

# **AVALIAÇÃO DAS CONDIÇÕES DE EXTRAÇÃO DA CERA OBTIDA A PARTIR DA CASCA DA CANA DE AÇÚCAR UTILIZANDO PLANEJAMENTO DO TIPO COMPOSTO CENTRAL**

M. A. B. ESTEVES e P. F. M. MARTINEZ

Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Engenharia Química  
E-mail para contato: M140833@dac.unicamp.br

**RESUMO** – O Brasil é o maior produtor mundial de cana de açúcar. Consequentemente, o processamento desta matéria-prima gera elevada quantidade de subprodutos, como a casca da cana de açúcar, que é subutilizada como adubo orgânico nos campos de cultivo. Entretanto, a partir deste resíduo agroindustrial pode-se extrair cera promovendo-se assim, a valorização deste material. Dessa forma, neste trabalho avaliou-se as condições de extração da cera da cana de açúcar a fim de que haja maiores rendimentos (R) com menores custos operacionais. Para isso, analisou-se a influência do hidromódulo, tamanho de partícula, tempo e suas respectivas interações no processo de extração da cera da cana de açúcar por meio do planejamento experimental do tipo composto central. A extração foi realizada em extrator do tipo Soxhlet com hexano e os resultados dos ensaios foram tratados através do software STATISTICA 7.0. Verificou-se que o único fator de influência no nível de confiança de 99% e na faixa de estudo das condições de extração é o tamanho de partícula (X2). A diminuição do tamanho da partícula proporciona maiores rendimentos de cera bruta

## **1. INTRODUÇÃO**

O Brasil é o maior produtor mundial de cana de açúcar (*Saccharum officinarum*), sendo este, um dos destaques do agronegócio nacional. Para a safra de 2016/17, estima-se uma produção de 694,54 milhões de toneladas, da qual, o estado de São Paulo representa o maior percentual produtivo (CONAB, 2016).

Com o processamento de grande volume dessa matéria-prima, há elevada geração de subprodutos, como a casca da cana de açúcar proveniente da preparação da cana para produção da garapa. Antes de ser enviada aos garapeiros, a cana passa por uma etapa de raspagem, em que a casca é retirada e posteriormente passa a ser subutilizada como adubo orgânico nos campos de cultivo. Assim, a investigação da extração da cera a partir desse subproduto representa uma das oportunidades para promover a valorização dos resíduos da indústria sucroalcooleira.

Diante deste cenário, o Brasil poderia ser um potencial fornecedor da cera da cana de açúcar, que pode ser utilizada para a substituição de outras ceras comerciais, como a de carnaúba, por apresentar características químico-físicas semelhantes (Nuissier *et al.*, 2002). As ceras naturais tem aplicabilidade nas indústrias têxtil, de papéis e embalagens, alimentícia,

química, farmacêutica, na medicina, na fabricação de cosméticos, na produção de tintas, no setor de polimento, e na restauração de pinturas em telas e modelagem (Granda, 2006).

Portanto, o estudo das condições de extração do produto torna-se de grande importância e interesse industrial. Todavia, segundo Barros Neto *et al.* (2001), um empecilho ao se realizar experimentos é analisar a influência das interações variando todos os fatores ao mesmo tempo.

Logo, o estudo objetiva avaliar os efeitos dos fatores de extração como, hidromódulo (razão alimentação:solvente), tamanho de partícula e tempo, em três diferentes níveis, com suas respectivas interações no processo através do planejamento experimental do tipo composto central, para que se possa avaliar as melhores condições para a extração desta cera.

## 2. MATERIAIS E MÉTODOS

### 2.1. Matéria-Prima

A casca da cana de açúcar de variedade RB 96 6928 foi cedida pelo Sítio Santo Antônio (Rio Claro – SP). Esta foi pulverizada em moinho elétrico do tipo martelo (Tigre S.A, CV2, Brasil), acoplado a um motor de indução de 3800 rpm (General Eletric, CV5, Brasil). O pó obtido foi classificado por tamanho de partícula utilizando equipamento de granulometria com os seguintes jogos de tamises (GRANUTEST) da série Tyler: 24, 32, 42, 48, 80, 170, 250 e 400.

### 2.2. Extração da Cera da Cana de Açúcar

A extração da cera obtida a partir da casca da cana de açúcar, com cerca de 8% de umidade, foi realizada em extrator do tipo Soxhlet com hexano utilizando-se diferentes condições operacionais de tempo, tamanho de partícula e hidromódulo. A separação entre produto e solvente se sucedeu em evaporador rotativo (TE-211 – TECNAL) e o rendimento da extração foi determinado gravimetricamente em balança eletrônica analítica (ATX 224 – SHIMADZU). Para o cálculo do rendimento da cera bruta (R) empregou-se a Equação 1.

$$R(\%) = \frac{\text{Massa de cera bruta obtida (g)}}{\text{Massa da casca empregada na extração (g)}} \times 100 \quad (1)$$

### 2.3. Planejamento Experimental

Para determinação das melhores condições do processo de extração da cera da cana de açúcar, utilizou-se o planejamento experimental do tipo composto central, abrangendo 3 fatores, sendo eles: hidromódulo (X1), também chamado de razão alimentação:solvente, tamanho de partícula (X2) e tempo (X3), em 3 níveis distintos e 4 pontos centrais para aferição do erro experimental. A variável resposta estudada foi o rendimento de cera. Os ensaios foram realizados de maneira aleatória para que se evitassem distorções estatísticas e o tratamento dos resultados foi realizado através do software STATISTICA 7.0, com nível de confiança de 99%. Os níveis utilizados para cada fator estão descritos na Tabela 1.

Tabela 1 - Níveis dos fatores empregados no planejamento experimental do tipo composto central para estudo das condições de extração da cera da cana de açúcar

Fatores	- $\alpha$	-1	0	1	+ $\alpha$
Hidromódulo (g/ml)	10:267	10:250	10:225	10:200	10:183
Tamanho (mm)	0,05	0,13	0,26	0,39	0,50
Tempo (h)	4,64	6	8	10	11,36

### 3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

A matriz do planejamento experimental, bem como os rendimentos de cera obtidos em cada ensaio são apresentados na Tabela 2. Observa-se que, a depender das condições operacionais utilizadas durante as extrações, o rendimento de cera pode variar de 4% a 16%.

Tabela 2 - Matriz codificada e rendimento do planejamento do tipo composto central para estudo das condições de extração da cera da cana de açúcar

Ensaio	Variáveis codificadas			Rendimento
	X1	X2	X3	(%)
1	-1	-1	-1	9,748
2	-1	-1	1	9,713
3	-1	1	-1	4,207
4	-1	1	1	4,409
5	1	-1	-1	9,815
6	1	-1	1	10,670
7	1	1	-1	4,002
8	1	1	1	4,467
9	0	0	0	6,473
10	0	0	0	6,581
11	0	0	0	6,708
12	0	0	0	6,394
13	- 1,68	0	0	6,959
14	+ 1,68	0	0	6,677
15	0	- 1,68	0	16,440
16	0	+ 1,68	0	4,046
17	0	0	- 1,68	6,755
18	0	0	+ 1,68	7,004

Sendo que: -  $\alpha$  = -1,68 e +  $\alpha$  = +1,68.

Para investigar como tais condições influenciam o rendimento de cera, faz-se imprescindível a escolha do nível de confiança e, para isso, utilizou-se o Gráfico de Probabilidades, Figura 1. Constatou-se que, exceto o efeito do tamanho de partícula, tanto linear quanto quadrática, os demais pontos, referentes aos efeitos dos fatores hidromódulo e do tempo, assim como todas as interações, se ajustam em uma reta sobre a origem, dando indícios de que estes devem ter vindo de uma distribuição normal com média zero e, portanto, não possuem significado físico, refletindo apenas os erros aleatórios do processo.

Ressalta-se ainda que, para o equipamento Soxhlet utilizado durante a realização dos experimentos, não foi possível utilizar menores valores de hidromódulo, pois o volume de solvente não era suficiente para ser evaporado e retornar ao balão para nova evaporação. Da mesma forma, também não foi possível aumentar a quantidade de matéria-prima, pois os cartuchos já ocupavam a capacidade máxima do sistema extrator.

A seguir, os dados foram analisados por meio dos diagramas de Pareto no nível de confiança de 95% e 99%. Contudo, no nível de confiança de 95% o tempo foi dado como fator significativo, logo, optou-se a prosseguir as análises com o nível de confiança de 99%.

Os efeitos das variáveis independentes do processo considerando o nível de confiança de 99% estão representados na Figura 2. Pode-se inferir que, o único fator que influencia o sistema é o tamanho da partícula, sendo que o sinal negativo indica que quanto menor o tamanho maior o rendimento. Provavelmente, o fenômeno ocorra devido ao aumento da área superficial efetivamente exposta da matéria-prima com o meio extrativo, neste caso, da casca da cana de açúcar com o hexano, favorecendo o contato e a transferência de massa entre as fases. É importante destacar que, não é possível diminuir o tamanho da partícula indefinidamente, já que chegaremos a um ponto em que ela se tornará indivisível, além do mais, a moagem e a separação adicionam custos ao processo.

As interações das variáveis também não apresentaram efeito significativo para o nível de confiança de 99% e na faixa de estudo, como também observado na Figura 1. Logo, o tamanho da partícula pode ser analisado isoladamente, como já realizado.

A fim de justificar a classificação da casca em diferentes granulometrias fez-se uma extração sem essa etapa, com hidromódulo e tempo dentro da faixa estudada, 10g:200mL e 6hs respectivamente, obtendo-se cerca de 6,5% de rendimento de cera bruta para um tamanho médio de partícula de  $(0,29 \pm 0,06)$ mm. Assim, tem-se que a utilização de granulometrias específicas pode aumentar o rendimento em aproximadamente 54% para tamanhos de partícula de 0,13mm (Ensaio 1, 2, 5 e 6) e em aproximadamente 153% para tamanhos de partícula de 0,05mm (Ensaio 15).

Figura 1 - Diagrama de probabilidades dos fatores e de suas interações para o processo de extração da cera da cana de açúcar.

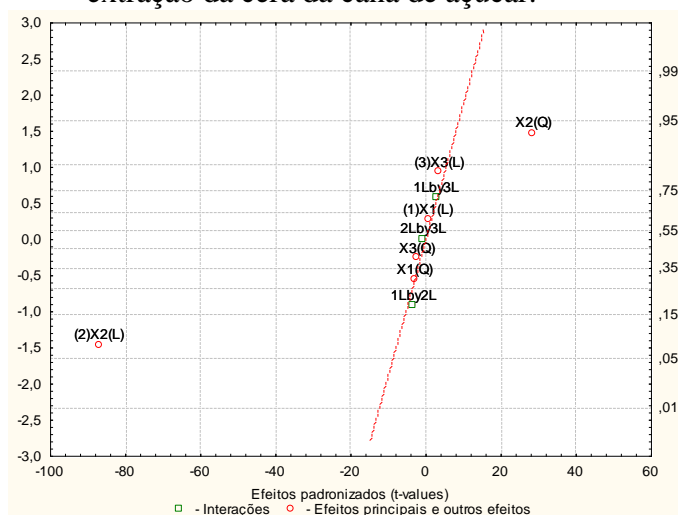
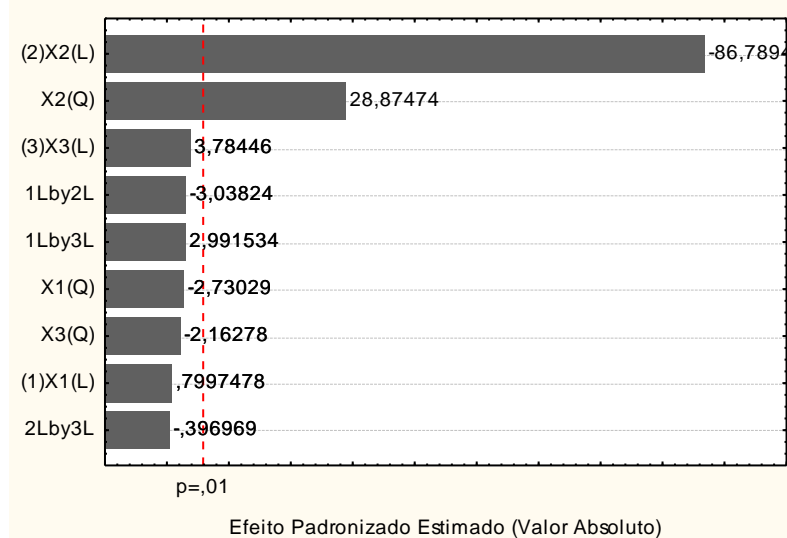


Figura 2 - Diagrama de Pareto dos efeitos sobre a extração da cera da cana de açúcar.



A partir da análise de variância (ANOVA) percebeu-se que, o modelo obtido poderia ser melhorado se as variáveis não significativas fossem ignoradas, assim, considerou-se os coeficientes de regressão apresentados na Tabela 3, cujos respectivos erros foram determinados através da quadruplicata no ponto central, obtendo-se o seguinte modelo matemático quadrático de segunda ordem (Equação 2) para o rendimento do processo:

$$R(\%) = 6,41755 - 3,20023X_2 + 1,3878X_2^2 \quad (2)$$

em que  $X_2$  é o tamanho da partícula em variáveis codificadas.

Tabela 3- Coeficiente de regressão do modelo obtido para o rendimento da extração da cera da cana de açúcar

	Coeficiente	Erro	-99%	99%
<b>Média</b>	6,41755	0,042607	6,16869	6,66641
<b>(2) X2 (L)</b>	-3,20023	0,036874	-3,41561	-2,98486
<b>X2 (Q)</b>	1,13878	0,036899	0,92325	1,35430

A adequação do modelo acima (Equação 2) também foi avaliada através da análise de variância (ANOVA). Este apresentou um coeficiente de determinação igual a 0,9624, ou seja, a regressão explica 96,24% da variação. O  $F_{\text{calculado}}$ , razão entre a média quadrática da regressão e a média quadrática dos resíduos, é cerca de 30 vezes maior do que o  $F_{\text{tabelado}}$ , considerando o mesmo nível de confiança e graus de liberdade, demonstrando que o modelo se ajusta bem aos resultados obtidos por meio dos ensaios. Outro valor avaliado foi o  $F_{\text{calculado}}$  obtido pela razão entre a média quadrática da falta de ajuste e a média quadrática do erro puro, que é aproximadamente igual ao  $F_{\text{tabelado}}$  a menos de 0,3230, consequentemente, o modelo não pode ser utilizado para fins preditivos no nível de confiança de 99% e na faixa de estudo. Os dados aqui analisados encontram-se na Tabela 4:

Tabela 4 - ANOVA para o modelo obtido para o rendimento da extração da cera da cana de açúcar

Fonte de variação	Soma Quadrática	Graus de liberdade	Média Quadrática	F <sub>calculado</sub>	F <sub>tabelado</sub>
Regressão	157,5531	2	78,7766	F <sub>2,15</sub>	191,9881
Resíduos	6,1548	15	0,4103		
Falta de ajuste	6,0991	12	0,5083	F <sub>12,3</sub>	27,3748
Erro Puro	0,0557	3	0,0186		
Total	163,7079	17			

## 4. CONCLUSÃO

A partir deste estudo, nas condições de análise, verificou-se que é possível extrair maiores quantidades de cera quando o tamanho da partícula é diminuído, sendo o nível  $\alpha$  o que apresentou o maior rendimento. Este foi também, o único fator que mostrou-se significativo, indicando que ele pode ser estudado de modo independente para a otimização do processo de extração da cera obtida a partir da casca da cana de açúcar, sem que quaisquer interações com essa variável influencie o sistema. Deste modo, visando uma redução dos custos do processo pode-se trabalhar utilizando menor quantidade de solvente e menor tempo de extração para obter a mesma quantidade de cera. Apesar do modelo matemático obtido não ser preditivo, este se ajusta muito bem aos dados aferidos, isto é, os resíduos deixados pela regressão são mínimos.

## 5. REFERÊNCIAS

- BARROS NETO, B. de; SCARMINIO, I. S.; BRUNS, R. E.; Como fazer experimentos: pesquisa e desenvolvimento na ciência e na indústria, 2001.
- CONAB 2016 - Companhia Nacional de Abastecimento. Acompanhamento da Safra Brasileira Cana de Açúcar, v. 3 – Safra 2016/17, n.3 – Terceiro levantamento, Brasília, p. 1-74, dez. 2016. ISSN: 2318-7921.
- GRANDA, K. M.; Obtenção e caracterização de cera de cana-de-açúcar e suas frações, 2006.
- NUISSIER, G., BOURGEOIS, P., GRIGNON-DUBOIS, M., PARDON, P., LESCURE, M.H. Composition of sugarcane waxes in rum factory wastes. Phytochemistry, 61, 2002.

## 6. AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem à FAPESP (2015/25384-1), SAE, CAPES e CNPq pelo apoio financeiro.