Evaluación de la etapa final de tratamiento del ron añejo

Heylin González-Álvarez[1], Lourdes Zumalacárregui-de Cárdenas[1], Osney Pérez-Ones[1]*, e Idania Blanco-Carvajal[2]
1. Facultad de Ingeniería Química, Universidad Tecnológica de La Habana José Antonio Echeverría Calle 114 No. 11901, Marianao. La Habana, Cuba
2. Instituto Cubano de Investigaciones de los Derivados de la Caña de Azúcar (ICIDCA). Vía Blanca, No. 804 y Carretera Central, San Miguel del Padrón. La Habana, Cuba.
* osney@quimica.cujae.edu.cu

RESUMEN

Se evalúa el desempeño de las etapas finales del proceso de producción del ron Añejo: filtración y desmineralización. Con la placa filtrante NA-70K se determinaron la conductividad, el pH, el grado alcohólico y el color para varios volúmenes de filtrado, las placas se lavaron con dos medios: agua destilada y ron Vázquez. Se evaluó la resistencia hidráulica del filtro y se comprobó el mecanismo de formación de torta en un proceso, a diferencia de presión constante. Se concluye que la placa filtrante NA-70K es adecuada para la filtración del ron Añejo y es conveniente emplear ron Vásquez para el lavado de las placas en sustitución del agua destilada. En la desmineralización se determinaron los parámetros asociados a la resina de intercambio iónico: altura de lecho, volumen y concentración de iones calcio y magnesio del ron a la entrada de la columna, densidad aparente y retención de líquido. Se comprobó que la columna presenta síntomas de envejecimiento, lo que provoca que se pierdan 11.2 L del ron Añejo por lote. A pesar de esto se logran las concentraciones de iones calcio y magnesio establecidas a la salida del producto. Se calculan de forma preliminar los parámetros de operación de una columna de mayor capacidad.
Palabras clave: ron Añejo, filtro prensa, medio filtrante, columna desmineralizadora.

ABSTRACT

This work evaluates the performance of the final stages of the Añejo rum production process: filtration and demineralization. Using NA-70K filter plate, conductivity, pH, alcoholic strength and colour were determined for various filter volumes, washing the plates with two media: distilled water and Vázquez rum. Hydraulic filter resistance was determined by checking the cake forming mechanism constant pressure process. It is concluded that the NA-70K filter plate is suitable for the filtration of Añejo rum and it is advisable to use Vasquez rum for the washing of the plates instead of the distilled water. At the demineralization stage, the parameters associated with the ion exchange resin were determined: bed height, volume and concentration of calcium and magnesium ions from rum at the entrance of the column, apparent density and liquid retention. The demineralizing column has symptoms of aging, causing 11.2 L of Añejo rum to be lost in each batch. Despite this, the concentrations of calcium and magnesium ions established at the output of the product are achieved. The operation parameters of a higher capacity column are calculated in a preliminary manner.
Key words: Añejo rum, press filter, filtration media, demineralization column.

INTRODUCCIÓN

El tratamiento del producto final, mediante operaciones de filtración y desmineralización permite asegurar que el ron alcance los atributos finales, antes de su embotellado (1). La filtración se realiza a través de placas filtrantes, para lograr el abrillantamiento del producto y, en este proceso, quedan retenidas las partículas en suspensión, tanto a nivel macroscópico como microscópico.

Las placas filtrantes en profundidad son ideales para una mayor filtración en líquidos, con alta carga de partículas y los simples filtros de superficie, como las membranas, tienen una vida útil limitada. Por lo general, las placas filtrantes se componen de una matriz de fibra de celulosa o de polímero, enriquecida con ayuda de filtros minerales y se mantienen unidas con un aglutinante de resina (2). En este proceso se utiliza un filtro prensa Carlson 40, serie ZP862 No. 84268, con placas filtrantes NA-70K de 40 cm x 40 cm y 10 µm de porosidad (3).

La desmineralización se realiza para eliminar los iones calcio y magnesio y evitar precipitaciones del producto en el envase final. Para ello se emplea una columna de intercambio iónico, que contiene una resina catiónica fuerte tipo gel, Purolite C-100, de matriz de poliestireno sulfonada, que trabaja en ciclos iónicos hidrógeno y sodio (4). La mayoría de los materiales comerciales disponibles posee capacidades de intercambio en el intervalo de 1-10 eq/kg de material seco (5).

A la salida de la columna desmineralizadora, como elemento de seguridad, se ubica un filtro de cartucho Sartorius, de 0.5 µm, con el objetivo de retener pequeñas partículas de resina (1).

En la etapa de embotellado se controla el cumplimiento de las normas de fregado, filtración, envasado, etiquetado y embalaje de las botellas. Para esto se lleva un control del 100 % de las botellas antes de envasar y después del envasado y se rechazan las botellas que se detecten con alguna rotura. Se acepta hasta un 1 % de rechazo por roturas en el área de envasado. Adicionalmente, otro indicador de calidad establece que se acepte hasta un 7 % de rechazo por la presencia de partículas en suspensión en las botellas (6). En los años 2018 y 2019 el porcentaje de rechazo de botellas alcanzó un valor medio de 7.72 % (desviación estándar 6.67 %, lo que muestra la alta variabilidad), con tendencia al incremento en el último semestre.

El presente trabajo tiene como objetivo determinar el desempeño de los procesos de filtración y desmineralización del ron Añejo y encontrar una explicación a ese incremento, para lo cual se evaluó el comportamiento de la placa filtrante NA-70K y de la columna desmineralizadora, y proponer modificaciones en las condiciones de operación para disminuir las pérdidas en el proceso productivo.

MATERIALES Y MÉTODOS

Evaluación del desempeño del filtro prensa

La placa filtrante NA-70K está diseñada para operar a una razón de flujo de 238 L/(min*m^2) a 20 ^oC y 100 kPa (4).

Los ensayos utilizados para la caracterización de los productos se realizaron en el Laboratorio de Bebidas (LABEB), del Instituto Cubano de Investigaciones de los Derivados de la Caña de Azúcar (ICIDCA), el cual tiene la condición de laboratorio acreditado por cumplir con las exigencias establecidas por la ISO/ IEC 17 025: 2006 (1). En la tabla 1 se muestran los ensayos realizados. El procesamiento de los datos obtenidos, de manera experimental, se realizó con el software Statgraphics Centurion XVII, que posibilitó el adecuado análisis estadístico de los resultados.

Tabla 1. Ensayos realizados a los rones filtrados en LABEB

Nombre del ensayo	Norma del ensayo
Determinación del color en rones	NC-529:2007 (7)
Determinación del pH	PNO-17.2 (8)
Determinación de la dureza del agua	PNO-25 (9)
Determinación del grado alcohólico por densimetría digital	NC-790:2010 (10)
Determinación de la conductividad	PNO-17.8 (11)

Para realizar la prueba de las placas filtrantes, a escala de laboratorio, se tomó una muestra circular de la placa filtrante de 7.2 cm de diámetro (D) y se calculó el área circular (A), mediante la ecuación 1; se colocó en un embudo de Büchner de igual diámetro. Dicho embudo se acopla a un sistema formado por un Erlenmeyer y una bomba de vacío Speedivac, serie ES35, con una diferencia de presión máxima de 138 kPa.

$$A = \frac{\pi}{4} * D^2 \qquad \text{(Ec.1)}$$

Primeramente, se filtró agua destilada de dureza total 0 ppm; pH 5.8 y conductividad 3.8 mS/cm. hasta alcanzar un volumen de seis litros. Se tomaron muestras de 100 mL, cada un litro, a las que se les realizó análisis por triplicado, para determinar conductividad, pH y dureza total. Después del lavado de la placa de filtración se realizó el enjuague con ron Añejo de 38.32 % v/v a 20 °C hasta que este alcanzó el grado alcohólico que lo caracteriza. Se tomaron muestras cada 500 mL, a las que se les realizó la determinación del grado alcohólico.

Adicionalmente, se realizó el lavado de las placas con un ron también elaborado en la instalación, el ron Vázquez, que tiene un grado alcohólico de 34.04, (%v/v 20 °C) y un color 0.1055 unidades de DO a 430 nm. Para esta segunda prueba de filtración se lavaron las placas con igual volumen de ron Vásquez que de agua, necesaria para alcanzar las condiciones iniciales. Se tomaron muestras de 100 mL por cada litro filtrado y se les realizaron determinaciones de grado alcohólico y color por triplicado. Después se realizó un enjuague de la placa con ron Añejo de 38.35 % v/v a 20 °C, hasta alcanzar el grado alcohólico inicial.

Para obtener la resistencia hidráulica del filtro empleado, se determinaron los volúmenes de filtrado (V) para diferentes períodos de tiempo (t) y se mantuvo constante la diferencia de presión (ΔP). Se filtraron 400 L del ron Añejo y se tomaron mediciones de volumen cada 30 segundos. Los datos obtenidos se procesaron y se construyó la gráfica de t/V vs V, como se verá más adelante en la figura 3. Los valores de t/V deben ser una función lineal de V, cuando hay formación de torta en un proceso a ΔP constante. De la pendiente de la línea recta se obtiene K y del intercepto B, que constituye la resistencia hidráulica del filtro (12), como se puede apreciar en las ecuaciones 2, 3 y 4.

$$\frac{t}{V} = K * V + B \qquad \text{(Ec. 2)}$$

$$K = (C * \propto * m)/(S^2 * (-\Delta P)) \qquad \text{(Ec. 3)}$$

$$B = (Rm * \mu)/(S * (-\Delta P) \qquad \text{(Ec. 4)}$$

Evaluación de la columna desmineralizadora

Para la ejecución de la operación de desmineralización se empleó una columna desmineralizadora con resina catiónica fuerte Purolite C-100E de matriz de poliestireno sulfonada en ciclo hidrógeno y sodio. Presenta una densidad aparente de 850 g/L (4). Se determinaron los parámetros asociados a la resina: altura de lecho, volumen, y concentración de iones calcio y magnesio del ron, a la entrada de la columna, así como los parámetros directamente asociados al estado técnico de la resina: densidad aparente, retención de líquido y observación al microscopio. El trabajo se realizó con dos lotes de resina, la resina industrial en uso y una nueva.

Para la evaluación de la columna desmineralizadora se midieron la altura de la cama de resina (h) y el diámetro de la columna (Dc), para determinar su volumen (V), mediante la ecuación 5.

$$V = \frac{\pi}{4} * Dc^2 * h \qquad \text{(Ec. 5)}$$

Para determinar la velocidad lineal en m/h (q) a la que circula el fluido por la columna se aplicó la ecuación 6, conocido el flujo volumétrico en m^3/h (Q), el área de la sección transversal en m^2 (A).

$$q = Q/A \quad \text{(Ec. 6)}$$

Los procedimientos aplicados para determinar la densidad aparente (Da) y la retención de líquido en la resina (R) se adaptaron a partir de los procedimientos recomendados por la American Society for Testing and Materials (ASTM) y el American Nacional Standards Institute (ANSI) (13). Para la determinación de la densidad se secó la resina en horno a 110 °C, durante dos horas, con enfriamiento posterior, a temperatura ambiente, en desecadora con sílica gel activada.

Para la retención de líquido, se secaron 50 g de la resina en horno a 110 °C, durante dos horas y se enfrió a temperatura ambiente en desecadora con sílica gel activada. Posteriormente, a la resina, se le adicionaron 100 mL del ron Añejo y luego de 30 minutos se filtró por una malla de 0.15 mm. Se determinó el ron retenido en la resina al restar a los 100 mL iniciales el ron filtrado. La determinación de la retención de líquido (R) se calculó por la ecuación 7. Se repitió el procedimiento desde la adición de los 100 mL de ron hasta que no se detectó retención de líquido. Las determinaciones se hicieron por triplicado.

$$R = \frac{V_{ron\ retenido}}{m_{resina}} \quad \text{(Ec. 7)}$$

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Evaluación de la placa filtrante NA-70K

Para la muestra seleccionada de 7.2 cm, el área de filtración calculada (ecuación 1) fue de 40.69 cm^2, por lo que le corresponde un flujo de filtración de 0.96 L/min.

Con los resultados obtenidos, para la filtración de seis litros de agua destilada, se realizaron gráficas en las que se analizó el comportamiento del pH y la conductividad en función del volumen filtrado (figura 1). En las muestras analizadas, la dureza permaneció en un valor constante de 0 ppm, durante todo el intervalo de volúmenes de filtración.

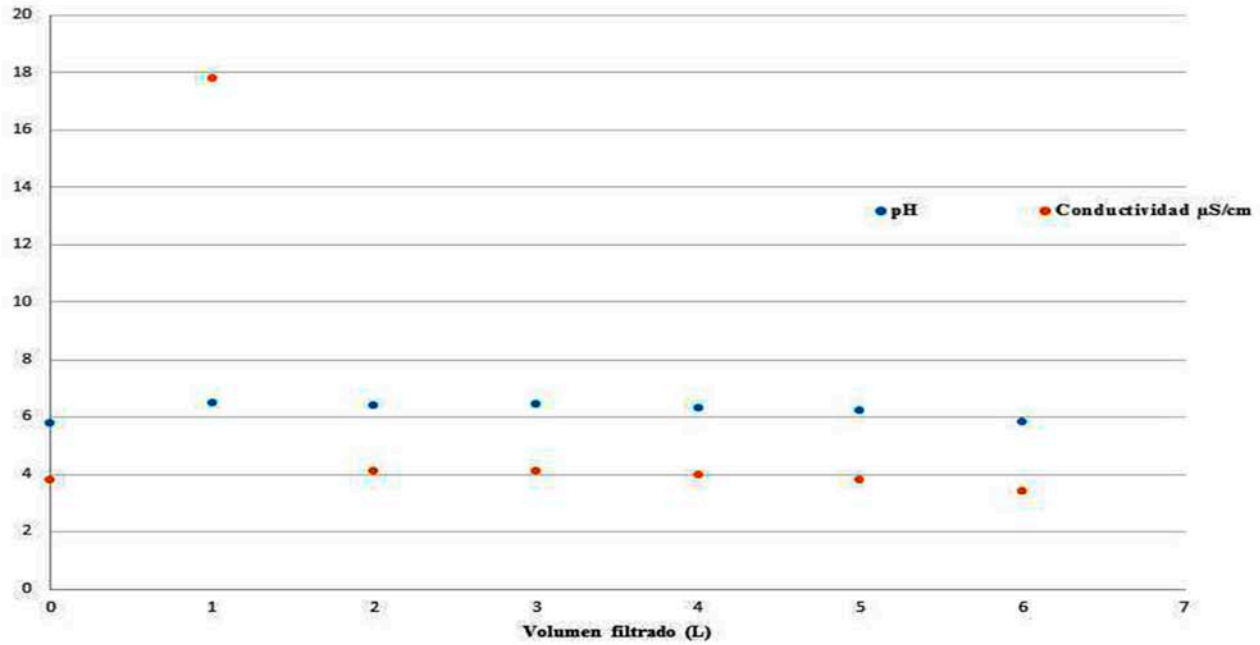

Figura 1. Comportamiento de la conductividad y el pH del agua destilada, a diferentes volúmenes de filtración.

La condición de volumen de filtrado 0 representa los valores de las variables para el agua destilada antes de filtrar. Se puede comprobar que existe un aporte de las placas filtrantes, debido a que al inicio de la filtración (volumen filtrado 1 L) existe una variación de la conductividad y el pH, que disminuyen progresivamente hasta alcanzar nuevamente los valores iniciales. La no variación de la dureza demuestra que este tipo de placas es adecuado para la filtración de rones, debido a que no existe un aporte significativo de iones Ca^{2+} y Mg^{2+}. Con el procedimiento se demuestra que la placa NA-70K, a partir de cinco litros de agua filtrada, logra alcanzar las condiciones de conductividad eléctrica iniciales y a los seis litros se logra el pH esperado. Por consiguiente, la placa objeto de estudio no afecta estas características físico-químicas de los rones. Seguidamente se filtró ron Añejo, se tomaron muestras a 500 mL y 1 L y se obtuvo un grado alcohólico de 37.49 y 38.06 % v/v a 20 °C, respectivamente. En la muestra de 1 L no se detectaron partículas en suspensión. Este resultado muestra que se requiere más de 1 L del ron Añejo para el lavado final de la placa filtrante.

Adicionalmente, se realizó la prueba con ron Vázquez, como medio de lavado de las placas. En la figura 2 se presenta el resultado del cambio en el grado alcohólico y del color en el filtrado. Luego de los 6 L de lavado de las placas, con ron Vázquez, se filtró el ron Añejo y se tomaron muestras después de filtrar 500 mL y 1 L, se obtuvo un grado alcohólico de 38.30 % v/v y 38.38 % v/v a 20 °C, respectivamente; o sea, con 1 L se logra que se alcance el grado alcohólico del ron Añejo. A la muestra tomada después de filtrar un litro se le realizó la inspección visual y no se detectaron partículas en suspensión.

Con el análisis de ambos experimentos se determinó que, el lavado de las placas, puede realizarse de igual manera con agua destilada o ron Vásquez. Si se lavan con ron Vásquez, a pesar de que no se alcanza el grado alcohólico inicial del ron Vásquez, se logra obtener con un menor volumen filtrado el grado alcohólico deseado, por lo que su empleo constituye un ahorro del producto de interés (ron Añejo).

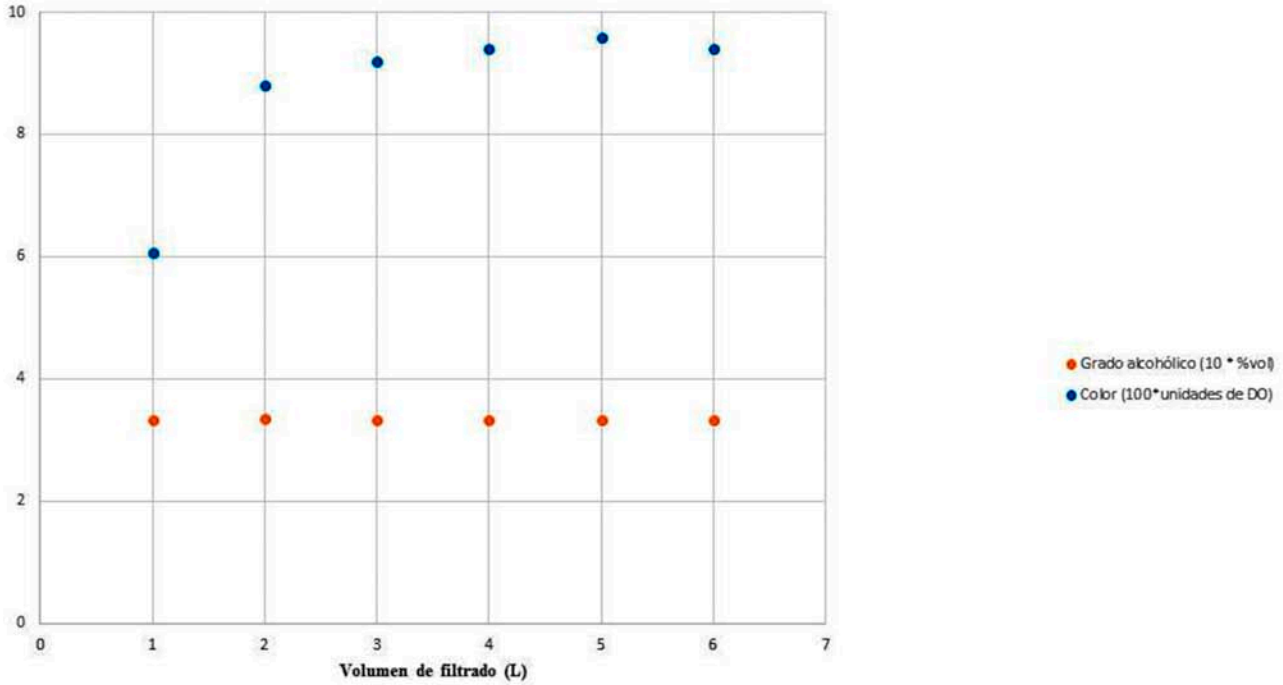

Figura 2. Comportamiento del grado alcohólico y del color a diferentes volúmenes de filtración, con ron Vázquez como medio de lavado de las placas.

Determinación de la resistencia hidráulica en la filtración de ron Añejo a escala industrial

Los resultados obtenidos durante la filtración, a escala industrial, se presentan en la figura 3. La recta obtenida puede ser descrita mediante la ecuación 8, con R^2 = 81.0 %, error estándar de los

estimados = 0.0112 y error medio absoluto = 0.0078. El ajuste de la recta permite afirmar que el mecanismo de filtración corresponde al de formación de torta a ΔP constante.

$$t/V = 0.0001 * V + 2{,}43 \quad \text{(Ec. 8)}$$

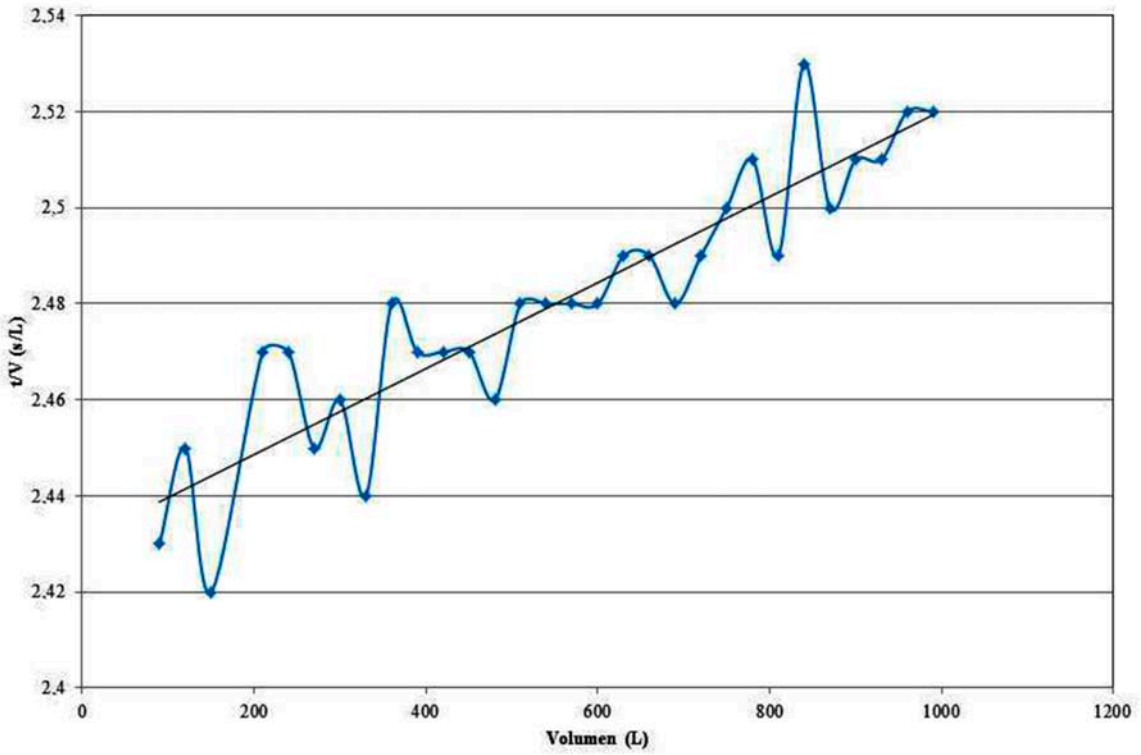

Figura 3. Gráfica de t/V *vs* V para evaluar la resistencia hidráulica.

Del intercepto se obtiene que la placa filtrante estudiada presenta una resistencia hidráulica de $2.43*10^{3}$

Se conoce que el área de filtración (S) es de 0.8 m^2, la viscosidad de la suspensión (μ) es de $1.033 * 10^{-3}$ Pa*s y la caída de presión (-ΔP) es de 101.3 kPa por lo que al aplicar la ecuación 4 se determinó que la resistencia del medio filtrante es de $1.9*10^{11}$ m^{-1}. Aunque no se dispone de evaluaciones anteriores que permitan comparar este resultado, la consulta en textos permite comprobar que el orden de magnitud es lógico (14). Otra comparación puede hacerse si se calcula la resistencia específica del medio filtrante, conocido su espesor. Este valor sería $0.5*10^{14}$ m^{-2}, orden de magnitud que corresponde a la resistencia específica de un medio filtrante de dolomita, componente que se conoce que está en la formulación de la placa (15).

Comportamiento de la columna desmineralizadora

La columna industrial empleada en la desmineralización del ron Añejo posee 1.3 m de altura del lecho y 9 cm de diámetro, lo que representa un volumen de cama de resina de 8.2 L, según se vio en la ecuación 5.

La densidad aparente de la resina nueva y en uso fue de 809.6 (coeficiente de variación 2.42 %) y 657.1 g/L (coeficiente de variación 1.04 %), respectivamente. La resina nueva difiere en un 4.75 % de la especificada por el fabricante. Esto se debe a los largos períodos de almacenamiento. La resina en uso presenta una disminución de 18.83 % de su densidad, lo cual es síntoma de envejecimiento de la resina y un estado técnico inadecuado.

Al evaluar la retención de líquido se obtuvo que la resina nueva fue capaz de retener 1.84 L/kg (coeficiente de variación 4.98 %), mientras que la resina en uso 2.15 L/kg (coeficiente de variación

9.12 %). El aumento en un 16.84 % de la retención de líquido puede estar asociado a la destrucción parcial de la estructura base de la red polimérica de la resina y es un indicador de su envejecimiento.

El aumento de la retención de líquido constituye un aumento de las pérdidas en el proceso productivo porque, en cada lote a desmineralizar, se pierde el ron que queda retenido en la columna. En las condiciones actuales para un volumen de 8.2 L y una densidad aparente de 657.1 g/L se pierden 11.2 L del ron Añejo, en cada lote.

En la tabla 2 se muestran los contenidos de iones calcio y magnesio de las muestras de ron que alimentaron la columna desmineralizadora, para evaluar su desempeño en la remoción de iones, tanto con la resina en uso como con la resina nueva. De los resultados obtenidos para ambas resinas se concluye que se logran las concentraciones especificadas (suma de los iones Ca^{2+} y Mg^{2+} < 2 µg/mL), con lo que su desempeño, en la remoción, es adecuado.

Tabla 2. Contenido de iones calcio y magnesio antes de pasar el ron por la columna de intercambio y después de ello

Resina	Ca^{2+} (µg/mL) al inicio	Mg^{2+} (µg/mL) al inicio	Ca^{2+} (µg/mL) al final	Mg^{2+} (µg/mL) al final
Nueva	7.10	1.04	<0.01	<0.01
En uso	7.26	1.01	<0.01	<0.01

Con el objetivo de aumentar capacidades en la etapa de desmineralización y al conocer que el comportamiento de la actual columna era satisfactorio, se procedió a evaluar una columna de intercambio iónico de capacidad 100 L, donada a la institución. Para realizar el escalado y seguir el criterio de similitud, debe lograrse similitud geométrica, dinámica y cinemática. Con la similitud geométrica se mantiene constante la relación entre la longitud de la columna y el diámetro; con la cinemática, se asegura que las propiedades físicas del fluido, en las columnas de ambas escalas, sean iguales para que el régimen de transferencia de masa se mantenga; y, con la dinámica, la velocidad lineal de flujo, en ambas columnas, se mantiene constante. La comparación entre las dimensiones de ambas columnas se muestra en la tabla 3.

Tabla 3. Dimensiones de las columnas de intercambio iónico

	Columna en uso	Columna nueva
Volumen (L)	8.27	100
Altura de la columna (m)	1.50	0.94
Altura de la cama (m)	1.30	0.82
Diámetro interno de la columna (m)	0.09	0.405

En el caso analizado, la similitud geométrica no se mantiene, ya que la relación longitud de cama/diámetro de columna es diferente (14.4 para la escala menor de la columna actual y 2.02 para la escala mayor). Por otra parte, en la columna de menor diámetro, la magnitud axial es superior a la radial, con lo que se puede priorizar el flujo axial, pero en la columna de mayor volumen, las dimensiones axiales y radiales son similares, con lo que no debe ser posible mantener el flujo axial como predominante. Al ser esta columna la que se tiene disponible, no es posible mantener la similitud geométrica.

Se consideró el criterio de mantener la velocidad lineal de flujo constante, que da una medida de la velocidad con la que pasa el líquido a través de la columna (16). La columna en uso tiene un área de la sección transversal de $6.35*10^{-3}$ m^2 y una velocidad lineal de 188 cm/h, calculadas mediante las ecuaciones 1 y 6, respectivamente. La columna nueva tiene un área de la sección transversal de 0.128 m^2, por lo que para mantener la velocidad lineal es necesario alimentar un flujo volumétrico

de 240 L/h. Este resultado debe ser tomado solamente como un criterio, se deben realizar pruebas experimentales que permitan ajustar el valor.

CONCLUSIONES

La placa clarificante NA-70K es adecuada para la filtración del ron Añejo y es conveniente emplear ron Vásquez para el lavado de las placas, en lugar de agua destilada, pues con ello se requiere menos consumo de ron Añejo en el lavado final de la placa.

La resina de la columna desmineralizadora presenta síntomas de envejecimiento, lo que provoca que se pierdan 11.2 L de ron Añejo en cada lote. A pesar de esto se logran las concentraciones de iones calcio y magnesio especificadas.

A la nueva columna de intercambio iónico de 100 L, se deberá alimentar un flujo volumétrico de 240 L/h, como criterio preliminar. Este valor se deberá ajustar experimentalmente, una vez instalada.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. Batista, M.V. Control de la Producción y Trazabilidad, ICIDCA, POE-12, La Habana, 2018. 27p.
2. FILTROX Placas filtrantes & filtros. Suiza < http://www.filtrox.com/rs/productos/placas-filtrantes > [Fecha de consulta:11/06/2020]
3. Medina, E.E. Utilización del filtro prensa y filtro Sartorius acoplado al mismo, ICIDCA, POE-8.4, La Habana. 2019.
4. PUROLITE Purolite C100E. Product Bulletin. EEUU < https://www.purolite.com/ product/ c100e> [Fecha de consulta:7/06/2020]
5. Michaud, C. Purolite. Water Softening Resin Guide. Application Notes. EEUU. 2011. 8p.
6. Reyes- Linares, A. Informe hasta la fecha del año 2018 del proceso de producción. ICIDCA, La Habana. 2018.
7. Oficina Nacional de Normalización. NC-529:2007. Bebidas alcohólicas. Determinación de la intensidad colorante en rones. Cuba. 2007.
8. Herrera Marrero, N. Utilización del pH-metro, ICIDCA, PNO-17.2, LABEB, 2008.
9. Méndez, J., Sistema de control de calidad para la producción de rones y aguardientes, La Habana: Editorial Ministerio del Azúcar, 1977.
10. Oficina Nacional de Normalización. NC-790:2010. Bebidas alcohólicas. Determinación del grado alcohólico. Métodos de referencia: 1- Grado alcohólico por picnometría y 2- Grado alcohólico por densimetría digital, Cuba. 2010.
11. Herrera Marrero, N. Utilización del conductímetro, ICIDCA, PNO-17.8, LABEB, 2006.
12. Rosabal Vega, J.M., Matos Valle, M. Hidrodinámica y separaciones mecánicas. 3ra edición. Vol 2. La Habana: Editorial Félix Varela, 2006, 161 p. ISBN 978-970-18-1407-9
13. ASTM International. Standard Test Methods and Practices for Evaluating Physical and Chemical Properties of Particulate Ion-Exchange Resins ASTM D2187 – 17. West Conshohocken, PA, 2017.
14. Richardson, J.F., Harker. J.H., Backhurst, J.R. Particle Technology and Separation Processes Coulson and Richardson's Engineering. 5 ed. Vol. 2. UK: Butterworth-Heinemann. 2002,1229 p. ISBN 0 7506 4445 1
15. Carlson Filtration LTD. Carlson's Process Filtration Product Range. UK < www.carlson.co.uk >(Fecha de consulta:11/04/2020)
16. Hagel, L., Jagschies, G., Sofer, G. Handbook of Process Chromatography 2nd edition. The Netherlands: Elsevier. 2008, 383 p. ISBN 978-0-12-374023-6.