

Determinación del contenido de humedad del bagazo de caña de azúcar por medio de microondas

Gimena Zamora Rueda*, Cynthia Gutiérrez*, Gabriela Mistretta*, Florencia Peralta*, Marcos Golato*, Marcelo Ruiz** y Dora Paz*

RESUMEN

El contenido de humedad del bagazo es un parámetro fundamental para el control del caudal de agua de imbibición y la regulación de los equipos de molienda. La metodología tradicional mediante el secado de bagazo en estufa resulta lenta para atender las necesidades y requerimientos de fábrica. Por ello, el presente trabajo tiene por objetivo mostrar la metodología de secado de bagazo por microondas ensayadas en el Laboratorio de Ensayos y Mediciones Industriales (LEMI) de la EEAOC. Se trabajó con 20 muestras de bagazo recolectadas durante la zafra 2014 de distintos ingenios bajo dos metodologías, la tradicional con estufa eléctrica, y la propuesta por microondas. Los resultados obtenidos del contenido de humedad por medio de la estufa fueron en promedio de 55,00%, mientras que con el uso de microondas resultó de 54,84%. Se realizó un análisis estadístico para validar la metodología propuesta y se obtuvieron errores estándares entre las metodologías analizadas inferiores al 1%, con desviación estándar inferior al 10%. Se concluye que el método de secado por microondas mostró ser ventajoso en comparación con el método de estufa, resultando adecuado para la determinación del contenido de humedad en muestras de bagazo, con el beneficio de que el tiempo de ejecución es de dos horas, sensiblemente menor que en la metodología tradicional de ocho horas en estufa.

Palabras clave: metodología, bagazo, comparación.

ABSTRACT

Determination of moisture content of sugar cane bagasse by microwave

The moisture content is a key to control the flow of water imbibitions and regulation of milling equipment parameter. The traditional methodology using bagasse drying oven is slow to meet the needs and requirements of the factory. Therefore, this paper aims to show the methodology microwave drying bagasse tested in the Testing Laboratory Industrial Measurements (LEMI) of EEAOC. We worked with 20 samples collected bagasse during the harvest 2014 under two different methodologies mills, traditional electric stove and the proposal by microwave. The results of the moisture content by means of the heater were on average 55.00% while with the use of microwaves, turned out to 54.84%. Statistical analysis was performed to validate the proposed methodology and standard errors were obtained from the methodologies discussed below 1%, with standard deviation less than 10%. It is concluded that microwave drying method proved to be advantageous compared to the oven method, being suitable for determining the moisture content in samples of bagasse, with the benefit that the execution time is 2 hours, significantly lower than in the traditional methodology of 8 hours in an oven.

Key words: methodology, bagasse, compared.

* Sección Ingeniería y Proyectos Agroindustriales, EEAOC. e-mail: mediciones@eeaac.org.ar
** Sección Química, EEAOC

INTRODUCCIÓN

Actualmente la agroindustria de la caña de azúcar cuenta con diversos métodos estandarizados para la caracterización energética de las diferentes biomásas asociadas al proceso (Mistretta *et al.*, 2014; Feijóo *et al.*, 2015 en prensa). No obstante, la mayoría de estos métodos resultan lentos para atender las necesidades o requerimientos de fábrica. Tal es el caso de la determinación del contenido de humedad del bagazo mediante estufa, proceso que normalmente posee una demora en el secado de la muestra de ocho horas, según la norma ASTM D 5142 – 02 modificada (ASTM, 2002). El conocimiento de este parámetro resulta fundamental para el control de la cantidad de agua de imbibición y regulación de los equipos de molienda. Además, es un parámetro importante para la determinación del poder calorífico inferior del bagazo, el cual es la energía real que desarrolla el combustible por unidad de masa en el hogar de las calderas de vapor (Agüero *et al.*, 2009; Diez *et al.*, 2010).

En general, la humedad de una biomasa se encuentra ligada a la materia seca de dos maneras: superficial e intrínseca. Ambas forman la humedad total del combustible, que se determina normalmente por el porcentaje de pérdida de peso al calentar una muestra en estufa a 105°C durante un lapso de dos a ocho horas, según la biomasa que se analice. Por encima de esta temperatura aparecen pérdidas por absorción química, llamadas quimisorbidas, y a medida que aumenta el calentamiento se desprende el agua ligada por absorción química con motivo del inicio de las reacciones de pirólisis.

El agua está presente en los combustibles sólidos, absorbida superficialmente en los procesos de lavado, transporte y almacenamiento del combustible; o puede permanecer como humedad intrínseca, ocluida en los poros o combinada por absorción química. La fracción de humedad contenida de forma superficial representa la cantidad de agua retenida por las fuerzas de tensión superficial que empaqueta la masa del combustible; también se denomina humedad libre o añadida y podría desaparecer por medio de un secado al aire a temperatura ambiente.

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

El contenido de humedad de un combustible tiene un efecto importante sobre el pretratamiento o acondicionamiento del material y su posterior proceso de

combustión (Golato *et al.*, en prensa). En general se puede indicar que altos contenidos de humedad ocasionan:

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

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

MATERIALES Y MÉTODOS

Para la realización de los ensayos del contenido de humedad se trabajó con 20 muestras de bagazo húmedo recolectadas durante la zafra 2014 de distintos ingenios tucumanos. Las mismas fueron procesadas por duplicado utilizando metodología tradicional (método estufa) y por medio del uso de horno de microondas (método microondas). Estas determinaciones se llevaron a cabo en el Laboratorio de Ensayos y Mediciones Industriales (LEMI), en la Estación Experimental Agroindustrial Obispo Colombres (EEAOC).

Método estufa

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

Método microondas

Para las mismas muestras de bagazo húmedo procesadas con el método estufa se tomaron dos porciones representativas de aproximadamente 30 gramos

cada una, las que fueron introducidas en un horno microondas marca Likon, modelo LI19M-S3, de 220 V- 50 Hz, con una potencia máxima de 700W y frecuencia máxima de 2450 MHz. Estas muestras fueron sometidas a ciclos de secado de un minuto cada uno a máxima potencia, en un recipiente plano para la mejor distribución de la muestra, en presencia de un vaso de 100 ml conteniendo agua destilada, a fin de humedecer el medio y evitar la ignición del combustible (Petruzzi et al., 2005); luego de cada ciclo de un minuto se esperó cinco minutos para que la muestra se enfríe y se pese. Las muestras de bagazo se secaron hasta peso constante en aproximadamente dos horas. El procedimiento antes descrito se encuentra especificado en la norma ASTM E1358-97 (ASTM, 1997) y ASTM D4643-08 (ASTM, 2008).

Análisis de los resultados

Regresión lineal

Con el fin de realizar la curva de ajuste entre ambas metodologías se planteó el modelo de regresión lineal Hines *et al.* (1996), presentada en la Ecuación (1)

$$y = a + b x \quad (1)$$

Donde:

- y : variable dependiente.
- x : variable independiente.
- a : ordenada al origen.
- b : pendiente

-Prueba de dependencia lineal del modelo (parámetro b)

Hipótesis

- H0: b=0 (no dependencia de la variable)
- H1: b≠0 (dependencia de las variables)

Puede demostrarse con el estadístico t-Student, de la Ecuación (2):

$$t = \frac{x - \mu_0}{\frac{S}{\sqrt{n}}}$$

Donde

- t: es el estadístico
- x: valores promedios de las muestras
- μ_0 : media de población estudiada
- S: desviación estándar
- n: tamaño de la muestra

Si el valor del estadístico calculado $t_{\text{calculado}} < t_{\text{tabla}}$, se acepta la hipótesis nula, con lo cual no hay dependencia de las variables.

Si el valor de $t_{\text{calculado}} > t_{\text{tabla}}$, se rechaza la hipótesis nula, por lo que se observa hay dependencia de las variables.

-Prueba de la intersección con la ordenada (parámetro a)

Hipótesis

- H0: a=0 (línea de regresión pasa del origen)
- H1: a≠0 (línea de regresión no pasa del origen)

Puede demostrarse con el estadístico t-Student, presentado en la ecuación (2).

Si el valor del estadístico calculado ($t_{\text{calculado}}$) < estadístico de tabla (t_{tabla}) acepto la hipótesis nula, es decir, la línea de regresión pasa por el origen.

Si $t_{\text{calculado}} > t_{\text{tabla}}$ rechazo la hipótesis nula, es decir, acepto la hipótesis alternativa diciendo que la línea de regresión no pasa por el origen.

Comparación de medias

Se realizó la comparación de medias de los resultados obtenidos con ambas metodologías mediante el análisis de la varianza y el test de t con $\alpha = 0,05$.

Estimar las diferencias entre las medias ($\mu_1 - \mu_2$).

-Prueba de normalidad con método gráfico y analítico.

-Constatar la hipótesis sobre la diferencia

-Utilizar un contraste bilateral

• Hipótesis:

H0: $\mu_1 - \mu_2 = 0$ (las medias son iguales)

H1: $\mu_1 - \mu_2 \neq 0$ (las medias son distintas)

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

El análisis de la normalidad de los datos se realizó mediante el análisis gráfico Q- Q Plot y el estudio analítico mediante la prueba de Shapiro Wilks-modificado.

• Constatación de la hipótesis:

Para ello se realizó una prueba de "t" para muestras apareadas, analizando la diferencia absoluta entre ambas metodologías. El estadístico de esta prueba se determina mediante la Ecuación 3.

$$t = \frac{x - \mu_0}{\frac{S}{\sqrt{n}}} \quad (3)$$

Donde:

- t: es el estadístico
- x: valores promedios de las muestras
- μ_0 : media de población estudiada
- S: desviación estándar
- n: tamaño de la muestra

Cuya expresión se encuentra bajo la hipótesis H_0 (Hipótesis nula) que tiene una distribución de "t de Student".

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

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

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

A continuación se muestran los resultados estadísticos y el cumplimiento de las condiciones antes mencionada en los materiales y métodos.

-Resultados del análisis estadístico

En cuanto a la prueba de normalidad podemos observar que la Figura 1 muestra el resultado del estudio estadístico realizado con el programa informático Infostat v.2008 para las diferencias de los contenidos de humedad del bagazo obtenidas en las metodologías estudiadas. En el eje "y" se indican los cuantiles observados para las muestras analizadas, y en el eje "x", se indican los cuantiles de una normal.

Se puede observar que presenta dos valores fuera de rango, señalados en la Figura 1 con círculos, por lo que se debe trabajar descartando esos "outliers", para que el lote de muestras sea normal.

El estudio analítico de la normalidad de Shapiro Wilks-modificado, para el conjunto de las muestras ensayadas, arrojó un valor de probabilidad de $p = 0,0735$. Por ello podemos concluir que las muestras presentan una distribución normal.

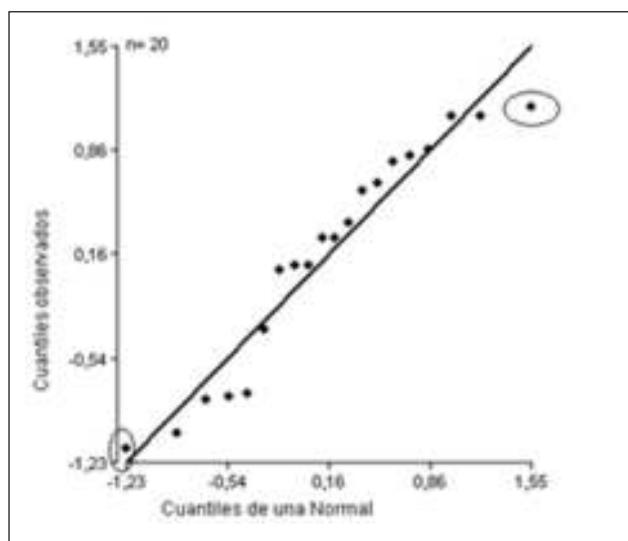


Figura 1: Gráfico de distribución normal del contenido de humedad en bagazo realizadas en estufa y microondas.

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

La Tabla 1 muestra los resultados obtenidos del contenido de humedad porcentual (W%) de las muestras de bagazo analizadas por las metodologías propuestas. El valor medio determinado por la metodología tradicional (método estufa) fue de 55,00%, con un rango de 42,14% a 61,32%, mientras que con el uso del horno microondas (método microondas) resultó un promedio de 54,84%, con un rango de 41,77% a 62,11%.

De acuerdo a los resultados presentados en la Tabla 1, para los dos métodos obtenidos, los CV% fueron inferior al 10%, lo cual se considera adecuado en muestras de biomásas (Posadas *et al.*, 2007).

Asimismo, puede verse que los errores estándares (EE) son inferiores al 1%, verificando la normalidad y el test "t" para una media de los valores ensayados. Estos resultados coinciden con Posadas *et al.* (2007) y Oetzel *et al.* (1993).

La Tabla 2 muestra los resultados del análisis de la varianza para la regresión lineal propuesta para las metodologías ensayadas. Se puede observar el valor del estadístico "t" para X 1 es $t_{\text{calculado}}=23,78$ y el $t_{\text{tabla}}=2,101$, donde se rechaza la hipótesis nula y en el cual se puede evidenciar que existe una dependencia de las variables aceptando la hipótesis alternativa ($b \neq 0$).

En la Tabla 2 se observa además el estadístico "t" para la intercepción, que toma un valor de $t_{\text{calculado}}=-0,095$ y

Tabla 1. Resultados descriptivos de los contenidos de humedad obtenidos por las metodologías de estufa y microondas.

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

Tabla 2: Resultados del análisis de la varianza para regresión lineal

	Grados de libertad	Suma de cuadrados	Promedio de los cuadrados	F
Regresión	1	333,20027140	333,2002714	565,7617
Residuos	18	10,60093762	0,5889410	
Total	19	343,80120900		

	Coefficientes	Error típico	Estadístico t	Probabilidad
Intercepción	-0,221384845	2,321185886	-0,09537575	0,925070162
Variable X ₁	1,001119247	0,04208904	23,78574651	4,73936E-15

el $t_{\text{tabla}}=2,101$, entonces se acepta la hipótesis nula y se concluye que el valor de a es igual a cero ($a = 0$). De este análisis se confirma que es factible realizar la curva de ajuste de las metodologías ensayadas por medio de la ecuación de regresión lineal propuesta (Ecuación 1) y que existe una dependencia entre ellas, con lo cual podemos presentar la curva de ajuste del contenido de humedad para el bagazo.

En la Figura 2 se indica la línea de tendencia obtenida, la ecuación correspondiente y su coeficiente de determinación lineal (R^2): podemos observar que el valor de $R^2= 0,9971$ es muy próximo a 1, lo cual es significativo para nuestro análisis.

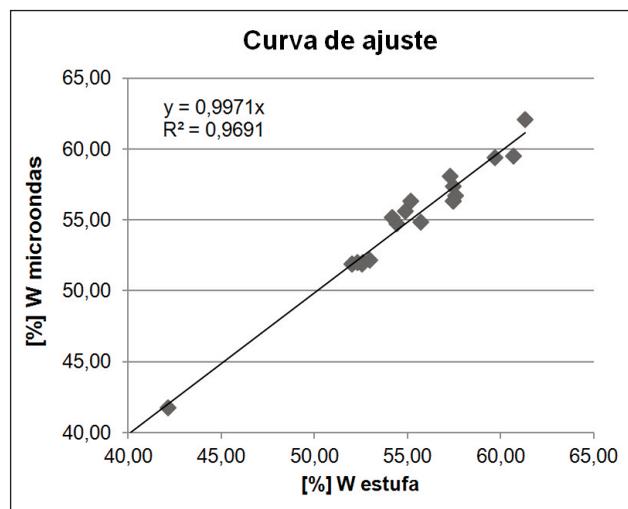


Figura 2. Curva de ajuste de las metodologías analizadas.

CONCLUSIONES

El método de secado por microondas mostró ser efectivo en comparación con el método tradicional de estufa. Con la técnica de microondas se obtuvieron valores promedio del contenido de humedad de 54,84%, con un coeficiente de variación porcentual de 7,76%, una desviación estándar de 4,15% y un error estándar de 0,94%. El resultado del análisis estadístico nos permite

concluir que ambas metodologías son próximas entre sí y que no existen diferencias significativas.

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

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen la colaboración de la Ingeniera Susana Chauvet, profesora del Departamento de Ingeniería de Procesos y Gestión Industrial de la Facultad de Ciencias Exactas y Tecnología de la UNT.

BIBLIOGRAFÍA CITADA

- Agüero, A. C.; J. R. Pisa Agüero y C. J. Torres Bugeau. 2009.** Poder calorífico superior del bagazo de caña de azúcar. Revista CET 24. Facultad de Ciencia Exactas y Tecnología .UNT. Tucumán. Argentina.
- ASTM E1358-97. 1997.** Método Estándar de Humedad en Microondas. ASTM Internacional, 100 Barr Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken, PA 19428-2959, Estados Unidos.
- ASTM D5142-02 . 2002.** Método Estándar de Análisis Próximo en muestras de Carbón y Coque ASTM Internacional, 100 Barr Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken, PA 19428-2959, Estados Unidos.
- ASTM D4643-08. 2008.** Método Estándar de Determinación del contenido de Agua (humedad) en muestras de suelo por Horno Microondas. ASTM Internacional, 100 Barr Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken, PA 19428-2959, Estados Unidos.

- Diez, Oscar A.; G. J. Cárdenas y L. F. Mentz. 2010.** Poder calorífico superior de bagazo, médula y sus mezclas, provenientes de la caña de azúcar de Tucumán, R. Argentina. *Rev. Ind. Agric. Tucumán* 87 (1): 29-38.
- Feijóo, E.; M. A. Golato; D. Paz y G. J. Cárdenas. 2015** Características energéticas de los residuos agrícolas de la cosecha de la caña de azúcar (RAC) como combustible alternativo en calderas de vapor bagaceras. *Rev. Ind. Agric. Tucumán* 92 (2) 23-32.
- Golato, M. A; E. Feijóo; F. Franck Colombres; D. Paz y G. J. Cárdenas** Aprovechamiento de los residuos agrícolas de la cosecha de la caña de azúcar (RAC) como combustible alternativo en calderas de vapor bagaceras. *Rev. Ind. Agric. Tucumán* (en prensa).
- Hines, W.; D. Montgomery. 1996.** Probabilidad y estadística para ingeniería y administración. Segunda edición. Editorial Continental. México.
- Infostat Programa estadístico versión 2008**
- Mistretta, G.; G. Zamora Rueda; F. Peralta; C. Gutiérrez; M. V. Bravo; H. Zalazar, E. Feijóo; M. A. Golato, D. Paz, y G. J. Cárdenas.** Metodologías termogravimétricas para la determinación del contenido de cenizas de bagazo y RAC de Tucumán. Presentado en el NMX-F-280-1991. Industria Azucarera Determinación de humedad en muestras de bagazo de caña de azúcar. Normas Mexicanas.
- Oetzel, G. R; F. P. Villalba; W. J. ; Goodger and K. V. Norlund .1993.** A comparison of on-methods for estimating the dry matter content of feed ingredients. *Journal of Dairy Science* 76: 293-299.
- Petruzzi, H. J.; N. P. Stritzler; C. M. Ferri; J. H. Pagella y C. M. Rabotnikof. 2005.** Determinación de materia seca por métodos indirectos: utilización del horno a microondas-Boletín de Divulgación Técnica 88.
- Posada, S. L.; J. Angulo y L. F. Restrepo. 2007.** Validación de métodos de secado para la determinación de materia seca en especies forrajeras. Universidad de Antioquia, Facultad de Ciencias Agrarias- *Revista Research for Rural Development* 19 (3).
- Subero Pérez, E. 2010** Tesis: Caracterización de combustibles sólidos- Escuela Universitaria de Ingeniería Técnica Industrial de Zaragoza-España.
- Walpole, R. E.; R. H. Myers; McG. Hill. 1993.** Probabilidad y Estadística. Cuarta edición. México.