58 Saturday, April 2, 2011 7

Cinetica de extraccion

Procedimiento ANOVA
Variable dependiente: RecHp50

Fuente	DF	Suma de cuadrados	Cuadrado de la media	F-Valor	Pr > F
Modelo	5	194.9473111	38.9894622	2.39	0.1003
Error	12	195.7031333	16.3085944		
Total corregido	17	390.6504444			

R-cuadrado Coef Var Raíz MSE RecHp50 Media
0.499033 10.86920 4.038390 37.15444

Fuente	DF	Anova SS	Cuadrado de la media	F-Valor	Pr > F
TIEMPO	5	194.9473111	38.9894622	2.39	0.1003

CINETICAS 11:58 Saturday, April 2, 2011 8

Cinetica de extraccion

Procedimiento ANOVA
Variable dependiente: CrHp100

Fuente	DF	Suma de cuadrados	Cuadrado de la media	F-Valor	Pr > F
Modelo	5	8.52809444	1.70561889	769.45	<.0001
Error	12	0.02660000	0.00221667		
Total corregido	17	8.55469444			

R-cuadrado Coef Var Raíz MSE CrHp100 Media
0.996891 1.749880 0.047081 2.690556

Fuente	DF	Anova SS	Cuadrado de la media	F-Valor	Pr > F
TIEMPO	5	8.52809444	1.70561889	769.45	<.0001

Cinetica de extraccion

Procedimiento ANOVA
Variable dependiente: Rechp100

Fuente	DF	Suma de cuadrados	Cuadrado de la media	F-Valor	Pr > F
Modelo	5	131.6498944	26.3299789	0.57	0.7220
Error	12	554.3583333	46.1965278		
Total corregido	17	686.0082278			

R-cuadrado Coef Var Raíz MSE Rechp100 Media
0.191907 17.13072 6.796803 39.67611

Fuente	DF	Anova SS	Cuadrado de la media	F-Valor	Pr > F
TIEMPO	5	131.6498944	26.3299789	0.57	0.7220

Cinetica de extraccion

Procedimiento ANOVA
Variable dependiente: CrHx50

Fuente	DF	Suma de cuadrados	Cuadrado de la media	F-Valor	Pr > F
Modelo	5	12.99329333	2.59865867	955.19	<.0001
Error	12	0.03264667	0.00272056		
Total corregido	17	13.02594000			

R-cuadrado Coef Var Raíz MSE CrHx50 Media
0.997494 2.117700 0.052159 2.463000

Fuente	DF	Anova SS	Cuadrado de la media	F-Valor	Pr > F
TIEMPO	5	12.99329333	2.59865867	955.19	<.0001

Cinetica de extraccion

Procedimiento ANOVA
Variable dependiente: Rechx50

Fuente	DF	Suma de cuadrados	Cuadrado de la media	F-Valor	Pr > F
Modelo	5	195.1588444	39.0317689	1.54	0.2489
Error	12	303.5491333	25.2957611		
Total corregido	17	498.7079778			

	R-cuadrado	Coef Var	Raíz MSE	RechX50 Media
	0.391329	12.83979	5.029489	39.17111

Fuente	DF	Anova SS	Cuadrado de la media	F-Valor	Pr > F
TIEMPO	5	195.1588444	39.0317689	1.54	0.2489

CINETICAS 11:58 Saturday, April 2, 2011 12

Cinetica de extraccion

Procedimiento ANOVA
Variable dependiente: CrHx100

Fuente	DF	Suma de cuadrados	Cuadrado de la media	F-Valor	Pr > F
Modelo	5	11.97329444	2.39465889	1986.35	<.0001
Error	12	0.01446667	0.00120556		
Total corregido	17	11.98776111			

	R-cuadrado	Coef Var	Raíz MSE	CrHx100 Media
	0.998793	1.387303	0.034721	2.502778

Fuente	DF	Anova SS	Cuadrado de la media	F-Valor	Pr > F
TIEMPO	5	11.97329444	2.39465889	1986.35	<.0001

CINETICAS 11:58 Saturday, April 2, 2011 13

Cinetica de extraccion

Procedimiento ANOVA
Variable dependiente: RechX100

Fuente	DF	Suma de cuadrados	Cuadrado de la media	F-Valor	Pr > F
Modelo	5	189.2638667	37.8527733	0.82	0.5574
Error	12	552.8147333	46.0678944		
Total corregido	17	742.0786000			

	R-cuadrado	Coef Var	Raíz MSE	RechX100 Media
	0.255046	17.96383	6.787333	37.78333

Fuente	DF	Anova SS	Cuadrado de la media	F-Valor	Pr > F
TIEMPO	5	189.2638667	37.8527733	0.82	0.5574

CINETICAS 11:58 Saturday, April 2, 2011 14

Cinetica de extraccion

Procedimiento ANOVA

Prueba del rango múltiple de Duncan para CrHpNormal

Alpha 0.05
 Error Degrees of Freedom 12
 Error de cuadrado medio 0.002233

Número de medias	2	3	4	5	6
Rango crítico	.08407	.08800	.09038	.09195	.09305

Duncan Agrupamiento	Media	N	TIEMPO
A 3.19667 3 120			
A	3.16667	3	90
A	3.12000	3	75
B	1.87000	3	60
C	1.23000	3	45
D	0.93667	3	30

CINETICAS 11:58 Saturday, April 2, 2011 15

Cinetica de extraccion

Procedimiento ANOVA

Prueba del rango múltiple de Duncan para RecHpNormal

Alpha 0.05
 Error Degrees of Freedom 12
 Error de cuadrado medio 26.09755

Número de medias	2	3	4	5	6
Rango crítico	9.09	9.51	9.77	9.94	10.06

Duncan Agrupamiento	Media	N	TIEMPO
A 47.987 330			
BA	45.673	3	45
BA C	41.483	3	75
BA C	40.917	3	60
B C	35.917	390	
C	35.573	3120	

CINETICAS 11:58 Saturday, April 2, 2011 16

Cinetica de extraccion

Procedimiento ANOVA

Alpha 0.05
 Error Degrees of Freedom 12
 Error de cuadrado medio 0.002872

Número de medias	2	3	4	5	6
Rango crítico	.0953	.0998	.1025	.1043	.1055

Duncan Agrupamiento	Media	N	TIEMPO
---------------------	-------	---	--------

A	3.13000	3	120
A	3.12333	3	90
B	1.90667	3	75
C	1.45667	3	60
D	1.25667	3	45
E	1.03000	3	30

CINETICAS 11:58 Saturday, April 2, 2011 17
Cinetica de extraccion

Procedimiento ANOVA

Alpha 0.05
Error Degrees of Freedom 12
Error de cuadrado medio 24.94368

Número de medias	2	3	4	5	6	
Rango crítico		8.885	9.300	9.551	9.718	9.833

Duncan Agrupamiento		Media	N	TIEMPO
A	48.210	3	30	A 48.753 3 45
				B 39.097 3 60
				B 35.763 3 90
				B 34.550 3 75
				B 33.790 3 120

CINETICAS 11:58 Saturday, April 2, 2011 18
Cinetica de extraccion

Procedimiento ANOVA

Prueba del rango múltiple de Duncan para CrHp50

Alpha 0.05
Error Degrees of Freedom 12
Error de cuadrado medio 0.00245

Número de medias	2	3	4	5	6
Rango crítico	.08806	.09217	.09466	.09631	.09745

Duncan Agrupamiento		Media	N	TIEMPO
A	3.25000	3	120	A 3.24333 3 90
				A 3.23000 3 75
				B 2.91667 3 60
				C 2.02333 3 45
				D 1.51000 3 30

CINETICAS 11:58 Saturday, April 2, 2011 19
Cinetica de extraccion

Procedimiento ANOVA

Prueba del rango múltiple de Duncan para Rechp50

Alpha 0.05
 Error Degrees of Freedom 12
 Error de cuadrado medio 16.30859

		Número de medias		2	3	4	5	6
		Rango crítico		7.184	7.520	7.723	7.858	7.951
		Duncan Agrupamiento		Media	N	TIEMPO		
A	43.043	3	30					
		B	A	39.967	3	60		
		B	A	36.157	3	45		
		B	A	35.513	3	75		
		B		34.530	3	120		
		B		33.717	3	90		

CINETICAS 11:58 Saturday, April 2, 2011 20

Cinetica de extraccion

Procedimiento ANOVA

Prueba del rango múltiple de Duncan para CrHp100

Alpha 0.05
 Error Degrees of Freedom 12
 Error de cuadrado medio 0.002217

		Número de medias		2	3	4	5	6
		Rango crítico		.08376	.08767	.09004	.09161	.09270
		Duncan Agrupamiento		Media	N	TIEMPO		
A	3.25333	3	120					
		A		3.24000	3	90		
		A		3.23667	3	75		
		B		2.90333	3	60		
		C		2.01000	3	45		
		D		1.50000	3	30		

CINETICAS 11:58 Saturday, April 2, 2011 21

Cinetica de extraccion

Procedimiento ANOVA

Prueba del rango múltiple de Duncan para Rechp100

Alpha 0.05
 Error Degrees of Freedom 12
 Error de cuadrado medio 46.19653

		Número de medias		2	3	4	5	6
		Rango crítico		12.09	12.66	13.00	13.23	13.38
		Duncan Agrupamiento		Media	N	TIEMPO		
A	44.710	3	30					
		A		40.623	3	45		
		A		40.170	3	75		
		A		39.010	3	90		

A	36.980	3	60
A	36.563	3	120

CINETICAS 11:58 Saturday, April 2, 2011 22

Cinetica de extraccion

Procedimiento ANOVA
 Prueba del rango múltiple de Duncan para CrHx50
 Alpha 0.05
 Error Degrees of Freedom 12
 Error de cuadrado medio 0.002721

Número de medias	2	3	4	5	6
Rango crítico	.0928	.0971	.0998	.1015	.1027

	Duncan	Agrupamiento	Media	N	TIEMPO
A	3.24667	3 120			
		A	3.23767	3	90
		A	3.19533	3	75
		B	2.42600	3	60
		C	1.47700	3	45
		D	1.19533	3	30

CINETICAS 11:58 Saturday, April 2, 2011 23

Cinetica de extraccion

Procedimiento ANOVA
 Prueba del rango múltiple de Duncan para Rechx50
 Alpha 0.05
 Error Degrees of Freedom 12
 Error de cuadrado medio 25.29576

Número de medias	2	3	4	5	6
Rango crítico	8.947	9.365	9.619	9.786	9.902

	Duncan	Agrupamiento	Media	N	TIEMPO
A	42.887	330			
		BA	41.583	3	90
		BA	40.293	3	75
		BA	40.237	3	45
		BA	37.070	3	120
		B	32.957	360	

CINETICAS 11:58 Saturday, April 2, 2011 24

Cinetica de extraccion

Procedimiento ANOVA
 Prueba del rango múltiple de Duncan para CrHx100
 Alpha 0.05
 Error Degrees of Freedom 12
 Error de cuadrado medio 0.001206

Número de medias	2	3	4	5	6
Rango crítico	.06177	.06465	.06640	.06756	.06836

	Duncan	Agrupamiento	Media	N	TIEMPO
A	3.24667	3	120		
		A	3.24000	3	90
		A	3.23667	3	75
		B	2.42667	3	60
		C	1.61000	3	45
		D	1.25667	3	30

CINETICAS

11:58 Saturday, April 2, 2011 25

Cinetica de extraccion

Procedimiento ANOVA
Prueba del rango múltiple de Duncan para Rechx100

Alpha 0.05
Error Degrees of Freedom 12
Error de cuadrado medio 46.06789

Número de medias	2	3	4	5	6
Rango crítico	12.07	12.64	12.98	13.21	13.36

Duncan	Agrupamiento	Media	N	TIEMPO
A		44.260	3	30
A		38.443	3	90
A		37.523	3	60
A		36.693	3	75
A		36.053	3	45
A		33.727	3	120

EXTRACCIÓN NORMAL CON HEXANO 10:13 Friday, April 1, 2011 1
ANALISIS NORMAL CON HEXANO

Procedimiento ANOVA
Información de nivel de clase

Clase	Niveles	Valores
DISOL	5	100% 60% 70% 80% 90%

Número de observaciones leídas 15
Número de observaciones usadas 15

EXTRACCIÓN NORMAL CON HEXANO 10:13 Friday, April 1, 2011 2
ANALISIS NORMAL CON HEXANO

Procedimiento ANOVA
Variable dependiente: RETENCIONSOL

Fuente	DF	Suma de cuadrados	Cuadrado de la media	F-Valor	Pr > F
Modelo	4	2124.199240	531.049810	77.99	<.0001
Error	10	68.093933	6.809393		

Total corregido 14 2192.293173

R-cuadrado Coef Var Raíz MSE RETENCIONSOL Media
 0.968939 12.11159 2.609481 21.54533

Fuente	DF	Anova SS	Cuadrado de la media	F-Valor	Pr > F
DISOL	4	2124.199240	531.049810	77.99	<.0001

EXTRACCIÓN NORMAL CON HEXANO 10:13 Friday, April 1, 2011 3
 ANALISIS NORMAL CON HEXANO

Procedimiento ANOVA
 Variable dependiente: CERA

Fuente	DF	Suma de cuadrados	Cuadrado de la media	F-Valor	Pr > F
Modelo	4	15.32569333	3.83142333	318.58	<.0001
Error	10	0.12026667	0.01202667		
Total corregido	14	15.44596000			

R-cuadrado Coef Var Raíz MSE CERA Media
 0.992214 6.209862 0.109666 1.766000

Fuente	DF	Anova SS	Cuadrado de la media	F-Valor	Pr > F
DISOL	4	15.32569333	3.83142333	318.58	<.0001

EXTRACCIÓN NORMAL CON HEXANO 10:13 Friday, April 1, 2011 4
 ANALISIS NORMAL CON HEXANO

Procedimiento ANOVA
 Variable dependiente: RECCERA

Fuente	DF	Suma de cuadrados	Cuadrado de la media	F-Valor	Pr > F
Modelo	4	14289.20176	3572.30044	321.82	<.0001
Error	10	111.00140	11.10014		
Total corregido	14	14400.20316			

R-cuadrado Coef Var Raíz MSE RECCERA Media
 0.992292 6.187667 3.331687 53.84400

Fuente	DF	Anova SS	Cuadrado de la media	F-Valor	Pr > F
DISOL	4	14289.20176	3572.30044	321.82	<.0001

EXTRACCIÓN NORMAL CON HEXANO 10:13 Friday, April 1, 2011 5
 ANALISIS NORMAL CON HEXANO

Procedimiento ANOVA
 Variable dependiente: SOLVRECUP

Fuente	DF	Suma de cuadrados	Cuadrado de la media	F-Valor	Pr > F
Modelo	4	10277.63820	2569.40955	16.70	0.0002
Error	10	1538.90193	153.89019		
Total corregido	14	11816.54013			
	R-cuadrado	Coef Var	Raíz MSE	SOLVRECUP Media	
	0.869767	18.45104	12.40525	67.23333	

Fuente	DF	Anova SS	Cuadrado de la media	F-Valor	Pr > F
DISOL	4	10277.63820	2569.40955	16.70	0.0002

EXTRACCIÓN NORMAL CON HEXANO 10:13 Friday, April 1, 2011 6
ANALISIS NORMAL CON HEXANO

Procedimiento ANOVA
Variable dependiente: AGUARECUP

Fuente	DF	Suma de cuadrados	Cuadrado de la media	F-Valor	Pr > F
Modelo	4	7423.394173	1855.848543	439.96	<.0001
Error	10	42.182200	4.218220		
Total corregido	14	7465.576373			
	R-cuadrado	Coef Var	Raíz MSE	AGUARECUP Media	
	0.994350	6.054687	2.053831	33.92133	

Fuente	DF	Anova SS	Cuadrado de la media	F-Valor	Pr > F
DISOL	4	7423.394173	1855.848543	439.96	<.0001

EXTRACCIÓN NORMAL CON HEXANO 10:13 Friday, April 1, 2011 7
ANALISIS NORMAL CON HEXANO

Procedimiento ANOVA
Variable dependiente: AGUARETEN

Fuente	DF	Suma de cuadrados	Cuadrado de la media	F-Valor	Pr > F
Modelo	4	619.4522400	154.8630600	38.98	<.0001
Error	10	39.7275333	3.9727533		
Total corregido	14	659.1797733			
	R-cuadrado	Coef Var	Raíz MSE	AGUARETEN Media	
	0.939732	33.41640	1.993177	5.964667	

Cuadrado de

Fuente	DF	Anova SS	la media	F-Valor	Pr > F
DISOL	4	619.4522400	154.8630600	38.98	<.0001

EXTRACCIÓN NORMAL CON HEXANO 10:13 Friday, April 1, 2011 8
ANALISIS NORMAL CON HEXANO

Procedimiento ANOVA
Variable dependiente: RECTOTAL

Fuente	DF	Suma de cuadrados	Cuadrado de la media	F-Valor	Pr > F
Modelo	4	271.0684933	67.7671233	1.94	0.1806
Error	10	349.7164667	34.9716467		
Total corregido	14	620.7849600			

R-cuadrado 0.436654 Coef Var 11.66085 Raíz MSE 5.913683 RECTOTAL Media 50.71400

Fuente	DF	Anova SS	Cuadrado de la media	F-Valor	Pr > F
DISOL	4	271.0684933	67.7671233	1.94	0.1806

EXTRACCIÓN NORMAL CON HEXANO 10:13 Friday, April 1, 2011 9
ANALISIS NORMAL CON HEXANO

Procedimiento ANOVA
Variable dependiente: RECSOLO

Fuente	DF	Suma de cuadrados	Cuadrado de la media	F-Valor	Pr > F
Modelo	4	1308.072373	327.018093	5.20	0.0158
Error	10	628.382467	62.838247		
Total corregido	14	1936.454840			

R-cuadrado 0.675499 Coef Var 19.46150 Raíz MSE 7.927058 RECSOLO Media 40.73200

Fuente	DF	Anova SS	Cuadrado de la media	F-Valor	Pr > F
DISOL	4	1308.072373	327.018093	5.20	0.0158

EXTRACCIÓN NORMAL CON HEXANO 10:13 Friday, April 1, 2011 10
ANALISIS NORMAL CON HEXANO

Procedimiento ANOVA
Prueba del rango múltiple de Duncan para RETENCIONSOL

Alpha 0.05

Error Degrees of Freedom 10
 Error de cuadrado medio 6.809393

Número de medias	2	3	4	5
Rango crítico	4.747	4.961	5.087	5.167

Medias con la misma letra no son significativamente diferentes.

Duncan Agrupamiento	Media	N	DISOL
A	36.730	3	70%
A	35.050	3	90%
B	14.433	3	60%
B	13.180	3	100%
C	8.333	3	80%

EXTRACCIÓN NORMAL CON HEXANO 10:13 Friday, April 1, 2011 11
 ANALISIS NORMAL CON HEXANO

Procedimiento ANOVA
 Prueba del rango múltiple de Duncan para CERA

Alpha 0.05
 Error Degrees of Freedom 10
 Error de cuadrado medio 0.012027

Número de medias	2	3	4	5
Rango crítico	.1995	.2085	.2138	.2172

Duncan Agrupamiento	Media	N	DISOL
A	3.04333	3	90%
A	2.95667	3	100%
B	1.08000	3	80%
C B	0.89667	3	70%
C	0.85333	3	60%

EXTRACCIÓN NORMAL CON HEXANO 10:13 Friday, April 1, 2011 12
 ANALISIS NORMAL CON HEXANO

Procedimiento ANOVA
 Prueba del rango múltiple de Duncan para RECCERA

Alpha 0.05
 Error Degrees of Freedom 10
 Error de cuadrado medio 11.10014

Número de medias	2	3	4	5
Rango crítico	6.061	6.334	6.494	6.597

Duncan Agrupamiento	Media	N	DISOL
A	92.837	3	90%
A	90.210	3	100%
B	32.917	3	80%
C B	27.267	3	70%

C 25.990 3 60%

EXTRACCIÓN NORMAL CON HEXANO 10:13 Friday, April 1, 2011 13
ANALISIS NORMAL CON HEXANO

Procedimiento ANOVA
Prueba del rango múltiple de Duncan para SOLVRECUP

Alpha 0.05
Error Degrees of Freedom 10
Error de cuadrado medio 153.8902

Número de medias	2	3	4	5
Rango crítico	22.57	23.58	24.18	24.56

Duncan Agrupamiento	Media	N	DISOL
A	110.60	3	100%
B	73.49	3	90%
B	72.05	3	80%
C	40.23	3	60%
C	39.78	3	70%

EXTRACCIÓN NORMAL CON HEXANO 10:13 Friday, April 1, 2011 14
ANALISIS NORMAL CON HEXANO

Procedimiento ANOVA
Prueba del rango múltiple de Duncan para AGUARECUP

Alpha 0.05
Error Degrees of Freedom 10
Error de cuadrado medio 4.21822

Número de medias	2	3	4	5
Rango crítico	3.736	3.905	4.004	4.067

Duncan Agrupamiento	Media	N	DISOL
A	63.250	3	60%
B	49.847	3	70%
C	36.793	3	80%
D	19.717	3	90%
E	0.000	3	100%

EXTRACCIÓN NORMAL CON HEXANO 10:13 Friday, April 1, 2011 15
ANALISIS NORMAL CON HEXANO

Procedimiento ANOVA
Prueba del rango múltiple de Duncan para AGUARETEN

Alpha 0.05
Error Degrees of Freedom 10
Error de cuadrado medio 3.972753

Número de medias	2	3	4	5
Rango crítico	3.626	3.789	3.885	3.947
Duncan Agrupamiento	Media	N	DISOL	
A	16.560	3	60%	
B	10.077	3	70%	
C	2.920	3	80%	
C	0.267	3	90%	
C	0.000	3	100%	

EXTRACCIÓN NORMAL CON HEXANO 10:13 Friday, April 1, 2011 16
ANALISIS NORMAL CON HEXANO

Procedimiento ANOVA
Prueba del rango múltiple de Duncan para RECTOTAL

Alpha 0.05
Error Degrees of Freedom 10
Error de cuadrado medio 34.97165

Número de medias	2	3	4	5
Rango crítico	10.76	11.24	11.53	11.71
Duncan Agrupamiento	Media	N	DISOL	
A	55.303	3	100%	
A	54.880	3	80%	
A	51.863	3	60%	
A	46.647	3	90%	
A	44.877	3	70%	

EXTRACCIÓN NORMAL CON HEXANO 10:13 Friday, April 1, 2011 17
ANALISIS NORMAL CON HEXANO

Procedimiento ANOVA
Prueba del rango múltiple de Duncan para RECSOLO

Alpha 0.05
Error Degrees of Freedom 10
Error de cuadrado medio 62.83825

Número de medias	2	3	4	5
Rango crítico	14.42	15.07	15.45	15.70
Duncan Agrupamiento	Media	N	DISOL	
A	55.303	3	100%	
B A	45.437	3	80%	
B A C	40.863	3	90%	
B C	33.600	3	60%	
C	28.457	3	70%	

EXTRACCIÓN NORMAL CON HEPTANO 09:47 Friday, April 1, 2011 37
ANALISIS NORMAL CON HEPTANO

Procedimiento ANOVA
 Información de nivel de clase

Clase	Niveles	Valores
DISOL	5	100% 60% 70% 80% 90%

Número de observaciones leídas	16
Número de observaciones usadas	16

EXTRACCIÓN NORMAL CON HEPTANO 09:47 Friday, April 1, 2011 38
 ANALISIS NORMAL CON HEPTANO

Procedimiento ANOVA
 Variable dependiente: RETENCIONSOL

Fuente	DF	Suma de cuadrados	Cuadrado de la media	F-Valor	Pr > F
Modelo	4	842.3503937	210.5875984	30.56	<.0001
Error	11	75.7946000	6.8904182		
Total corregido	15	918.1449937			

R-cuadrado	Coef Var	Raíz MSE	RETENCIONSOL Media
0.917448	4.844497	2.624961	54.18438

Fuente	DF	Anova SS	Cuadrado de la media	F-Valor	Pr > F
DISOL	4	842.3503937	210.5875984	30.56	<.0001

EXTRACCIÓN NORMAL CON HEPTANO 09:47 Friday, April 1, 2011 39
 ANALISIS NORMAL CON HEPTANO

Procedimiento ANOVA
 Variable dependiente: CERA

Fuente	DF	Suma de cuadrados	Cuadrado de la media	F-Valor	Pr > F
Modelo	4	6.71512708	1.67878177	148.25	<.0001
Error	11	0.12456667	0.01132424		
Total corregido	15	6.83969375			

R-cuadrado	Coef Var	Raíz MSE	CERA Media
0.981788	3.942225	0.106415	2.69937

Fuente	DF	Anova SS	Cuadrado de la media	F-Valor	Pr > F
DISOL	4	6.71512708	1.67878177	148.25	<.0001

EXTRACCIÓN NORMAL CON HEPTANO 09:47 Friday, April 1, 2011 40
 ANALISIS NORMAL CON HEPTANO

Procedimiento ANOVA

Variable dependiente: RECCERA

Fuente	DF	Suma de cuadrados	Cuadrado de la media	F-Valor	Pr > F
Modelo	4	6240.528458	1560.132115	150.53	<.0001
Error	11	114.008742	10.364431		
Total corregido	15	6354.537200			

R-cuadrado 0.982059 Coef Var 3.910341 Raíz MSE 3.219384 RECCERA Media 82.33000

Fuente	DF	Anova SS	Cuadrado de la media	F-Valor	Pr > F
DISOL	4	6240.528458	1560.132115	150.53	<.0001

EXTRACCIÓN NORMAL CON HEPTANO 09:47 Friday, April 1, 2011 41
ANALISIS NORMAL CON HEPTANO

Procedimiento ANOVA
Variable dependiente: SOLVRECUP

Fuente	DF	Suma de cuadrados	Cuadrado de la media	F-Valor	Pr > F
Modelo	4	4479.088044	1119.772011	11.51	0.0006
Error	11	1070.508300	97.318936		
Total corregido	15	5549.596344			

R-cuadrado 0.807102 Coef Var 11.16294 Raíz MSE 9.865036 SOLVRECUP Media 88.37313

Fuente	DF	Anova SS	Cuadrado de la media	F-Valor	Pr > F
DISOL	4	4479.088044	1119.772011	11.51	0.0006

EXTRACCIÓN NORMAL CON HEPTANO 09:47 Friday, April 1, 2011 42
ANALISIS NORMAL CON HEPTANO

Procedimiento ANOVA
Variable dependiente: AGUARECUP

Fuente	DF	Suma de cuadrados	Cuadrado de la media	F-Valor	Pr > F
Modelo	4	2905.974375	726.493594	141.30	<.0001
Error	11	56.557400	5.141582		
Total corregido	15	2962.531775			

R-cuadrado 0.980909 Coef Var 17.74782 Raíz MSE 2.267506 AGUARECUP Media 12.77625

Fuente	DF	Anova SS	Cuadrado de la media	F-Valor	Pr > F

DISOL 4 2905.974375 726.493594 141.30 <.0001

EXTRACCIÓN NORMAL CON HEPTANO 09:47 Friday, April 1, 2011 43
ANALISIS NORMAL CON HEPTANO

Procedimiento ANOVA
Variable dependiente: AGUARETEN

Fuente	DF	Suma de cuadrados	Cuadrado de la media	F-Valor	Pr > F
Modelo	4	4756.402467	1189.100617	233.07	<.0001
Error	11	56.120733	5.101885		
Total corregido	15	4812.523200			

R-cuadrado 0.988339 Coef Var 9.150234 Raíz MSE 2.258735 AGUARETEN Media 24.68500

Fuente	DF	Anova SS	Cuadrado de la media	F-Valor	Pr > F
DISOL	4	4756.402467	1189.100617	233.07	<.0001

EXTRACCIÓN NORMAL CON HEPTANO 09:47 Friday, April 1, 2011 44
ANALISIS NORMAL CON HEPTANO

Procedimiento ANOVA
Variable dependiente: RECTOTAL

Fuente	DF	Suma de cuadrados	Cuadrado de la media	F-Valor	Pr > F
Modelo	4	710.2833688	177.5708422	6.91	0.0049
Error	11	282.6752750	25.6977523		
Total corregido	15	992.9586438			

R-cuadrado 0.715320 Coef Var 10.01083 Raíz MSE 5.069295 RECTOTAL Media 50.63813

Fuente	DF	Anova SS	Cuadrado de la media	F-Valor	Pr > F
DISOL	4	710.2833688	177.5708422	6.91	0.0049

EXTRACCIÓN NORMAL CON HEPTANO 09:47 Friday, April 1, 2011 45
ANALISIS NORMAL CON HEPTANO

Procedimiento ANOVA
Variable dependiente: RECSOLO

Fuente	DF	Suma de cuadrados	Cuadrado de la media	F-Valor	Pr > F
Modelo	4	884.866019	221.216505	6.92	0.0049
Error	11	351.405475	31.945952		

Total corregido 15 1236.271494

R-cuadrado 0.715754 Coef Var 10.28784 Raíz MSE 5.652075 RECSOLO Media 54.93938

Fuente	DF	Anova SS	Cuadrado de la media	F-Valor	Pr > F
DISOL	4	884.8660187	221.2165047	6.92	0.0049

EXTRACCIÓN NORMAL CON HEPTANO 09:47 Friday, April 1, 2011 46
ANALISIS NORMAL CON HEPTANO

Procedimiento ANOVA
Prueba del rango múltiple de Duncan para RETENCIONSOL

Alpha 0.05
Error Degrees of Freedom 11
Error de cuadrado medio 6.890418
Media armónica de tamaño de celdas 3.157895

Número de medias	2	3	4	5		
Rango crítico			4.598	4.809	4.936	5.018

Duncan Agrupamiento

Media	N	DISOL		
A		60.213	3	70%
A		59.813	3	60%
A		59.180	3	80%
B		53.323	3	90%
C		42.340	4	100%

EXTRACCIÓN NORMAL CON HEPTANO 09:47 Friday, April 1, 2011 47
ANALISIS NORMAL CON HEPTANO

Procedimiento ANOVA
Prueba del rango múltiple de Duncan para CERA

Alpha 0.05
Error Degrees of Freedom 11
Error de cuadrado medio 0.011324
Media armónica de tamaño de celdas 3.157895

Número de medias	2	3	4	5		
Rango crítico			.1864	.1950	.2001	.2034

Duncan Agrupamiento

Media	N	DISOL		
A		3.23500	4	100%
B	A	3.11667	3	90%
B		2.96333	3	80%
	C	2.56667	3	70%
	D	1.43667	3	60%

Procedimiento ANOVA
 Prueba del rango múltiple de Duncan para RECCERA

	Alpha						0.05
	Error	Degrees of Freedom					11
Error de cuadrado medio		10.36443					
		Media armónica de tamaño de celdas					3.157895
Número de medias	2	3	4	5			
	Rango crítico		5.639	5.898	6.053	6.154	
Duncan Agrupamiento	Media	N	DISOL				
		A	98.623	4	100%		
	B	A	95.010	3	90%		
	B		90.467	3	80%		
		C	78.300	3	70%		
		D	43.820	3	60%		

Procedimiento ANOVA
 Prueba del rango múltiple de Duncan para SOLVRECUP

	Alpha						0.05
	Error	Degrees of Freedom					11
Error de cuadrado medio		97.31894					
		Media armónica de tamaño de celdas					3.157895
Número de medias	2	3	4	5			
	Rango crítico		17.28	18.07	18.55	18.86	
Duncan Agrupamiento	Media	N	DISOL				
		A	114.155	4	100%		
		B	93.227	3	90%		
	C	B	79.907	3	60%		
	C	B	77.370	3	70%		
	C		68.613	3	80%		

Procedimiento ANOVA
 Prueba del rango múltiple de Duncan para AGUARECUP

	Alpha						0.05
	Error	Degrees of Freedom					11
Error de cuadrado medio		5.141582					
		Media armónica de tamaño de celdas					3.157895
Número de medias	2	3	4	5			
	Rango crítico		3.972	4.154	4.263	4.335	

Duncan Agrupamiento	Media	N	DISOL		
	A		30.290	3	70%
	A		29.060	3	60%
	B		8.790	3	80%
	C		0.000	4	100%
	C		0.000	3	90%

EXTRACCIÓN NORMAL CON HEPTANO 09:47 Friday, April 1, 2011 51
 ANALISIS NORMAL CON HEPTANO

Procedimiento ANOVA
 Prueba del rango múltiple de Duncan para AGUARETEN

	Alpha				
			0.05		
	Error Degrees of Freedom			11	
Error de cuadrado medio		5.101885			
	Media armónica de tamaño de celdas		3.157895		
Número de medias	2	3	4	5	
	Rango crítico		3.956	4.138	4.247 4.318

Duncan Agrupamiento	Media	N	DISOL		
	A		50.847	3	60%
	B		31.120	3	80%
	B		29.697	3	70%
	C		19.990	3	90%
	D		0.000	4	100%

EXTRACCIÓN NORMAL CON HEPTANO 09:47 Friday, April 1, 2011 52
 ANALISIS NORMAL CON HEPTANO

Procedimiento ANOVA
 Prueba del rango múltiple de Duncan para RECTOTAL

	Alpha				
			0.05		
	Error Degrees of Freedom			11	
Error de cuadrado medio		25.69775			
	Media armónica de tamaño de celdas		3.157895		
Número de medias	2	3	4	5	
	Rango crítico		8.879	9.287	9.531 9.691

Duncan Agrupamiento	Media	N	DISOL		
	A		57.138	4	100%
	B A		54.550	3	60%
	B A		53.847	3	70%
	B C		46.633	3	90%
	C		38.857	3	80%

EXTRACCIÓN NORMAL CON HEPTANO 09:47 Friday, April 1, 2011 53
 ANALISIS NORMAL CON HEPTANO

Procedimiento ANOVA
 Prueba del rango múltiple de Duncan para RECSOLO

	Alpha			0.05		
Error de cuadrado medio	Error Degrees of Freedom				11	
		31.94595				
		Media armónica de tamaño de celdas	3.157895			
Número de medias	2	3	4	5		
	Rango crítico		9.90	10.36	10.63	10.80
Duncan Agrupamiento	Media	N	DISOL			
		A	66.670	3	60%	
		B	57.138	4	100%	
		B	55.277	3	70%	
		B	51.817	3	90%	
		C	43.063	3	80%	

EXPLOSIÓN DE VAPOR Y EXTRACCIÓN CON HEXANO 43
 ANALISIS PRETRATAMIENTO CON HEXANO 10:13 Friday, April 1, 2011

Procedimiento ANOVA
 Información de nivel de clase

Clase	Niveles	Valores
PRETRAT	7	PATRON V.100.1 V.100.20 V.100.5 V.50.1 V.50.20 V.50.5
		Número de observaciones leídas 21
		Número de observaciones usadas 21

EXPLOSIÓN DE VAPOR Y EXTRACCIÓN CON HEXANO 44
 ANALISIS PRETRATAMIENTO CON HEXANO 10:13 Friday, April 1, 2011

Procedimiento ANOVA
 Variable dependiente: RETSOLV

Fuente	DF	Suma de cuadrados	Cuadrado de la media	F-Valor	Pr > F
Modelo	6	1355.027533	225.837922	12.59	<.0001
Error	14	251.055867	17.932562		
Total corregido	20	1606.083400			

R-cuadrado 0.843684
 Coef Var 18.95562
 Raíz MSE 4.234686
 RETSOLV Media 22.34000

Fuente	DF	Anova SS	Cuadrado de la media	F-Valor	Pr > F
PRETRAT	6	1355.027533	225.837922	12.59	<.0001

EXPLOSIÓN DE VAPOR Y EXTRACCIÓN CON HEXANO 45
 ANALISIS PRETRATAMIENTO CON HEXANO 10:13 Friday, April 1, 2011

Procedimiento ANOVA
 Variable dependiente: CERA

Fuente	DF	Suma de cuadrados	Cuadrado de la media	F-Valor	Pr > F
Modelo	6	21.10578095	3.51763016	71.00	<.0001
Error	14	0.69360000	0.04954286		
Total corregido	20	21.79938095			

R-cuadrado Coef Var Raíz MSE CERA Media
0.968183 11.90886 0.222582 1.869048

Fuente	DF	Anova SS	Cuadrado de la media	F-Valor	Pr > F
PRETRAT	6	21.10578095	3.51763016	71.00	<.0001

EXPLOSIÓN DE VAPOR Y EXTRACCIÓN CON HEXANO 46
ANALISIS PRETRATAMIENTO CON HEXANO 10:13 Friday, April 1, 2011

Procedimiento ANOVA
Variable dependiente: RECCERA

Fuente	DF	Suma de cuadrados	Cuadrado de la media	F-Valor	Pr > F
Modelo	6	19635.32699	3272.55450	70.89	<.0001
Error	14	646.30293	46.16450		
Total corregido	20	20281.62992			

R-cuadrado Coef Var Raíz MSE RECCERA Media
0.968134 11.92118 6.794446 56.99476

Fuente	DF	Anova SS	Cuadrado de la media	F-Valor	Pr > F
PRETRAT	6	19635.32699	3272.55450	70.89	<.0001

EXPLOSIÓN DE VAPOR Y EXTRACCIÓN CON HEXANO 47
ANALISIS PRETRATAMIENTO CON HEXANO 10:13 Friday, April 1, 2011

Procedimiento ANOVA
Variable dependiente: SOLVREC

Fuente	DF	Suma de cuadrados	Cuadrado de la media	F-Valor	Pr > F
Modelo	6	6274.067048	1045.677841	5.49	0.0042
Error	14	2668.975067	190.641076		
Total corregido	20	8943.042114			

R-cuadrado Coef Var Raíz MSE SOLVREC Media
0.701558 11.75145 13.80728 117.4943

Fuente	DF	Anova SS	Cuadrado de la media	F-Valor	Pr > F
PRETRAT	6	6274.067048	1045.677841	5.49	0.0042

EXPLOSIÓN DE VAPOR Y EXTRACCIÓN CON HEXANO 48
 ANALISIS PRETRATAMIENTO CON HEXANO 10:13 Friday, April 1, 2011

Procedimiento ANOVA
 Variable dependiente: PORCSOLVREC

Fuente	DF	Suma de cuadrados	Cuadrado de la media	F-Valor	Pr > F
Modelo	6	1608.661762	268.110294	5.67	0.0036
Error	14	661.885067	47.277505		
Total corregido	20	2270.546829			

R-cuadrado 0.708491
 Coef Var 11.68031
 Raíz MSE 6.875864
 PORCSOLVREC Media 58.86714

Fuente	DF	Anova SS	Cuadrado de la media	F-Valor	Pr > F
PRETRAT	6	1608.661762	268.110294	5.67	0.0036

EXPLOSIÓN DE VAPOR Y EXTRACCIÓN CON HEXANO 49
 ANALISIS PRETRATAMIENTO CON HEXANO 10:13 Friday, April 1, 2011

Procedimiento ANOVA
 Prueba del rango múltiple de Duncan para RETSOLV

		Alpha	Error Degrees of Freedom				14
		0.05					
Error de cuadrado medio		17.93256					
Número de medias	2	3	4	5	6	7	
Rango crítico	7.416	7.771	7.990	8.138	8.243	8.320	
Duncan Agrupamiento	Media		N	PRETRAT			
A	33.113	3	V.100.5				
		B	A	29.350	3	V.100.1	
		B	A	25.437	3	V.100.20	
		B		24.687	3	V.50.5	
		B		21.960	3	V.50.1	
C	13.180	3	PATRON				
		C		8.653	3	V.50.20	

EXPLOSIÓN DE VAPOR Y EXTRACCIÓN CON HEXANO 50
 ANALISIS PRETRATAMIENTO CON HEXANO 10:13 Friday, April 1, 2011

Procedimiento ANOVA
 Prueba del rango múltiple de Duncan para CERA

	Alpha						0.05
	Error Degrees of Freedom						14
Error de cuadrado medio	0.049543						
Número de medias	2	3	4	5	6	7	
Rango crítico	.3898	.4084	.4199	.4277	.4333	.4373	
Duncan Agrupamiento	Media	N	PRETRAT				
	A	2.9567	3	PATRON			
	A	2.8767	3	V.100.1			
	A	2.7267	3	V.100.5			
	B	2.1733	3	V.50.1			
	C	1.0967	3	V.50.5			
	C	1.0300	3	V.100.20			
	D	0.2233	3	V.50.20			

EXPLOSIÓN DE VAPOR Y EXTRACCIÓN CON HEXANO 51
 ANALISIS PRETRATAMIENTO CON HEXANO 10:13 Friday, April 1, 2011

Procedimiento ANOVA
 Prueba del rango múltiple de Duncan para RECCERA

	Alpha						0.05
	Error Degrees of Freedom						14
Error de cuadrado medio	46.1645						
Número de medias	2	3	4	5	6	7	
Rango crítico	11.90	12.47	12.82	13.06	13.23	13.35	
Duncan Agrupamiento	Media	N	PRETRAT				
	A	90.210	3	PATRON			
	A	87.670	3	V.100.1			
	A	83.180	3	V.100.5			
	B	66.280	3	V.50.1			
	C	33.447	3	V.50.5			
	C	31.350	3	V.100.20			
	D	6.827	3	V.50.20			

EXPLOSIÓN DE VAPOR Y EXTRACCIÓN CON HEXANO 52
 ANALISIS PRETRATAMIENTO CON HEXANO 10:13 Friday, April 1, 2011

Procedimiento ANOVA
 Prueba del rango múltiple de Duncan para SOLVREC

	Alpha						0.05
	Error Degrees of Freedom						14
Error de cuadrado medio	190.6411						
Número de medias	2	3	4	5	6	7	
Rango crítico	24.18	25.34	26.05	26.53	26.88	27.13	
Duncan Agrupamiento	Media	N	PRETRAT				
	A	153.08	3	V.50.20			
	B A	133.61	3	V.100.20			

B	C	110.60	3	PATRON
	C	108.09	3	V.100.1
	C	107.38	3	V.100.5
	C	106.73	3	V.50.1
	C	102.96	3	V.50.5

EXPLOSIÓN DE VAPOR Y EXTRACCIÓN CON HEXANO 53
 ANALISIS PRETRATAMIENTO CON HEXANO 10:13 Friday, April 1, 2011

Procedimiento ANOVA
 Prueba del rango múltiple de Duncan para PORCSOLVREC

	Alpha						0.05
	Error	Degrees of Freedom					14
Error de cuadrado medio	47.2775						
Número de medias	2	3	4	5	6	7	
Rango crítico	12.04	12.62	12.97	13.21	13.38	13.51	

Duncan Agrupamiento		Media	N	PRETRAT
	A	76.853	3	V.50.20
B	A	67.097	3	V.100.20
B	C	55.303	3	PATRON
	C	54.090	3	V.100.1
	C	53.797	3	V.100.5
	C	53.410	3	V.50.1
	C	51.520	3	V.50.5

EXPLOSIÓN DE VAPOR Y EXTRACCIÓN CON HEPTANO 55
 ANALISIS PRETRATAMIENTO CON HEPTANO 10:13 Friday, April 1, 2011

Procedimiento ANOVA

Información de nivel de clase

Clase	Niveles	Valores
PRETRAT	7	PATRON V.100.1 V.100.20 V.100.5 V.50.1 V.50.20 V.50.5
		Número de observaciones leídas 22
		Número de observaciones usadas 22

EXPLOSIÓN DE VAPOR Y EXTRACCIÓN CON HEPTANO 56
 ANALISIS PRETRATAMIENTO CON HEPTANO 10:13 Friday, April 1, 2011

Procedimiento ANOVA
 Variable dependiente: RETSOLV

Fuente	DF	Suma de cuadrados	Cuadrado de la media	F-Valor	Pr > F
Modelo	6	1114.677762	185.779627	53.43	<.0001
Error	15	52.159333	3.477289		
Total corregido	21	1166.837095			

	R-cuadrado	Coef Var	Raíz MSE	RETSOLV Media
	0.955299	5.931050	1.864749	31.44045

Fuente	DF	Anova SS	Cuadrado de la media	F-Valor	Pr > F
PRETRAT	6	1114.677762	185.779627	53.43	<.0001

EXPLOSIÓN DE VAPOR Y EXTRACCIÓN CON HEPTANO 57
ANALISIS PRETRATAMIENTO CON HEPTANO 10:13 Friday, April 1, 2011

Procedimiento ANOVA
Variable dependiente: CERA

Fuente	DF	Suma de cuadrados	Cuadrado de la media	F-Valor	Pr > F
Modelo	6	7.17772879	1.19628813	53.86	<.0001
Error	15	0.33316667	0.02221111		
Total corregido	21	7.51089545			

R-cuadrado	Coef Var	Raíz MSE	CERA Media
0.955642	5.520704	0.149034	2.699545

Fuente	DF	Anova SS	Cuadrado de la media	F-Valor	Pr > F
PRETRAT	6	7.17772879	1.19628813	53.86	<.0001

EXPLOSIÓN DE VAPOR Y EXTRACCIÓN CON HEPTANO 58
ANALISIS PRETRATAMIENTO CON HEPTANO 10:13 Friday, April 1, 2011

Procedimiento ANOVA
Variable dependiente: RECCERA

Fuente	DF	Suma de cuadrados	Cuadrado de la media	F-Valor	Pr > F
Modelo	6	6669.788907	1111.631484	54.02	<.0001
Error	15	308.687475	20.579165		
Total corregido	21	6978.476382			

R-cuadrado	Coef Var	Raíz MSE	RECCERA Media
0.955766	5.514681	4.536426	82.26091

Fuente	DF	Anova SS	Cuadrado de la media	F-Valor	Pr > F
PRETRAT	6	6669.788907	1111.631484	54.02	<.0001

EXPLOSIÓN DE VAPOR Y EXTRACCIÓN CON HEPTANO 59
ANALISIS PRETRATAMIENTO CON HEPTANO 10:13 Friday, April 1, 2011

Procedimiento ANOVA
Variable dependiente: SOLVREC

Fuente	DF	Suma de cuadrados	Cuadrado de la media	F-Valor	Pr > F
Modelo	6	802.811929	133.801988	1.68	0.1928
Error	15	1191.311167	79.420744		
Total corregido	21	1994.123095			

R-cuadrado 0.402589 Coef Var 7.161523 Raíz MSE 8.911832 SOLVREC Media 124.4405

Fuente	DF	Anova SS	Cuadrado de la media	F-Valor	Pr > F
PRETRAT	6	802.8119288	133.8019881	1.68	0.1928

EXPLOSIÓN DE VAPOR Y EXTRACCIÓN CON HEPTANO 60
 ANALISIS PRETRATAMIENTO CON HEPTANO 10:13 Friday, April 1, 2011

Procedimiento ANOVA
 Variable dependiente: PORCSOLVREC

Fuente	DF	Suma de cuadrados	Cuadrado de la media	F-Valor	Pr > F
Modelo	6	198.8529538	33.1421590	1.69	0.1918
Error	15	294.3785417	19.6252361		
Total corregido	21	493.2314955			

R-cuadrado 0.403164 Coef Var 7.114293 Raíz MSE 4.430038 PORCSOLVREC Media 62.26955

Fuente	DF	Anova SS	Cuadrado de la media	F-Valor	Pr > F
PRETRAT	6	198.8529538	33.1421590	1.69	0.1918

EXPLOSIÓN DE VAPOR Y EXTRACCIÓN CON HEPTANO 61
 ANALISIS PRETRATAMIENTO CON HEPTANO 10:13 Friday, April 1, 2011

Procedimiento ANOVA
 Prueba del rango múltiple de Duncan para RETSOLV

		Alpha	0.05						
		Error	Degrees of Freedom 15						
		3.477289							
		Media armónica de tamaño de celdas 3.111111							
Número de medias		2	3	4	5	6	7		
Rango crítico		3.187	3.341	3.436	3.501	3.548	3.583		
Duncan Agrupamiento	Media	N	PRETRAT						
B	35.453	3	V.100.1	A	42.340	4	PATRON		
				B	34.707	3	V.50.1		
				C	30.023	3	V.50.20		
				C	27.793	3	V.50.5		

D 19.140 3 V.100.20 C 26.993 3 V.100.5

EXPLOSIÓN DE VAPOR Y EXTRACCIÓN CON HEPTANO 62
 ANALISIS PRETRATAMIENTO CON HEPTANO 10:13 Friday, April 1, 2011

Procedimiento ANOVA
 Prueba del rango múltiple de Duncan para CERA

Alpha 0.05
 Error Degrees of Freedom 15
 Error de cuadrado medio 0.022211
 Media armónica de tamaño de celdas 3.111111

Número de medias	2	3	4	5	6	7
Rango crítico	.2547	.2670	.2746	.2798	.2836	.2863

Duncan Agrupamiento Media N PRETRAT

A	3.1667	3V.50.1	A	3.2350	4	PATRON
			A	3.1033	3V.100.1	
			B	2.8200	3V.100.5	
			B	2.7867	3V.50.5	
C	1.7867	3	V.100.20	C	1.8200	3V.50.20

EXPLOSIÓN DE VAPOR Y EXTRACCIÓN CON HEPTANO 63
 ANALISIS PRETRATAMIENTO CON HEPTANO 10:13 Friday, April 1, 2011

Procedimiento ANOVA
 Prueba del rango múltiple de Duncan para RECCERA

Alpha 0.05
 Error Degrees of Freedom 15
 Error de cuadrado medio 20.57916
 Media armónica de tamaño de celdas 3.111111

Número de medias	2	3	4	5	6	7
Rango crítico	7.753	8.127	8.359	8.518	8.631	8.715

Duncan Agrupamiento Media N PRETRAT

A	96.510	3V.50.1	A	98.623	4	PATRON
			A	94.527	3V.100.1	
			B	85.880	3V.100.5	
			B	84.937	3V.50.5	
C	54.387	3	V.100.20	C	55.510	3V.50.20

EXPLOSIÓN DE VAPOR Y EXTRACCIÓN CON HEPTANO 64
 ANALISIS PRETRATAMIENTO CON HEPTANO 10:13 Friday, April 1, 2011

Procedimiento ANOVA
 Prueba del rango múltiple de Duncan para SOLVREC

		Alpha				0.05	
Error de cuadrado medio		Error Degrees of Freedom				15	
		79.42074					
		Media armónica de tamaño de celdas		3.111111			
Número de medias	2	3	4	5	6	7	
Rango crítico	15.23	15.97	16.42	16.73	16.96	17.12	
Duncan Agrupamiento	Media	N	PRETRAT				
		A	131.190	3	V.100.1		
A	130.720	3V.100.5					
		A	129.667	3V.100.0			
		A	125.143	3V.50.20			
		A	121.853	3V.50.1			
		A	121.783	3V.50.5			
A	114.155	4	PATRON				

EXPLOSIÓN DE VAPOR Y EXTRACCIÓN CON HEPTANO 65
 ANALISIS PRETRATAMIENTO CON HEPTANO 10:13 Friday, April 1, 2011

Procedimiento ANOVA
 Prueba del rango múltiple de Duncan para PORCSOLVREC

		Alpha				0.05	
Error de cuadrado medio		Error Degrees of Freedom				15	
		19.62524					
		Media armónica de tamaño de celdas		3.111111			
Número de medias	2	3	4	5	6	7	
Rango crítico	7.571	7.936	8.163	8.318	8.429	8.511	
Duncan Agrupamiento	Media	N	PRETRAT				
		A	65.630	3	V.100.1		
A	65.407	3V.100.5					
		A	64.853	3V.100.20			
		A	62.583	3V.50.20			
		A	61.017	3V.50.5			
		A	60.970	3V.50.1			
A	57.138	4	PATRON				