

# Evaluación de una resina adsorbente en la filtración de aguardiente

Salomé Alemán-Carriazo<sup>1, 2\*</sup>, Juan C. González-Delgado<sup>1</sup>, Lianyí Tejeda-Marrero<sup>2</sup>, Guido Riera-González<sup>2</sup>, Luis Cruz-Viera<sup>2</sup>

1. Ronera de Santa Cruz del Norte, Cuba Libre No. 1, Santa Cruz del Norte. Mayabeque, Cuba

2. Universidad Tecnológica de La Habana José A. Echeverría. Calle 114, No. 11901, entre Ciclovía y Rotonda, Marianao. La Habana, Cuba

\*[saleman@cubaron.co.cu](mailto:saleman@cubaron.co.cu)

## RESUMEN

**Introducción.** Se evaluó, a escala de laboratorio, una resina adsorbente en el filtrado de aguardiente añejo correspondiente a un material polimérico poroso, utilizado para la eliminación de contaminantes, impurezas y separación de compuestos en otros procesos industriales, como sustituta del carbón activado.

**Objetivo.** Evaluar el empleo de una resina de adsorción en el proceso de filtración de aguardiente.

**Materiales y Métodos.** Se determinaron las condiciones de operación a nivel industrial resaltando la carga hidráulica, dada por el volumen de líquido por encima de la cama de carbón por unidad de área. Se realizó el escalado inverso o desescalado de un filtro de carbón activado a nivel industrial, sobre la base de igualdad geométrica y carga hidrostática, a partir de lo cual se determinaron las dimensiones del equipo a nivel de laboratorio, así como sus parámetros operacionales: diámetro del filtro, altura del líquido por encima de la cama, tiempo de residencia y flujo volumétrico por unidad de área carga hidrostática.

**Resultados y Discusión.** La resina investigada provocó cambios en el aguardiente filtrado, el color fue el parámetro de mayor diferencia, con respecto al aguardiente tratado en un filtro con carbón activado.

**Conclusiones.** La resina evaluada no logra satisfacer los requerimientos establecidos industrialmente para el aguardiente filtrado. El empleo del carbón provocó una disminución del 87.2 % del color, con la resina se logró una disminución del 49.6 %. El pH del filtrado patrón puede considerarse en el intervalo establecido industrialmente (4-5), lo que no ocurrió en el caso del filtrado de la resina.

**Palabras claves.** Resina de adsorción, filtración, aguardiente, escalado inverso.

## ABSTRACT

**Introduction.** An adsorbent resin, containing a porous polymeric material, employed in multiples steps such as pollutants elimination, impurities remotion and compounds 'separation in industrial processes, as a substitute for activated carbon, was evaluated at laboratory level using filtrated aged brandy.

**Objective.** Adsorption resin evaluation in process denominated as spirits filtration using brandy as source was defined as aim in this investigation.

**Materials and Methods.** Industrial level Operating conditions were defined stressing importance in hydraulic load (defined as liquid volume at a level higher than carbon bed per unit of area). Inverse scaling (also known as de-scaling) using a filter of activated at industrial level was carried out. The method was applied based on geometric equality and hydrostatic load, thus allowing equipment 'dimensions definition at laboratory level, as well as operational parameters such as filter diameter, height of the liquid above the bed, residence time and volumetric flow per unit of hydrostatic load area.

**Results and Discussion.** The resin investigated produced changes in filtered brandy, being the color the variable with higher level of difference concerning brandy-treated in a filter prepared with activated carbon.

**Conclusions.** Resin evaluated does not satisfy the industrially established requirements for filtered brandy. Carbon use produced an 87.2 color decreasing, value higher than resin-use (49.6 % was obtained with resin-treatment). pH of filtrate employed as standard can be defined between 4 and 5 as range when industrial process is evaluated but resin does not behave in a similar mode.

**Keywords.** Adsorption resin, filtration, aguardiente, reverse escalation.

## INTRODUCCIÓN

La primera bebida espirituosa que se fabricó en los países del Caribe con la llegada de los europeos fue el ron. La historia del ron cubano es tan antigua como la colonización misma. Durante sus inicios, las raíces de la caña, procedentes de Islas Canarias prendieron en la virgen y fértil tierra cubana, donde encontraron un microclima con condiciones ideales para su crecimiento. Luego de un largo recorrido histórico y de modificaciones tecnológicas se logra, en 1862, la producción del ron ligero cubano.

Hoy en día existen muchos tipos y marcas de rones, en Cuba el ron se define como una bebida alcohólica que procede de los destilados obtenidos a partir de los mostos fermentados de los jugos y melazas de la fabricación del azúcar y sus mezclas añejados, convenientemente, con madera de roble blanco (1).

El proceso de fabricación de los rones cubanos exige diferentes etapas, estrechamente vinculadas con las características organolépticas del producto final, de conformidad con el cuidado del medioambiente; ejemplo de ello es la etapa de tratamiento con carbón activado, del aguardiente añejo diluido, que permite ajustar las propiedades organolépticas a los requerimientos del producto final.

En la Ronera de Santa Cruz del Norte se realiza la filtración de aguardientes añejos diluidos con el uso del carbón activado granular, con excelentes resultados en el producto final. Este material ofrece un tamaño y estructura de poro capaces de adsorber una amplia gama de tamaños de moléculas. Posee buenas propiedades de adsorción, alta resistencia mecánica y bajo contenido de polvo. Estas cualidades de adsorción superiores facilitan la captura y retención de contaminantes de color, olores e impurezas. La atracción electrostática y la unión química se utilizan para acumular y atrapar contaminantes en las paredes de los poros y en las superficies exteriores de los gránulos. El tamaño pequeño de los gránulos y la alta porosidad proporcionan un área de superficie que aumenta las tasas de adsorción (2).

La presente investigación tiene como objetivo evaluar, a escala de laboratorio, una resina adsorbente en el filtrado del aguardiente añejo, correspondiente a un material polimérico poroso, utilizado para la eliminación de contaminantes, impurezas y separación de compuestos en otros procesos industriales (3), como alternativa al carbón activado, ante cualquier contingencia, para garantizar que la producción de rones no se detenga.

Se observa un aumento de publicaciones en las que se describe el empleo de resinas macroporosas para la recuperación y la concentración no térmica de compuestos polifenólicos. Se describe también el empleo de resinas para el fraccionamiento de extractos naturales, obtenidos a partir de productos y subproductos de la industria alimentaria como, por ejemplo, la cáscara de cítricos y las melazas; o, para los extractos en disolventes de los licores de autohidrólisis de bagazo (4-8).

## MATERIALES Y MÉTODOS

### Caracterización de los filtros industriales

Se realizó la caracterización de los filtros, por sus dimensiones y parámetros operacionales. Las características del carbón: densidad aparente, 400 kg/m<sup>3</sup> y porosidad, 0.73, según la información de la empresa que lo comercializa.

Se determinaron todas las condiciones industriales de operación que permitieron calcular los parámetros de operación: volumen de la columna, volumen de la cama de carbón, volumen de los espacios vacíos (volumen de huecos), volumen de carbón, masa de carbón y tiempo de residencia.

Para el cálculo de estos parámetros se emplearon 11 ecuaciones:

$$V = \pi \cdot D^2 \cdot H/4 \quad \text{Ec. 1}$$

siendo:  $V$ , volumen de la columna ( $\text{m}^3$ );  $H$ , altura de la columna (m);  $D$ , diámetro interno de la columna (m)

$$V_C = \pi \cdot D^2 \cdot Z/4 \quad \text{Ec. 2}$$

siendo:  $V_C$ , volumen de cama de carbón ( $\text{m}^3$ );  $D$ , diámetro de la columna (m);  $Z$ , altura de cama de carbón (m)

$$V_h = \xi \cdot V_C \quad \text{Ec. 3}$$

siendo:  $V_h$ , volumen de huecos ( $\text{m}^3$ );  $\xi$ , porosidad

$$V_{\text{carbón}} = V_C - V_h \quad \text{Ec. 4}$$

siendo:  $V_{\text{carbón}}$ , volumen de carbón ( $\text{m}^3$ )

La porosidad se calculó a partir de la ecuación (5) y el valor obtenido se comprobó mediante la comparación con el reportado en la ficha técnica del carbón

$$\rho_a = \rho_p (1 - \xi) \quad \text{Ec. 5}$$

siendo:  $\rho_a$ , densidad aparente ( $\text{kg}/\text{m}^3$ );  $\rho_p$ , densidad de partícula ( $\text{kg}/\text{m}^3$ )

$$\rho_p = m_c / V_{\text{carbón}} \quad \text{Ec. 6}$$

siendo:  $m_c$ , masa de carbón (kg)

$$t_r = V_h / Q \quad \text{Ec. 7}$$

siendo:  $t_r$ , tiempo de residencia (s);  $Q$ , flujo volumétrico ( $\text{m}^3/\text{s}$ )

$$A_t = \pi \cdot D^2 / 4 \quad \text{Ec. 8}$$

siendo:  $A_t$ , área de la sección transversal de la columna ( $\text{m}^2$ )

$$\text{Flux} = Q / A_t \quad \text{Ec. 9}$$

siendo:  $\text{Flux}$ , densidad de flujo volumétrico por unidad de área seccional de la columna ( $\text{m}^3/\text{m}^2\text{s}$ )

$$C_h = V_t / A_t \quad \text{Ec. 10}$$

siendo:  $C_h$ , carga hidrostática (m);  $V_t$ , volumen de tope ( $\text{m}^3$ )

$$V_{\text{tope}} = \pi \cdot D^2 \cdot H_t / 4 \quad \text{Ec. 11}$$

siendo:  $V_{\text{tope}}$ , volumen de tope ( $\text{m}^3$ );  $H_t$ , altura de tope de la columna (m)

### Escalado inverso

En el escalado inverso o desescalado se consideró la similitud geométrica y, como estrategia, igual carga hidrostática. Los parámetros de diseño y operación se determinaron a través de cálculos

matemáticos, se partió de las condiciones operacionales determinadas en el filtro industrial, descritas anteriormente, y se utilizaron las relaciones geométricas:

$$D/H$$

$$D/Z$$

$$D/Ht$$

siendo  $D$ , diámetro interno de la columna (m);  $Z$ , altura de cama de carbón (m);  $H$ , altura de la columna (m) y  $Ht$ , altura de tope de la columna (m).

A escala industrial se tomaron muestras del aguardiente añejado diluido, al 54 % v/v, antes (muestra DAA) y después del tratamiento con carbón activado (muestra P). El muestreo se realizó cada 60 s, para un flujo de líquido de  $4.16 \cdot 10^{-4} \text{ m}^3/\text{s}$ , a través de los filtros de carbón.

A escala de laboratorio se utilizó la resina PAD 400 (Polydivinylbenzene Macroporoso, resina adsorbente, forma no-iónico) (9), con el empleo del mismo aguardiente con igual dilución que a escala industrial (muestra DAA). Las muestras fueron tomadas durante el tratamiento, con un tiempo de contacto de 7 200 s, hasta recolectar  $0.0014 \text{ m}^3$  de dilución del aguardiente filtrado (muestra R).

### Determinaciones realizadas

La densidad se estimó a partir de la expresión 12 (9):

$$\rho_a = M/V_i \quad \text{Ec. 12}$$

siendo:  $\rho_a$ , densidad aparente ( $\text{kg}/\text{m}^3$ );  $N$ , masa de partículas sólidas (kg);  $V_p$ , volumen del lecho de partículas ( $\text{m}^3$ ).

Para determinar la masa de partículas sólidas se empleó una balanza técnica (KERN, Modelo 440-47 N, de Alemania), con una precisión  $1 \cdot 10^{-4} \text{ kg/g}$ . El volumen de agua mediante una probeta graduada de  $0.03 \text{ m}^3$ , con escala graduada de  $1 \cdot 10^{-6} \text{ m}^3$ .

Para el análisis del aguardiente filtrado, primeramente, se hizo fluir agua desmineralizada a través de la columna de manera reiterada. A cada muestra del aguardiente filtrado (muestra P y R) se le realizó la determinación de pH (Hanna Instruments Inc., EE. UU.) con una precisión de 0.01 y un error de medida  $\leq 0.02$  (10), así como grado alcohólico y color, según la NC 790: 2007, por el método de densimetría digital, el equipo utilizado de marca Anton Para, modelo 5001, de Austria (11) y la NC 529:2007 (12), respectivamente. El grado alcohólico (GA) se expresó como el porcentaje en volumen del alcohol etílico en la muestra, mientras que el color (C) como unidades de densidad óptica (UDO).

### Análisis estadísticos

Todos los experimentos se realizaron por triplicado, al igual que las determinaciones realizadas. Estas se reportaron como el valor medio con su desviación estándar. Se realizaron pruebas de comparación de medias y se consideraron como causa de variación el medio filtrante ( $p \leq 0.05$ ).

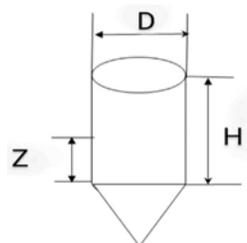
Todos los análisis estadísticos se realizaron mediante el programa Statgraphics Centurion XVII ((Statistical Graphics, Rockville, MD, EE. UU.).

## RESULTADOS Y DISCUSIÓN

### Caracterización de los filtros industriales

El área de fabricación de la Ronera de Santa Cruz del Norte cuenta con una capacidad de filtración mayor de  $0.001157 \text{ m}^3/\text{s}$ , en cada filtro se colocan 1 000 kg de carbón activado, según las especificaciones operacionales. La fuerza motriz presente en este proceso de filtrado es la diferencia de presión, para mantener esta diferencia constante se garantiza una altura constante del líquido en

la parte superior del filtro. Este proceso tiene un tiempo de duración de 1 8000 s. En la figura 1 se representa uno de los filtros de carbón activado, empleado para la determinación de las condiciones reales de operación.



**Figura 1.** Filtro industrial: D, diámetro interno del filtro; H, altura del filtro; Z, altura de la cama de carbón; Ht, altura de tope de la columna.

A partir del diseño tecnológico de los filtros industriales (*know how* protegido), se procedió a calcular el escalado inverso.

### Escalado inverso

Como se señaló, para el escalado inverso se tomaron las relaciones geométricas y la carga hidrostática ( $Ch$ ) correspondientes al filtro industrial, a partir de las cuales se determinaron las dimensiones del filtro a escala de laboratorio. Además, se consideraron las propiedades y parámetros operacionales que se reportan en la tabla 1.

**Tabla 1.** Datos adicionales para los cálculos en el desescalado

	0.42
$\rho_a$ (kg/m <sup>3</sup> ) calculada	586.66
$\rho_p$ (kg/m <sup>3</sup> ) dato del fabricante	1 020

Las dimensiones del filtro, a escala de laboratorio, se reportan en la tabla 2.

**Tabla 2.** Dimensiones del filtro a escala de laboratorio

H (m)	Z (m)	Ht (m)	D (m)
0.590	0.083	0.0160	0.04

Las condiciones operacionales, a escala de laboratorio, se presentan en la tabla 3.

**Tabla 3.** Condiciones de operación a escala de laboratorio

V (m <sup>3</sup> )	V <sub>c</sub> (m <sup>3</sup> )	V <sub>h</sub> (m <sup>3</sup> )	V <sub>resina</sub> (m <sup>3</sup> )	V <sub>tope</sub> (m <sup>3</sup> )	A <sub>t</sub> (m <sup>2</sup> )	m <sub>resina</sub> (kg)	t <sub>r</sub> (s)	Flux (m <sup>3</sup> /m <sup>2</sup> s)	C <sub>h</sub> (m <sup>3</sup> /m <sup>2</sup> )
7*10 <sup>-4</sup>	1.1*10 <sup>-4</sup>	4*10 <sup>-5</sup>	6*10 <sup>-5</sup>	2*10 <sup>-4</sup>	1.3*10 <sup>-3</sup>	6.21*10 <sup>-2</sup>	2761.2	1.27*10 <sup>-5</sup>	0.0357

Con esta información se construyó el filtro a escala de laboratorio. Con el propósito de conocer si la resina aportaba alguna variación en el pH del aguardiente filtrado se hizo fluir agua desmineralizada a través de la columna, hasta coleccionar el volumen de un litro al que se le realizaron las determinaciones de pH. Los resultados obtenidos se presentan en la tabla 4.

**Tabla 4.** El pH de las disoluciones obtenidas del lavado de la resina con agua desmineralizada

	PAD 400
Promedio	7.29
Desviación estándar	0.058
Coefficiente de variación (%)	0.803

La resina no provocó variaciones significativas ( $p \leq 0.05$ ) en el pH del agua desmineralizada, en su paso a través de la columna. Sobre la base de este resultado se realizó una prueba de filtración del aguardiente. Las muestras se tomaron una vez recolectados  $0.0014 \text{ m}^3$  del aguardiente filtrado.

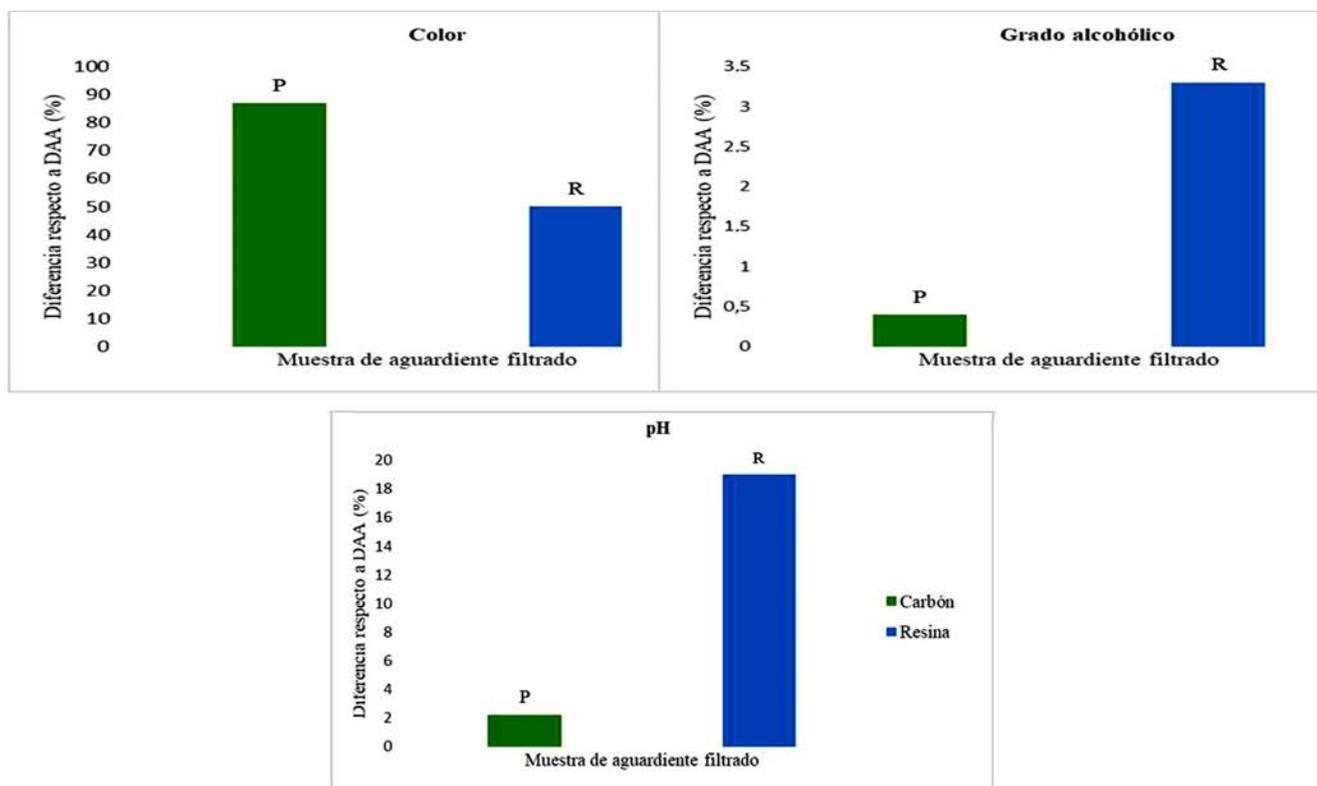
Se midió el color, el grado alcohólico y el pH de los aguardientes filtrados, con el empleo del carbón y de la resina, a los 7 200 s de operación, estos resultados se presentan en la tabla 5.

**Tabla 5.** Evaluación del color (C), del grado alcohólico (GA) y del pH del aguardiente alimentado (DAA) y los filtrados (P y R), a los 7 200 s de operación

	C (UDO)	Desviación estándar		GA (%)	Desviación estándar		pH	Desviación estándar
DAA	0.125	0.00082	DAA	54.92	0.15759	DAA	4.95	0.05679
P	0.016 a	0.00141	P	54.71 a	0.01826	P	5.07 a	0.23171
R	0.063 b	0.0005	R	53.10 b	0.10708	R	5.90 b	0.0269

Letras diferentes indican diferencias significativas entre los aguardientes filtrados.

Los filtrados obtenidos muestran diferencias significativas en las tres determinaciones realizadas. En la figura 2 se representa la diferencia, expresada como porcentaje, de cada una de las citadas determinaciones (P y R), respecto a la muestra del aguardiente diluido, sometido a filtración (DAA).

**Figura 2.** Diferencia de porcentajes de las muestras P y R, respecto a DAA.

Si bien la resina investigada reduce la coloración del aguardiente tratado, lo hace en menor proporción que el carbón. Mientras que el empleo del carbón provocó una disminución del 87.2 % del color, con la resina se logra una disminución del 49.6 %. Ello significa que el color del aguardiente filtrado, mediante la resina, posee una coloración 3.9 veces superior al obtenido mediante el carbón. Aunque el poder adsorbente de la resina resultó menor que el del carbón, este resultado corrobora una de las aplicaciones definidas en la hoja técnica de la resina, aportada por la empresa que lo comercializa, relacionada con la decoloración de caldos de cerveza.

El porcentaje de alcohol, en volumen, del aguardiente filtrado con el carbón disminuyó solo un 0.36 % y con la resina esta disminución fue de 3.30 %, por lo que el grado alcohólico obtenido mediante el empleo del carbón es 1.03 veces superior al correspondiente, con el empleo de la resina. En el caso de la resina, el valor obtenido (53.17 %) rebasa el límite inferior establecido para este parámetro en la filtración industrial (53.5 %).

Al analizar los resultados obtenidos, esta variación en la graduación alcohólica pudo deberse a una pérdida por evaporación, por no encontrarse hermetizada la columna experimental y a un nivel de absorción de etanol por la resina. No se encontró en la literatura referencia sobre el comportamiento de la resina, en relación con la graduación alcohólica.

El pH del filtrado patrón se incrementó 0.12 décimas, con respecto al aguardiente alimentado; mientras que, en el caso de la resina, el aumento fue de 0.95, este aumento pudo deberse a una adsorción de componentes ácidos por la columna de la resina. El pH del filtrado patrón puede considerarse en el intervalo establecido industrialmente (4-5), lo que no ocurrió en el caso del filtrado de la resina.

## CONCLUSIONES

1. A partir del escalado inverso de un filtro industrial, que emplea carbón activado como medio filtrante, se determinaron las dimensiones y condiciones operacionales para un filtro a escala de laboratorio, para evaluar el comportamiento de una resina en la filtración del aguardiente.
2. La resina investigada provocó cambios en el aguardiente filtrado, pero sin llegar a satisfacer los requerimientos establecidos, industrialmente, para el aguardiente y fue el color el parámetro de mayor diferencia, con respecto al aguardiente tratado, en un filtro con carbón activado.

## REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. NC 113:2019. Ron cubano / especificaciones.
2. Rodríguez, C, *et al.*, 2013. El carbón activado, un material adsorbente. Universidad de Matanzas Camilo Cienfuegos, 2013. [http://monografias.umcc.cu/monos/2013/Facultad de Ingenierias/mo13253.pdf](http://monografias.umcc.cu/monos/2013/Facultad%20de%20Ingenierias/mo13253.pdf). Consultada: 2 marzo 2020.
3. Company, P., Purolite Product Guide. Characteristics and Applications 2011.
4. Grohmann, K, *et al.*, 1999. Purification of citrus peel juice and molasses. *J. Agric. Food Chem.* 47, 4859–4860.
5. Kammerer, D, *et al.*, 2005. Recovery of anthocyanins from grape pomace extracts (*Vitis vinifera* L. cv. Cabernet Mito) using a polymeric adsorber resin. *Eur. Food Res. Technol.* 220, 431–437.
6. Kammerer, D.R.; Carle, R. 2008. Process strategies for the recovery and isolation of phenolic compounds from winery by-products. *Electron. J. Environ. Agric. Food Chem.* 7, 3226 – 3230.
7. Cardona, J.A *et al.*, 2009. Color and polyphenols stability in extracts Bibliografía 195 produced from muscadine grape (*Vitis rotundifolia*) pomace. *J. Agric. Food Chem.* 57, 8421– 8425.

8. Kammerer, J et al., (s.f) Enrichment and fractionation of major apple flavonoids, phenolic acids and dihydrochalcones using anion exchange resins. LWT-Food Sci. Technol. 44, 1079 –1087.
9. Purosorb PAD400.Hoja técnica.[www.purolite.com](http://www.purolite.com).
10. NC ISO 10523: 2016. Determinación del pH [ISO 10523:1994, IDT].
11. NC 290: 2007. Bebidas alcohólicas — Determinación del grado alcohólico en alcoholes, bebidas alcohólicas destiladas, vinos, licores, bebidas alcohólicas preparadas, cocteles y extractos hidroalcohólico.
12. NC 529:2007. Bebidas alcohólicas-determinación de la intensidad colorante en rones.